

Programme d'accréditation
des laboratoires d'analyse

LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT
LES TRAVAUX ANALYTIQUES
EN CHIMIE

DR-12-SCA-01

Édition : 3 mars 2011

Centre d'expertise
en analyse
environnementale

Québec 

Pour toute information complémentaire sur les activités du **Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec** ou pour vous procurer nos documents, veuillez consulter notre site Internet à l'adresse suivante :
www.ceaeq.gouv.qc.ca

ou communiquer avec nous :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Complexe scientifique
2700, rue Einstein, bureau E-2-220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddep.gouv.qc.ca

Référence bibliographique

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.

Dépôt légal – Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2011

ISBN 978-2-550-55788-3 (PDF), Édition précédente
ISBN 978-2-550-54028-1 (PDF), Édition : 2008

© Gouvernement du Québec, 2011

AVANT-PROPOS

Ce document s'adresse à tous les laboratoires accrédités en chimie dans le cadre du *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse* (PALA). Il présente les exigences relatives à l'accréditation des laboratoires de chimie en ce qui concerne notamment les équipements, les méthodes, l'assurance et le contrôle de la qualité. Ces éléments sont passés en revue lors de l'évaluation sur site des laboratoires. Le laboratoire doit soumettre un rapport de correction des éléments non conformes établis lors de l'évaluation et démontrer l'application effective de son programme d'assurance et de contrôle de la qualité.

La correspondance entre les sections présentées dans ce document et celles apparaissant dans le document intitulé *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse, Normes et exigences*¹, est indiquée entre parenthèses au début de chacune des sections.

¹ Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : Normes et exigences*, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2009, Édition courante.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
AVANT-PROPOS	3
1 LOCAUX ET ENVIRONNEMENT (SECTION 5.3)	7
1.1 Aménagement	7
1.2 Propreté.....	7
2 MATÉRIEL, RÉACTIFS ET MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE (SECTIONS 4.6 ET 5.9)	7
2.1 Produits chimiques, réactifs, étalons et matériaux de référence.....	8
2.1.1 Registre d'inventaire des réactifs et des produits chimiques.....	8
2.1.2 Registre d'inventaire des étalons	8
2.1.3 Registre d'inventaire des matériaux de référence	8
2.1.4 Qualité des lots d'étalons et matériaux de référence.....	9
2.1.5 Identification et conservation des solutions	9
2.1.6 Traçabilité des solutions	9
2.2 Verrerie.....	9
2.3 Système d'eau déminéralisée ou distillée.....	10
3 ÉQUIPEMENTS (SECTIONS 5.5 ET 5.6).....	10
3.1 Système d'inventaire des équipements.....	10
3.2 Étalonnage	11
3.3 Entretien et calibrage des équipements	11
3.3.1 Thermomètres.....	11
3.3.2 Balances	11
4 MÉTHODES D'ANALYSE (SECTIONS 5.4 ET 5.9).....	12
4.1 Vérification des méthodes utilisées	12
4.2 Disponibilité des méthodes d'analyse	12
4.3 Validation des méthodes	12
4.4 Incertitude de mesure (section 5.4.6).....	13
4.5 Système informationnel	13
5 TRAÇABILITÉ DE L'INFORMATION (SECTIONS 5.8 ET 5.10)	14
5.1 Échantillonnage et conservation des échantillons (section 5.8)	14
5.1.1 Responsabilité	14
5.1.2 Identification des échantillons	14
5.1.3 Rejet des échantillons non conformes.....	15

5.2	Demande d'analyse et enregistrement des échantillons au laboratoire	15
5.3	Cahier de laboratoire et feuille de travail.....	15
5.4	Gabarits de calcul	16
5.5	Rapport d'analyse (section 5.10).....	16
5.6	Transcription et suivi des données pour les échantillons	17
6	ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ (SECTIONS 5.6 ET 5.9)	17
6.1	Activités de contrôle de la qualité des procédures analytiques	18
6.2	Éléments du contrôle de la qualité analytique	18
6.3	Contrôle minimum à exercer.....	18
6.4	Vérification du contrôle de l'assurance qualité	19
	BIBLIOGRAPHIE	21
	ANNEXE I - DÉFINITIONS	23
	ANNEXE II - FRÉQUENCE D'INSERTION DES ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ	25

1 LOCAUX ET ENVIRONNEMENT (SECTION 5.3)

1.1 Aménagement

L'aménagement du laboratoire et la disposition des différents appareils doivent être adéquats pour faciliter le travail des analystes. La personne responsable du laboratoire doit s'assurer de la bonne disposition et du rangement du matériel dans le laboratoire pour faciliter l'exécution des travaux de chimie. Les secteurs d'activité de chimie, microbiologie et toxicologie doivent être aménagés dans des locaux séparés. Une séparation efficace doit exister entre les zones avoisinantes lorsque des activités incompatibles s'y déroulent (ex. : préparation des échantillons pour l'analyse des composés organiques volatils). Une surveillance efficace qui limite l'accès aux aires du laboratoire doit être mise en place.

Les éléments suivants doivent se trouver dans l'aménagement des locaux :

- espace de réception des échantillons;
- espace d'entreposage séparé pour les produits incompatibles;
- espace d'entreposage ventilé pour les solvants organiques et les acides concentrés;
- espace d'entreposage des produits chimiques;
- espace de réfrigération;
- nombre suffisant de hottes d'évacuation;
- espace de rangement de la documentation et des ouvrages de référence.

1.2 Propreté

La propreté des équipements, des tables de travail et du laboratoire en général doit être assurée afin de favoriser un travail de qualité. La personne responsable du laboratoire doit s'assurer que des mesures sont prises pour maintenir la propreté requise à la bonne marche des divers travaux de chimie.

La personne responsable du laboratoire doit également prendre les dispositions pour favoriser l'ordre à l'intérieur des locaux, le rangement en général et la libre circulation dans les allées, le corridor d'accès au laboratoire et l'accès à chaque poste de travail.

2 MATÉRIEL, RÉACTIFS ET MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE (SECTIONS 4.6 ET 5.9)

Le matériel, les réactifs et les matériaux de référence utilisés en laboratoire doivent être de bonne qualité et contrôlés avant ou lors de leur première utilisation. Les critères d'acceptabilité doivent être définis par le laboratoire au préalable. Il est important de respecter toutes les procédures afin de s'assurer de la qualité de l'ensemble des fournitures de laboratoire.

2.1 Produits chimiques, réactifs, étalons et matériaux de référence

Le laboratoire doit tenir un registre d'inventaire de ses produits chimiques, réactifs, étalons et des matériaux de référence. Si ces registres sont regroupés en un seul, les produits utilisés pour le contrôle de la qualité doivent être clairement identifiés et distinguables de ceux utilisés pour l'étalonnage.

2.1.1 Registre d'inventaire des réactifs et des produits chimiques

Le registre d'inventaire des réactifs et produits chimiques doit être maintenu à jour et contenir les renseignements suivants :

- nom du produit;
- numéro de lot;
- nom du fabricant ou du fournisseur;
- date de réception;
- date d'expiration, le cas échéant.

2.1.2 Registre d'inventaire des étalons

Le registre d'inventaire des étalons doit être maintenu à jour et contenir les renseignements suivants :

- nom du produit;
- numéro de lot;
- nom du fabricant ou du fournisseur;
- concentration ou pourcentage de pureté, le cas échéant;
- date de réception;
- date d'expiration, le cas échéant.

Les certificats provenant des fournisseurs liés à la qualité des lots doivent être conservés lorsqu'ils sont disponibles.

2.1.3 Registre d'inventaire des matériaux de référence

Le registre d'inventaire des matériaux de référence doit être maintenu à jour et contenir les renseignements suivants :

- nom du matériau;
- nom du fabricant ou du fournisseur;
- numéro de lot;
- numéro du certificat;
- date de réception;
- date d'expiration, le cas échéant.

Les certificats provenant des fournisseurs liés à la qualité des lots doivent être conservés lorsqu'ils sont disponibles.

2.1.4 Qualité des lots d'étalons et matériaux de référence

Les étalons d'un nouveau lot doivent être vérifiés pour leur conformité aux critères d'acceptabilité préétablis. Cette vérification de la qualité des nouveaux lots d'étalons doit être retraceable.

Le laboratoire doit valider de nouveau les matériaux de référence et les étalons périmés avant utilisation. Cette vérification doit être documentée et enregistrée. Des critères d'acceptabilité doivent être établis et être les mêmes que ceux utilisés pour les nouveaux lots. Une nouvelle date de péremption doit être identifiée et justifiée.

Des produits provenant de fournisseurs différents ou, si cela est impossible, des lots différents provenant d'un même fournisseur doivent être utilisés pour l'étalonnage et le contrôle de la qualité afin d'éviter d'introduire tout biais dans les résultats analytiques.

2.1.5 Identification **et conservation** des solutions

Le laboratoire doit disposer, pour chacune des solutions préparées, d'instructions décrivant son mode de conservation (durée de vie de la solution et température de conservation).

Les renseignements suivants doivent être présents sur le contenant :

- identification du contenu;
- concentration de la solution ou code de référence pour solution multiparamètres;
- date de préparation;
- **initiale de l'analyste**
- **date de péremption.**

2.1.6 Traçabilité des solutions

Le laboratoire doit disposer d'un cahier ou d'un registre de préparation pour tous les constituants des réactifs, les solutions étalons, y compris les solutions intermédiaires, ainsi que les solutions utilisées pour le contrôle de la qualité.

Le numéro de lot ou la référence des produits ou des solutions, la concentration, la date de préparation et les initiales de l'analyste doivent y être enregistrés afin d'être retraceables.

2.2 Verrerie

La verrerie utilisée au laboratoire doit être en bon état et conforme aux besoins pour les analyses à réaliser. Elle doit être décontaminée et dédiée lorsque cela est requis. De plus elle doit être nettoyée selon les protocoles de lavage établis dans une instruction écrite.

Les protocoles et instructions de lavage de la verrerie doivent être disponibles pour le personnel responsable du lavage de la verrerie.

2.3 Système d'eau déminéralisée ou distillée

L'eau servant aux analyses et au rinçage doit être de bonne qualité et celle-ci doit être vérifiée régulièrement. L'efficacité du système de purification de l'eau doit être vérifiée à intervalles réguliers et les mesures correctives nécessaires doivent être appliquées et enregistrées.

La mesure et l'enregistrement de la conductivité ou de la résistivité de l'approvisionnement en eau déminéralisée ou distillée doivent être effectués sur une base hebdomadaire et respecter l'exigence suivante :

- < 2 micromhos/cm à 25 °C ou $> 0,5$ M Ω -cm).

Une instruction et un registre portant sur l'entretien du système de purification de l'eau doivent être disponibles dans le laboratoire.

3 ÉQUIPEMENTS (SECTIONS 5.5 ET 5.6)

Les équipements de laboratoire doivent être en bon état et conformes aux procédures analytiques utilisées. Les procédures, comprenant la fréquence d'étalonnage, doivent être écrites et accessibles au personnel. Chaque équipement doit posséder un registre d'entretien et de réparation et faire l'objet d'un programme de vérification périodique de la performance. Les données de vérification périodique de la performance sont conservées dans un registre dédié à l'équipement. De façon générale, tous les équipements doivent satisfaire aux spécifications du fabricant et du laboratoire et doivent être vérifiés avant d'être mis en service.

3.1 Système d'inventaire des équipements

Le registre d'inventaire des équipements doit contenir les renseignements suivants :

- type d'équipement (nom, modèle);
- numéro d'inventaire;
- numéro de série;
- identité du logiciel (nom et version);
- nom du fabricant;
- emplacement actuel, le cas échéant;
- date de réception;
- état à la réception (neuf, usagé, reconditionné);
- date de la mise en service.

3.2 Étalonnage

Pour l'étalonnage de l'équipement, les éléments suivants doivent être respectés :

- disponibilité du manuel d'utilisation des appareils de mesure;
- instructions d'étalonnage de chaque appareil;
- fréquence d'étalonnage de chaque appareil;
- critères d'acceptabilité pour la courbe d'étalonnage;
- enregistrement des données d'étalonnage.

3.3 Entretien et calibrage des équipements

Les équipements qui nécessitent un calibrage doivent faire l'objet d'une instruction définissant les mesures et la fréquence requise pour les rendre conformes aux spécifications du fabricant. Cette instruction doit spécifier les mesures à prendre à la suite d'un dysfonctionnement, de modifications et de réparations ainsi que le mode d'enregistrement de ces mesures.

3.3.1 Thermomètres

Les thermomètres utilisés en laboratoire qui ont une incidence majeure sur le protocole analytique auquel ils sont reliés doivent être vérifiés annuellement à l'aide d'un thermomètre de référence. Ce thermomètre doit être étalonné à chacune des températures d'utilisation au minimum une fois tous les trois ans par un organisme reconnu. L'organisme doit pouvoir fournir un certificat d'étalonnage. Le laboratoire doit définir un critère d'acceptabilité qui respecte les exigences des méthodes d'analyse.

- La vérification des thermomètres est enregistrée annuellement.
- Le laboratoire doit s'assurer que la précision des thermomètres est conforme aux exigences de l'analyse.

3.3.2 Balances

Le calibrage de toutes les balances du laboratoire doit être vérifié à l'aide d'un assortiment de poids de référence **certifié, au minimum à une fréquence annuelle et selon une procédure et des critères d'acceptabilité établis. Cette vérification doit être enregistrée. Si la vérification du calibrage est effectuée par une firme externe, celle-ci doit être accréditée par un organisme reconnu.** Les poids **certifiés** doivent être étalonnés au minimum une fois tous les trois ans par un organisme reconnu. L'organisme doit pouvoir fournir un certificat d'étalonnage. **Même si la vérification des balances est effectuée par une firme externe, le laboratoire doit avoir en sa possession un assortiment de poids de référence certifiés.**

À chaque jour d'utilisation d'une balance, on doit s'assurer qu'elle est au niveau et qu'elle est exempte de poussière. Les balances doivent être placées à l'abri de courants d'air, dans un endroit peu fréquenté du laboratoire et sur une table à l'épreuve des vibrations. On doit s'assurer de la bonne opération de la balance à chaque jour d'utilisation à l'aide de poids de référence et de critères d'acceptabilité pré-établis. On

Supprimé : le

Inséré : le calibrage est effectué

ne peut utiliser les poids de référence certifiés à des fins de vérification journalière. Ceux-ci sont réservés pour la vérification du calibrage de la balance ou en cas de problème décelé lors de la vérification journalière.

4 MÉTHODES D'ANALYSE (SECTIONS 5.4 ET 5.9)

La qualité des données analytiques repose sur le processus utilisé. Les méthodes d'analyse employées doivent être documentées et validées, et les utilisateurs doivent les connaître en détail.

4.1 Vérification des méthodes utilisées

Le laboratoire doit utiliser des méthodes d'analyse reconnues ou normalisées, il doit également utiliser les méthodes appropriées selon la nature des échantillons soumis. Ces méthodes doivent correspondre à celles identifiées lors de la demande d'accréditation. La personne responsable du laboratoire doit faire part au Ministère des modifications apportées aux méthodes faisant l'objet d'une accréditation. Le document *Lignes directrices sur les principes méthodologiques pour l'analyse des métaux – DR-12-MÉT* précise quels sont les principes méthodologiques qui doivent être appliqués par les laboratoires accrédités pour l'analyse des métaux pour chacun des domaines.

4.2 Disponibilité des méthodes d'analyse

Les méthodes d'analyse utilisées au laboratoire doivent être disponibles pour le personnel du laboratoire, comprise et regroupées sur les lieux de travail. Elles peuvent être sous format papier ou électronique.

4.3 Validation des méthodes

Toutes les méthodes utilisées par le laboratoire doivent être validées pour le domaine d'application prévu (nature d'échantillon) en fonction des éléments suivants :

- limite de détection;
- limite de quantification;
- sensibilité;
- réplicabilité;
- répétabilité;
- justesse;
- pourcentage de récupération.

La définition de ces éléments est précisée dans le document intitulé *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie – DR-12-VMC*.

La limite de quantification d'une méthode (LQM) doit être égale ou inférieure à la valeur du *minima* indiqué dans le document *Critères de variation relatifs – DR-12-CVR*.

Quelques éléments de validation ne sont pas applicables pour certains paramètres et ne peuvent donc pas être évalués dans des cas spécifiques. Le document *Directives sur la validation des méthodes d'analyse en chimie – DR-12-VAL* décrit pour chacun des éléments de validation, quel est le type de matériaux qui doit être utilisé.

Autant que possible, la validation doit être faite à partir d'échantillons représentatifs des échantillons réels, sinon elle peut être faite avec des échantillons préparés en laboratoire à partir de milieux similaires à ceux d'échantillons réels. Toutefois, toutes les données brutes, les chromatogrammes, etc., doivent être disponibles dans le laboratoire pour consultation.

Les données de validation doivent être vérifiées au minimum annuellement et mises à jour lorsqu'elles sont significativement différentes. La justesse et la répétabilité peuvent être vérifiées à partir de l'ensemble des résultats obtenus pour les éléments de contrôle de la qualité. La justesse peut également être vérifiée avec les données obtenues lors des essais d'aptitude. La LQM doit être vérifiée par l'utilisation d'échantillons de contrôle à des niveaux de concentration près de la limite de quantification.

Le laboratoire doit fixer ses critères d'acceptabilité pour la vérification de chaque élément de validation. La validation de la méthode doit être reprise si les résultats des vérifications sont hors des critères établis.

La validation d'une méthode doit être entièrement refaite à la suite de toute modification importante de la méthode telle qu'un changement d'instrument, de méthode de minéralisation, de solvant d'extraction, de type de colonne chromatographique, de méthode de dérivation ou autre.

4.4 Incertitude de mesure (section 5.4.6)

Le laboratoire doit disposer d'une procédure pour déterminer l'incertitude de mesure pour chacune des méthodes utilisées en chimie. Le document *Guide d'estimation de l'incertitude des mesures pour les analyses chimiques* présente une approche basée sur l'utilisation des éléments de contrôle de la qualité utilisée dans chacune des séquences d'analyse. Le laboratoire peut utiliser toute autre approche documentée pour la détermination de l'incertitude. Les données doivent être disponibles en tout temps pour chacune des méthodes et fournies aux clients s'il en font la demande.

4.5 Système informationnel

Les ordinateurs et les moyens automatisés sont entretenus pour assurer leur bon fonctionnement; ils sont placés dans des conditions d'environnement et de fonctionnement nécessaires à la préservation de l'intégrité des données relatives aux analyses. Des procédures appropriées sont établies et appliquées pour la préservation de la sécurité des données, y compris l'interdiction d'accès aux fichiers informatiques sans autorisation et de modification de ces derniers.

Dans le cas où des enregistrements sont emmagasinés de façon électronique, des mesures doivent être prises pour éviter la perte ou la modification des données d'origine. Une procédure doit être écrite à cet effet.

Les transferts de données et les méthodes de calculs automatisés doivent être vérifiés selon une fréquence préétablie.

5 TRAÇABILITÉ DE L'INFORMATION (SECTIONS 5.8 ET 5.10)

Le mode d'enregistrement des données constitue un facteur important pour l'obtention de résultats fiables. Tous les renseignements concernant les analyses doivent être enregistrés et être disponibles de façon à ce que la direction du laboratoire puisse démontrer que ses activités sont contrôlées. Le laboratoire doit avoir un système défini par écrit permettant d'identifier de façon unique les échantillons à analyser, afin d'assurer qu'à aucun moment il ne puisse y avoir de confusion sur l'identité de ces échantillons.

5.1 Échantillonnage et conservation des échantillons (section 5.8)

L'étape d'échantillonnage et la conservation des échantillons influencent directement la qualité des données obtenues.

5.1.1 Responsabilité

La personne en charge de l'échantillonnage doit tenir compte de certaines considérations techniques pour le prélèvement des échantillons. Ces éléments sont les suivants :

- identifier et numéroter les contenants de prélèvement;
- utiliser des contenants conformes aux prescriptions des paramètres à analyser;
- utiliser un mode de préservation des échantillons conforme à la méthode employée;
- respecter les prescriptions des différents règlements du ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs.

Le laboratoire doit avoir une instruction pour la préparation des agents de préservation et l'utilisation de contenants conformes pour la conservation des échantillons.

5.1.2 Identification des échantillons

Chaque échantillon doit être identifié avec les renseignements suivants :

- numéro de laboratoire;
- agent de préservation, le cas échéant;
- paramètre ou regroupement des paramètres à analyser.

5.1.3 Rejet des échantillons non conformes

Le laboratoire doit procéder à l'enregistrement des raisons liées au rejet des échantillons non conformes.

5.2 Demande d'analyse et enregistrement des échantillons au laboratoire

Le laboratoire doit mettre en place un système d'enregistrement des échantillons permettant de conserver tous les renseignements nécessaires pour assurer une traçabilité adéquate de l'information. Pour tous les échantillons, les renseignements suivants doivent être disponibles sur support papier ou informatique :

- date du prélèvement;
- identification du préleveur*;
- identification du point de prélèvement*;
- identification du client**;
- nature de l'échantillon;
- paramètres demandés;
- date de réception;
- numéro de projet (s'il y a lieu);
- numéro de l'échantillon (s'il y a lieu);
- numéro de laboratoire (numéro assigné à l'échantillon par le laboratoire);
- nombre de contenants;
- commentaires appropriés.

* Obligatoire conformément au *Règlement sur la qualité de l'eau potable*.

** Sans objet pour les laboratoires accrédités pour la clientèle interne.

5.3 Cahier de laboratoire et feuille de travail

Les cahiers de laboratoire et les feuilles de travail doivent contenir au moins les renseignements suivants :

- numéro de laboratoire;
- nature de l'échantillon;
- données de l'analyse ou code y référant;
- identification ou initiales de l'analyste;
- contrôle de qualité accompagnant l'échantillon;
- date d'extraction ou de minéralisation;
- date d'analyse;
- commentaires appropriés.

Un exemple de calcul relatif à chaque protocole analytique doit être disponible pour l'analyste.

5.4 Gabarits de calcul

Les gabarits de calcul sont souvent utilisés en laboratoire. Conçus principalement pour automatiser des étapes de calcul, ils consistent habituellement en des chiffriers électroniques (tableur Excel ou Lotus) qui ont été programmés pour réaliser des calculs répétés ou complexes.

Les différents types de gabarits utilisés au laboratoire doivent faire l'objet de vérifications appropriées conduites de façon systématique et doivent être contrôlés pour assurer des résultats valides.

Les données sur la vérification initiale des gabarits doivent être disponibles et les gabarits doivent être protégés pour éviter qu'ils ne subissent des modifications non autorisées. Toutes les modifications ultérieures et les données sur les nouvelles validations doivent être enregistrées.

La vérification des résultats produits par les gabarits peut aussi être effectuée à chacune de ses utilisations par l'entremise de données fictives. Dans ce cas, il n'est pas requis de protéger le gabarit, mais il faut être en mesure de démontrer aux évaluateurs que la vérification a été systématiquement réalisée.

5.5 Rapport d'analyse (section 5.10)

Le rapport d'analyse doit contenir au moins les renseignements suivants :

- un titre (par exemple : rapport d'analyse);
- le nom et l'adresse du laboratoire, ainsi que le lieu où l'analyse a été effectuée, s'il diffère de l'adresse du laboratoire;
- l'indication unique du rapport d'analyse (tel que le numéro de série) et, sur chaque page, une indication permettant d'assurer que la page est reconnue comme faisant partie du rapport, avec une indication claire de la fin du rapport;
- le nom et l'adresse du client, s'il y a lieu;
- le numéro de laboratoire ou une description non ambiguë de l'échantillon;
- la nature de l'échantillon;
- la date de réception de l'échantillon;
- l'identification de la méthode employée;
- toute divergence, ajout ou suppression par rapport à la méthode d'analyse utilisée;
- les résultats des analyses et les unités de mesure;
- la signature du rapport par le superviseur ou un remplaçant autorisé et la date d'émission;
- la date de l'échantillonnage;
- le pourcentage de récupération des étalons analogues, analogues marqués, d'extraction ou de recouvrement (*surrogates*), s'il y a lieu;

- une indication concernant la correction des résultats analytiques en fonction des récupérations des étalons analogues, analogues marqués, d'extraction ou de recouvrement (*surrogates*), s'il y a lieu;
- une mention claire des travaux réalisés en sous-traitance, s'il y a lieu.

Ces exigences peuvent être adaptées dans un contexte de service à la clientèle interne.

5.6 Transcription et suivi des données pour les échantillons

Lors de l'évaluation sur site, les évaluateurs retracent une série d'échantillons et vérifient les éléments suivants :

- date du prélèvement;
- identification du préleveur*;
- identification du point de prélèvement*;
- identification du client**;
- nature de l'échantillon;
- paramètres demandés;
- date de réception;
- numéro de projet (s'il y a lieu);
- numéro de l'échantillon (s'il y a lieu);
- numéro de laboratoire (numéro assigné à l'échantillon par le laboratoire);
- nombre de contenants;
- données de l'analyse ou code y référant;
- date d'analyse;
- rapport d'analyse.

* Obligatoire conformément au Règlement sur la qualité de l'eau potable.

** Sans objet pour les laboratoires accrédités pour la clientèle interne.

6 ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ (SECTIONS 5.6 ET 5.9)

L'assurance de la qualité est un ensemble d'activités permettant la mise en place de mécanismes d'évaluation des résultats analytiques. Le contrôle de la qualité est une mesure préventive qui assure le bon fonctionnement des méthodes d'analyse dans un laboratoire.

La qualité des données analytiques repose sur la validation des protocoles analytiques, un mode d'enregistrement des données fonctionnelles, un équipement et des instruments de laboratoire conformes aux procédures analytiques, un mode d'échantillonnage et de conservation des échantillons vérifié et des procédures de contrôle de qualité rigoureusement appliquées. Le contrôle de la qualité doit inclure une vérification de l'efficacité du prétraitement de l'échantillon de même que la justesse du dosage. Cette vérification doit être faite avec des échantillons de même nature ou du même type que les échantillons analysés.

6.1 Activités de contrôle de la qualité des procédures analytiques

La personne responsable de la supervision du laboratoire doit établir, pour chaque paramètre, les activités de contrôle de la qualité associées à une séquence d'analyses. Ces activités doivent inclure les critères d'acceptabilité des résultats du contrôle de la qualité en fonction de chacun des paramètres visés. Le suivi de l'ensemble des résultats des contrôles à l'aide de chartes ou de diagrammes de contrôle de la qualité est également requis. À la suite de l'étude de ces chartes ou diagrammes, la personne responsable de la supervision du laboratoire doit entreprendre les mesures correctives nécessaires, le cas échéant, pour s'assurer que le processus d'analyse est en contrôle.

Les activités de contrôle de la qualité doivent être élaborées en fonction des critères suivants :

- le nombre d'échantillons à analyser lors d'une séquence ou d'une série d'analyses;
- les éléments de contrôle de la qualité et leur fréquence pour chaque série d'analyses.

6.2 Éléments du contrôle de la qualité analytique

En fonction de la nature et du nombre d'échantillons, un contrôle de la qualité adéquat doit faire référence aux éléments de contrôle suivants :

- blanc de méthode analytique;
- réplica ou duplicata d'échantillon;
- ajout d'étalon;
- matériau de référence certifié (MRC);
- matériau de référence (MR);
- étalon d'injection ou étalon volumétrique;
- étalon analogue, analogue marqué, d'extraction ou de recouvrement (*surrogate*).

Pour les besoins de compréhension, les différents termes utilisés sont définis à l'annexe I.

6.3 Contrôle minimum à exercer

Les éléments de contrôle de qualité que l'on doit **toujours** appliquer lors d'une séquence d'analyses ou d'une série d'analyses, nonobstant le nombre d'échantillons, sont :

- **un blanc de méthode analytique** servant à la vérification d'une contamination possible lors de l'analyse;
- **un matériau de référence certifié (MRC) ou un matériau de référence (MR)** permettant d'évaluer la justesse des résultats d'analyse pour une série d'échantillons.

Afin d'optimiser le processus de contrôle de la qualité lors des analyses, il est important de varier la concentration des divers matériaux de référence certifiés (MRC) ou matériaux de référence (MR) utilisés en laboratoire.

La fréquence d'insertion pour tous les éléments de contrôle de la qualité, autres que les blancs de méthode analytique, doit respecter un pourcentage d'au moins 15 % pour le nombre d'échantillons à analyser (voir annexe II). Les éléments autres que les matériaux de référence (MRC, MR) tels que le duplicata, l'ajout d'étalon (échantillon enrichi) et le réplica doivent idéalement être analysés en alternance.

La fréquence d'insertion des blancs de méthode analytique et des matériaux de référence (MR, MRC) doit respecter un pourcentage d'au moins 4 % pour le nombre d'échantillons à analyser (voir annexe II).

Les composés analysés selon une méthode d'analyse donnée doivent être appuyés par les éléments de contrôle de la qualité qui couvrent la totalité des paramètres de la méthode et l'ensemble des composés d'une même famille de composés lorsque disponibles.

De plus, pour l'analyse des composés organiques, les choix des étalons d'injection (ou volumétriques) et analogues, analogues marqués, d'extraction ou de recouvrement (*surrogates*), doivent être fait en fonction du type de composés analysés. De plus, ces étalons doivent être répartis de façon à couvrir l'ensemble de la plage des composés analysés. Le nombre d'étalons d'injection et d'étalons analogues utilisés doit être représentatif du nombre de composés à analyser et de la complexité de l'analyse.

6.4 Vérification du contrôle de l'assurance qualité

Les éléments suivants sont examinés lors des évaluations sur site réalisées dans le cadre du Programme d'accréditation :

- les procédures écrites de contrôle de la qualité;
- les critères d'acceptabilité des résultats des contrôles doivent permettre une vérification effective de la qualité pour chaque paramètre. Les critères doivent être ajustés en fonction des résultats obtenus lors de ces contrôles;
- les fréquences d'insertion des contrôles;
- les graphiques de contrôle de la qualité doivent être actualisés pour permettre de vérifier les tendances au moins pour les MR, et ce, pour l'ensemble de tous les composés;
- les procédures écrites pour établir les chartes de contrôle;
- les procédures écrites pour établir les critères d'acceptabilité des MR.

BIBLIOGRAPHIE

- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Critères de variation relatifs*, DR-12-CVR, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Directive sur la validation des méthodes d'analyse en chimie*, DR-12-VAL, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'estimation de l'incertitude des mesures pour les analyses chimiques*, DR-12-INC, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices sur les principes méthodologiques pour l'analyse des métaux* DR-12-MÉT, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : Normes et exigences*, DR-12-PALA, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.
- CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Terminologie recommandée pour l'analyse des métaux*, Québec, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, Édition courante.

ANNEXE I - DÉFINITIONS

Ajout d'étalon (échantillon enrichi) : Échantillon déjà analysé ou échantillon artificiel préparé en laboratoire auquel a été ajoutée une quantité connue d'une ou de plusieurs substances chimiques d'intérêt. La quantité ajoutée doit se situer entre 50 et 100 % de la quantité mesurée dans l'échantillon analysé.

Blanc de méthode analytique : Une partie aliquote d'eau pure ou de solvant d'un volume équivalent aux échantillons analysés soumise au même processus analytique du prétraitement au dosage. Pour les échantillons solides, seuls les réactifs sont considérés comme un blanc de méthode.

Duplicata : Deux parties aliquotes distinctes obtenues à partir d'un même échantillon et soumises au même processus analytique du prétraitement au dosage dans la même série.

Étalon analogue (surrogate) : Un composé se comportant de façon similaire aux composés analysés et ajouté à l'échantillon avant l'analyse. On emploie aussi les termes étalons d'extraction ou de recouvrement.

Étalon d'injection ou étalon volumétrique : Étalon ajouté à l'extrait immédiatement avant le dosage.

Matériau de référence (MR) : Matériau dont une ou plusieurs propriétés sont suffisamment bien définies pour permettre de l'utiliser pour l'évaluation d'une méthode de mesure. Les MR sont préparés en utilisant une solution mère différente (autre lot) de celle utilisée pour la préparation des solutions d'étalonnage ou proviennent d'échantillons réels analysés plusieurs fois. Les MR doivent être retraçables et validés périodiquement par rapport à des MRC de même nature ou à un matériau provenant d'une évaluation de performance par un organisme reconnu.

Matériau de référence certifié (MRC) : Matériau dont une ou plusieurs valeurs des propriétés sont certifiées par une procédure techniquement valide, délivré par un organisme de certification et accompagné d'un certificat.

Replica : Plusieurs parties aliquotes distinctes obtenues à partir d'un même échantillon et soumises au même processus analytique du prétraitement au dosage dans des séries différentes.

ANNEXE II - FRÉQUENCE D'INSERTION DES ÉLÉMENTS DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

ÉCHANTILLONS À ANALYSER	NOMBRE DE BLANCS	NOMBRE DE MR OU MRC	ÉLÉMENTS AUTRES*
1	1	1	0
11	1	1	1
18	1	1	2
24	1	1	3
29	2	2	2
30	2	2	3
37	2	2	4
44	2	2	5
50	2	2	6
56	3	3	5
57	3	3	6
64	3	3	7
70	3	3	8
76	4	4	8
84	4	4	9
90	4	4	10
100 et plus	<p>La fréquence d'insertion des blancs et des MR ou MRC : minimum 4 % des échantillons.</p> <p>La fréquence d'insertion pour tous les éléments de contrôle de la qualité autres que les blancs : minimum 15 % des échantillons.</p>		

*Éléments : duplicata, réplica et ajout d'étalon idéalement en alternance.

**Centre d'expertise
en analyse
environnementale**

Québec

