

Remerciements :

Je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué à la réussite de mon stage, et m'ont aidé à rédiger ce rapport.

Tout d'abord, mes remerciements à Monsieur FARHAT KAMAL, le directeur du laboratoire QEE, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire, et pour ses pertinentes observations et remarques, qui m'ont aidée à améliorer ce travail.

Je tiens à remercier vivement mon encadrant de stage, Monsieur ERMAIDI REDA, responsable du laboratoire de chimie, pour m'attribué des missions valorisantes durant ce stage, et le partage de son expertise.

Mes sincères remerciements à Monsieur HAZM JAMAL EDDINE professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, qui m'a guidé tout au long de la réalisation de mon rapport de stage, de partagé ses idées et ses conseils avec moi, pour sa disponibilité continue et les nombreux encouragements qu'il m'a donnés.

Je tiens également à remercier toute l'équipe du laboratoire, pour leur accueil et leur esprit d'équipe, en particulier FATIMA ZAHRAE la technicienne du laboratoire de chimie, pour tous ses informations qui m'ont aidées à obtenir les notions du laboratoire.

Mes remerciements vont également à Messieurs les jurys :

Monsieur HAZM JAMAL EDDINE

Monsieur OULMEKKI ABDELLAH

Monsieur ZARGUILI IKBAL

TABLE DES MATIÈRES :

Introduction générale :	8
Chapitre 1 : Présentation du laboratoire QEE et ses activités :	9
I. <i>Présentation du laboratoire QEE :</i>	9
1. Description :	9
2. Assurance qualité :	9
3. Organigramme :	9
.....	10
.....	10
.....	10
II. <i>Activités du laboratoire QEE :</i>	10
1. Échantillonnage :	10
2. Prélèvement :	11
3. Analyses microbiologiques :	11
4. Analyses physico-chimiques :	11
• Méthodes :	11
a. <i>pH :</i>	11
b. <i>Conductivité :</i>	12
c. <i>MES :</i>	12
d. <i>Oxydabilité :</i>	12
e. <i>DCO :</i>	12
f. <i>DBO₅ :</i>	13
g. <i>Chlorures :</i>	13
h. <i>Ammonium :</i>	13
i. <i>Sulfates :</i>	13
j. <i>THT :</i>	14
• Matériels :	14
a. <i>pH mètre :</i>	14
b. <i>conductimètre :</i>	14
c. <i>spectrophotomètre :</i>	15
d. <i>Étuve :</i>	15
e. <i>Balance analytique :</i>	16
Chapitre 2 : Étude expérimentale :	17
I. Généralités sur la métrologie :	17
1. Définition de la métrologie :	17
2. La norme ISO/CEI 17025 :	19
3. L'importance du suivi métrologique des équipements :	20
II. Résultats et interprétation :	21
1. Suivi métrologique d'étuve :	21
a. <i>À 105°C :</i>	21
2. Suivi métrologique de la balance analytique :	22
a. <i>À 1g :</i>	22
b. <i>À 100g :</i>	24
3. Suivi métrologique du spectrophotomètre :	25

<i>a.</i> À 440nm :	25
<i>b.</i> À 546nm :	27
Conclusion :	29
Annexe A :	30
Références :	33

Liste d'abréviations :

QEE : qualité eau environnement

EIL: essais inter laboratoires

BIPEA: bureau interprofessionnel d'études analytiques

RAEMA: réseau d'analyses et d'échanges en microbiologie des aliments

Resp : Responsable

HES : haute école spécialisée

LMT : technicien du laboratoire de microbiologie

LTC : technicien du laboratoire de chimie

STEP: station d'épuration des eaux usées

pH : potentiel hydrogène

MES : matières en suspension

DCO : demande chimique en oxygène

DBO₅: demande biochimique en oxygène

THT : titre hydrotimétrique total

EDTA : éthylène diamine tétra acétique

NET : noir erichrom T

EMT: erreur maximale toléré

Ej: erreur de justesse

Ej₀: erreur de justesse initial

X_{bar} : moyennne

σ: écart-type

Moy: moyenne

LI AV: limite inférieure d'avertissement

LS AV: limite supérieure d'avertissement

LI AC: limite inférieure d'action

LS AC : limite supérieure d'action

Liste des figures :

Figure 1: illustration d'un échantillonneur automatique en sortie du STEP	11
Figure 2: pH-mètre	14
Figure 3: Conductimètre	15
Figure 4: spectrophotomètre	15
Figure 5: Étuve	16
Figure 6: Balance analytique	16
Figure 7: suivi de la capabilité pour l'étuve à 105°C	22
Figure 8: suivi de la dérive pour la balance analytique à 1g	23
Figure 9: suivi de la justesse pour la balance analytique à 100g	25
Figure 10: suivi de la capabilité pour le spectrophotomètre à 440nm	26
Figure 11: suivi de la justesse pour le spectrophotomètre à 546nm	28
Figure 12: suivi de la dérive pour l'étuve à 105°C	30
Figure 13: suivi de la justesse pour l'étuve à 105°C	30
Figure 14: suivi de la justesse pour la balance analytique à 1g	30
Figure 15: suivi de la capabilité pour la balance analytique à 1g	31
Figure 16: suivi de la dérive pour la balance analytique à 100g	31
Figure 17: suivi de la capabilité pour la balance analytique à 100g	31
Figure 18: suivi de la dérive pour le spectrophotomètre à 440nm	32
Figure 19: suivi de la justesse pour le spectrophotomètre à 440nm	32
Figure 20: suivi de la dérive pour le spectrophotomètre à 546nm	32
Figure 21: suivi de la capabilité pour le spectrophotomètre à 546nm	32

Liste des tableaux :

Tableau 1: Résultats du suivi métrologique de l'étuve à 105°C	21
Tableau 2: calculs des limites pour l'étuve à 105°C	22
Tableau 3: résultats du suivi métrologique de la balance analytique à 1g	23
Tableau 4: calculs des limites pour la balance analytique à 1g	23
Tableau 5: Résultats du suivi métrologique de la balance analytique à 100g	24
Tableau 6: calculs des limites pour la balance analytique à 100g	25
Tableau 7: résultats du suivi métrologique du spectrophotomètre à 440nm	26
Tableau 8: calculs des limites pour le spectrophotomètre à 440nm	26
Tableau 9: résultats du suivi métrologique du spectrophotomètre à 546nm	27
Tableau 10: calculs des limites pour le spectrophotomètre à 546nm	27

Introduction générale :

La métrologie est définie comme étant la science de mesure, elle s'applique dans tous les domaines où des mesures quantitatives sont effectuées.

Il est nécessaire de réaliser des mesures justes, de bonne qualité, et qui respectent les normes réglementaires. C'est pour cela, la métrologie est une science très évaluée et occupe une place très importantes dans les laboratoires afin de limiter les risques, et de garantir la fiabilité des résultats de mesures.

L'objectif principal de la métrologie est de garantir la disponibilité et le bon fonctionnement du matériel du laboratoire, et d'assurer la confiance envers les mesures. Ceci est réalisé grâce au suivi métrologique des équipements.

Cette science est encadrée par la norme ISO/CEI 17025, qui est une norme internationale qui assure les exigences d'organisation et de compétence du laboratoire (personnel, installations, méthodes, étalonnage, validation, échantillonnage, etc).

Le laboratoire QEE est accrédité ISO/CEI 17025, et qui s'intéresse à cette science.

L'objectif principal de ce stage est le suivi métrologique de quelques équipements, tels que : l'étuve, la balance analytique, et le spectrophotomètre, et pour lesquels nous avons établi des cartes de contrôle pour suivre de près la capabilité, la justesse et la dérive.

Dans ce rapport, nous avons étalé l'essentiel du travail effectué durant ce stage.

Le rapport suivant présente quatre chapitres :

Le premier chapitre sera consacré à la présentation de l'organisme d'accueil (laboratoire Qualité Eau Environnement).

Le deuxième chapitre traitera les différentes activités de QEE (échantillonnage, prélèvement, analyses microbiologiques et les analyses physico-chimiques).

Le troisième chapitre concernera les généralités sur le suivi métrologique des équipements et sur la norme ISO/CEI 17025.

Le dernier chapitre s'intéressera aux résultats trouvés lors du suivi métrologique de quelques instruments (étuve, balance analytique, spectrophotomètre.), et l'interprétation des résultats.

À la fin nous déduirons une conclusion générale.

Chapitre 1 : Présentation du laboratoire QEE et ses activités :

I. Présentation du laboratoire QEE :

1. Description :

Le laboratoire QEE Qualité Eau Environnement est une société à responsabilité limitée, créée en 2008. Il propose une large gamme de présentations analytiques, de conseils, d'expertises et de formation dans le domaine de la chimie et de la microbiologie des aliments et des eaux (potables, naturelles, usées et industrielles).

Depuis sa création, le laboratoire QEE s'est engagé dans une démarche dynamique collective d'amélioration continue fondée sur le savoir-faire et le savoir-être de son personnel en s'orientant vers la mise en place d'une démarche participative de management de la qualité qui se traduit par la volonté de l'Accréditation NM ISO/CEI 17025 pour les activités d'analyses physico-chimiques et microbiologique des aliments, des eaux et des produits cosmétiques.

Il comprend une partie administrative comporte une direction, un service secrétariat et un service comptabilité.

Il comprend plusieurs salles à savoir : une salle d'analyse physico-chimiques, salle d'analyse microbiologique, salle de stérilisation, salle de stockage et une salle de lavage.[1]

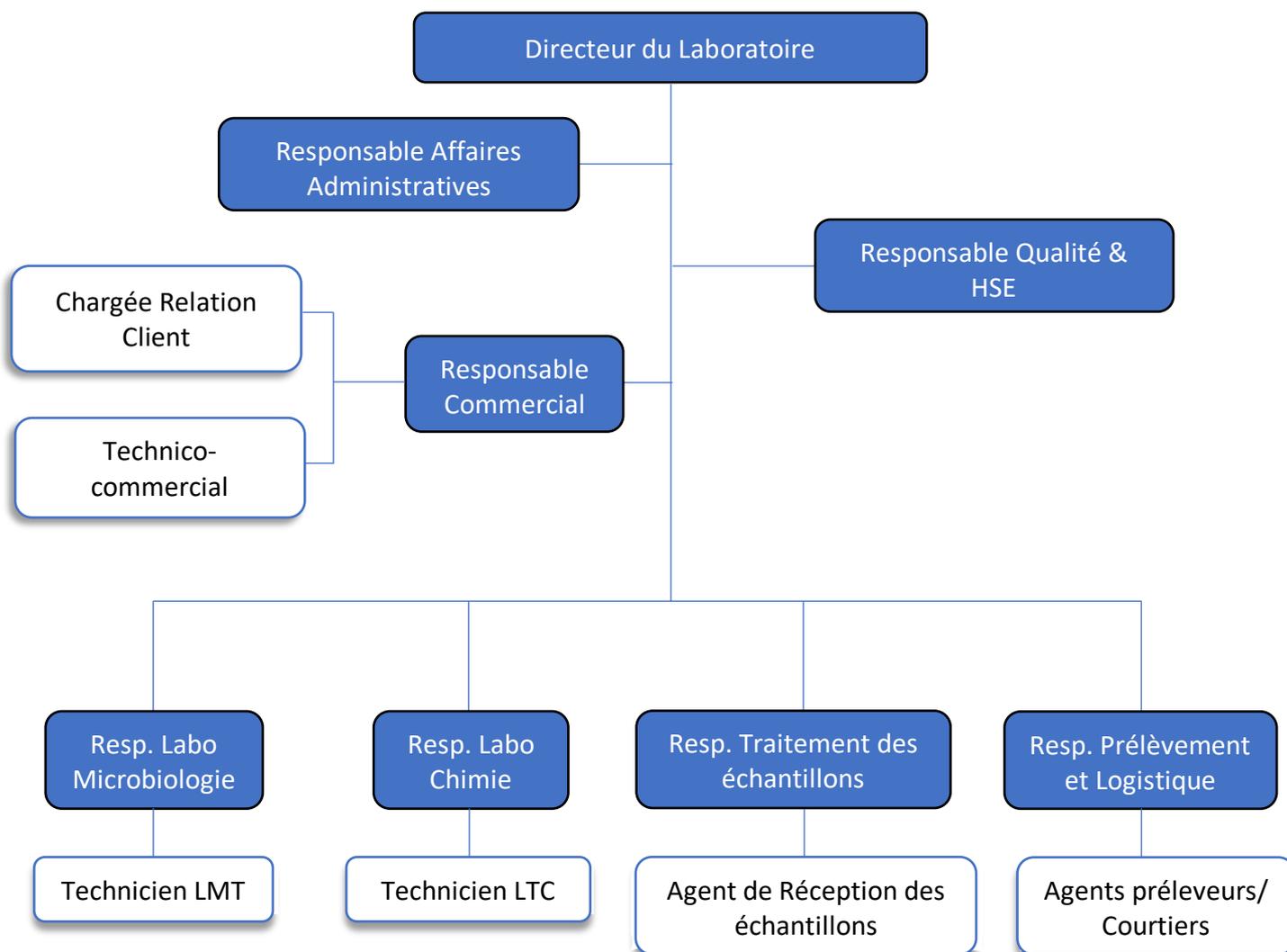
2. Assurance qualité :

Le laboratoire QEE effectue plusieurs essais inter-laboratoire EIL avec BIPEA et RAEMA, des cartes de contrôle des matériaux de références, des blancs, ..., l'étalonnage de l'ensemble des équipements et un suivi métrologique des équipements et des matériels utilisés, afin de garantir la justesse et la fiabilité des résultats d'analyses.

3. Organigramme :

Le laboratoire QEE recrute des personnes qui travaillent selon leurs compétences et selon leurs spécialités,

Suivant l'organigramme suivant :



II. Activités du laboratoire QEE :

1. Échantillonnage :

L'échantillonnage est considéré comme une étape critique dans la chaîne analytique, cependant, certains molécules présentes dans l'échantillon peuvent se dégrader très facilement, donc le laboratoire QEE suit un protocole bien défini.

Il assure les conditions de transport, de conservation des échantillons, bien aussi il maintient d'autres conditions nécessaires comme l'obscurité, la réfrigération, le délai de livraison au laboratoire, etc.

L'opération de l'échantillonnage s'effectue soit manuellement (un échantillonnage secondaire est effectué si c'est nécessaire), soit à l'aide d'un échantillonneur automatique programmable (figure 1) soit les deux.[2]



Figure 1: illustration d'un échantillonneur automatique en sortie du STEP

2. Prélèvement :

La préparation de l'échantillon à analyser est aussi représenté une étape critique.

Quand les échantillons arrivent au laboratoire, l'analyste prépare les échantillons dans des différentes conditions(minéralisation, extraction, filtration, etc.) avant l'analyse.

Parfois il est nécessaire d'effectuer une dilution pour éviter des résultats hors gamme.

3. Analyses microbiologiques :

Le laboratoire QEE effectue des analyses microbiologiques des eaux, des aliments et des produits cosmétiques, afin de déterminer leurs qualité microbiologique.

4. Analyses physico-chimiques :

- Méthodes :

- a. **pH :**

le potentiel hydrogène est un paramètre très important, qui dépend de la température et de l'activité des protons H^+ .

La détermination de la valeur du pH est basée sur le mesurage de la différence de potentiel d'une cellule électrochimique à l'aide d'un pH-mètre approprié.

La relation qui relie le pH avec l'activité des protons H^+ est :

$$\text{pH} = -\log^{10} a(H^+)$$

La mesure du pH renseigne sur tous les couples acido-basiques présents dans l'échantillon.[3]

b. Conductivité :

La conductivité est traduite par la capacité des ions présents dans l'échantillon à conduire le courant électrique, elle dépend de la Température, la concentration en ions, la nature des ions, et la viscosité de la solution.

Elle permet d'évaluer la quantité de substance minérale dissoute sous forme ionique, elle en général proportionnelle à la concentration en sels dissous.

L'unité de la conductivité est le siemens (S), milisiemens(mS), ou microsiemens (μ S) par centimètre.[2]

c. MES :

MES ou matières en suspension représentent les particules solides flottants dans l'eau, ou les matières décantés, qui provient soit d'une source naturelle(sable, plantes, etc.) ou d'une source anthropique(rejets industriels, agricoles, etc.)

Le protocole consiste à filtré l'échantillon sous vide sur un filtre en fibres de verre de masse initiale connue. Ensuite le filtre est séché à l'étuve pendant 2 heures à $105\pm 2^\circ\text{C}$, puis pesé à nouveau(masse finale).

La différence entre la masse finale et la masse initiale donne la valeur de MES exprimé en mg/L.[4]

d. Oxydabilité :

L'oxydabilité ou indice de permanganate mesure la concentration en matière oxydable dans l'échantillon, il est équivalent à la quantité d'ions permanganate consommée quand l'échantillon est traité par le permanganate dans des conditions définies.[2]

e. DCO :

DCO ou demande chimique en oxygène donne une indication sur les concentrations en matières chimiquement oxydables présentes dans l'échantillon.

Elle est exprimée en mg/L d'oxygène équivalente à la quantité de dichromate consommée par les éléments dissous lorsqu'on traite l'échantillon avec cet oxydant dans des conditions définies.[2]

f. DBO₅ :

DBO₅ ou demande biochimique en oxygène sur cinq jours est correspond à la quantité d'oxygène nécessaire aux micro-organismes notamment les bactéries, pour dégrader ou pour oxyder les matières organiques présents dans l'échantillon en CO₂.

La mesure de la DBO₅ repose sur une mesure de la pression dans un système clos. Les micro-organismes consomment l'oxygène dissous dans l'échantillon, ce dernier va être remplacé par l'oxygène d'air du flacon, en formant le CO₂.

Le CO₂ est piégé par l'hydroxyde de sodium ou de potassium, cela provoque une diminution de pression mesurée par un manomètre, et qui enregistre la quantité en mg/L d'oxygène.[2]

g. Chlorures :

La concentration en ions Cl⁻ est mesuré par dosage volumétrique de l'échantillon par une solution de nitrate d'argent, en présence du chromate de potassium comme indicateur coloré.

Au cours du dosage les ions Ag⁺ réagissent avec les chlorures pour donner un précipité blanc, selon la réaction suivante : $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}$ (précipité blanc).

Le virage du jaune au brun-rouge est caractérisé par la réaction entre les ions chlorures et les ions chromate selon la réaction :



h. Ammonium :

La mesure de la quantité en NH₄⁺ est un indicateur très important surtout de la pollution de l'eau, elle se fait dans un milieu alcalin, avec une solution de chlore et de phénol, en présence d'un catalyseur qui est le NITROPRUSSIATE, qui donnent du bleu d'indo-phénol susceptible d'un dosage spectrophotométrie.[6]

i. Sulfates :

Les sulfates SO₄²⁻ se trouvent dans les eaux et les aliments avec des différentes concentrations. En milieu faiblement acide, les sulfates sont précipités en présence de chlorure de baryum, et stabilisés à l'aide d'un agent stabilisant.

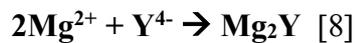
La mesure se fait par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 650nm. Et la détermination de la concentration se fait à l'aide d'une courbe d'étalonnage.[7]

j. THT :

THT ou Titre Hydrotimétrique Total est correspond à la dureté totale de l'eau, il mesure la teneur en calcium sous forme d'ion Ca^{2+} , et en magnésium sou forme d'ion Mg^{2+} .

La mesure du THT s'effectue à l'aide d'un dosage en milieu basique (pH=10), par une complexation des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} avec l'EDTA en présence d'un indicateur coloré qui est le NET (le Noir Eriochrom T), et qui donne une couleur rouge à violette en présence des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} .

Les réactions sont :



- **Matériels :**

a. pH mètre :

Instrument pour le mesurage de la concentration en ions H_3O^+ .

Il nécessite un étalonnage avec des solutions étalons de pH connu (pH=4,005 ; pH=7 ; pH=10,012).

Il peut être ajusté pour qu'il affiche les pH des solutions qu'on lui soumet.



Figure 2: pH-mètre

b. conductimètre :

Instrument pour le mesurage de la conductivité électrique, à l'aide d'une cellule conductimétrie.

Cette appareil nécessite un étalonnage par des solutions étalons de conductivité connue, et une vérification de la conductivité avant chaque utilisation.



Figure 3: Conductimètre

c. spectrophotomètre :

C'est un instrument qui permet de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde bien déterminée, et de la relier avec la concentration à l'aide de la loi de Beer Lambert ($A=\epsilon lc$), qui permet de tracer la courbe d'étalonnage.



Figure 4: spectrophotomètre

d. Étuve :

C'est un instrument utilisé pour chauffer à des températures réglées. Il fonctionne le plus souvent à la pression atmosphérique.

Il permet de sécher le matériel utilisé (erlenmeyers, fioles,...), les produits utilisés, et les MES...



Figure 5: Étuve

e. Balance analytique :

C'est un instrument qui permet de mesurer les masses avec exactitude. Il ne peut pas être ajusté pour donner des résultats connus.

L'étalonnage de la balance analytique consiste à lui donner des poids connus, en ajustant l'horizontalité, la fermeture des fenêtres et l'arrêt des vibrations.



Figure 6: Balance analytique

Chapitre 2 : Étude expérimentale :

I. Généralités sur la métrologie :

1. Définition de la métrologie :

La métrologie est la science de la mesure et de ses applications. Elle comprend tous les aspects théoriques et pratiques de la mesure, quels que soient l'incertitude de mesure et le domaine d'application.

La métrologie rassemble toutes les techniques utilisées pour mesurer, interpréter et s'assurer de la fiabilité de ces mesures.

Elle s'intéresse à la détermination de caractéristiques appelées grandeurs, ces grandeurs peuvent être basiques comme la longueur, la masse, le temps, la température..., ou dérivées de grandeurs de base, comme la surface, la vitesse...

Dans le langage quotidien des « métrologues », on entend souvent que la mesure c'est la comparaison.[9]

La métrologie peut déterminer la conformité des résultats, et en même temps aider à améliorer la qualité.

Les vocabulaires spécifiques à la métrologie : [10]

Mesurage : l'ensemble d'opérations qui ont pour but de déterminer la valeur d'une grandeur.

Il consiste à déterminer la valeur du mesurande, donc la valeur de la grandeur à mesurer.

Le mesurage commence par une définition précise du mesurande, et du processus de mesure.

Mesurande : c'est la grandeur à mesurer, il nécessite des indications relatives à des grandeurs comme le temps, la température, et la pression.

Le mesurande est la première étape pour réaliser un mesurage. Il ne peut être spécifié que par la description d'une grandeur et non pas par une valeur.

Résultats d'un mesurage : (valeur mesurée), c'est la valeur attribuée à un mesurande.

Les résultats donnés sont indiqués clairement si on les réfère :

- À l'indication,
- Au résultat brut,
- Au résultat corrigé,
- À une moyenne obtenue de plusieurs valeurs.

Incertitude : le résultat de mesure est associé à une incertitude de mesure, celui-ci doit être compatible avec l'exigence spécifiée (tolérance) du produit.

Parmi les composantes les plus importantes de l'incertitude de mesure : les erreurs instruments, systèmes de mesure...

Remarques :

S'il n'y a pas d'incertitude, les résultats de mesure ne peuvent plus comparés :

-soit entre eux.

-soit par rapport à des valeurs de référence spécifiée dans la norme ou une spécification (conformité d'un produit). [9]

Valeur vraie : la valeur vraie d'une grandeur est une valeur que l'on obtiendrait par un mesurage parfait. Elle est par nature indéterminée.

Mais on peut parler d'une valeur conventionnelle vraie. C'est une valeur reconnue par convention, associée à une incertitude de mesure.

Justesse : aptitude à donner des indications exemptes d'erreur de mesure et des résultats justes.

Erreur de mesure : ou erreur de justesse, est la différence entre le résultats d'un mesurage (valeur mesurée), et la valeur vraie.

Il peut être :

- Aléatoire : ce sont des erreurs qu'on ne peut pas les identifier, les éliminer, ou les compenser.
- Systématique : cause une déviation constante et bien déterminée des valeurs mesurées par rapport à la valeur vraie.
- Déterminées : on peut les éliminés facilement en manipulant correctement.

Erreur maximale tolérée EMT : c'est la limite d'erreur tolérée, il est définie comme la valeur extrême de l'erreur de mesure par rapport à une valeur de référence connue qui est tolérée par les spécifications ou les règlements d'un instrument de mesure ou un système de mesure donné.

Étalon : est un matériel dont on connaît la valeur avec une grande exactitude.

Étalonnage : un étalonnage est une vérification réguliers des instruments qui peuvent s'assurer et garantir (notamment la traçabilité vers des étalons nationaux) que ces instruments restent conformes dans le temps, c'est-à-dire n'ont pas dérivé, donc que les décisions prises s'appuient toujours sur des résultats de mesure contrôlables.

Capabilité : est l'ensemble d'indicateurs qui permet de vérifier si les résultats de mesure sont inclus dans les tolérances spécifiées.

C'est une estimation du risque de non-conformité d'une caractéristique d'un produit.

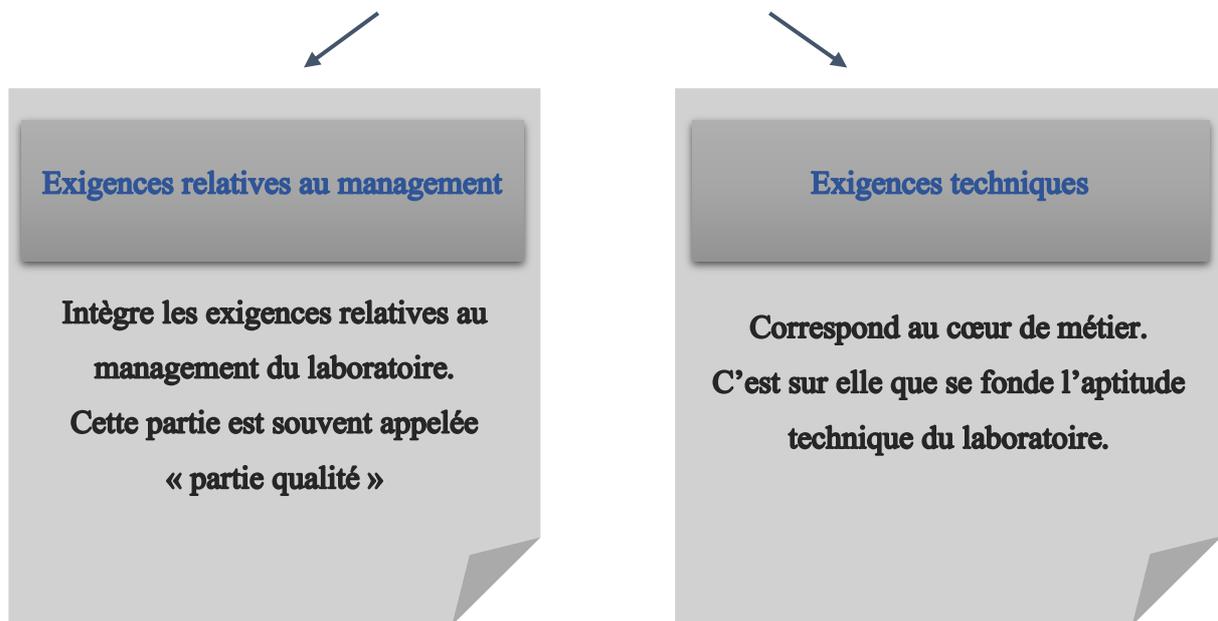
Dérive : c'est le fait de s'écarter et de dévier d'une norme ou d'un cadre établi.

Elle donne la relation entre la valeur mesurée en fonction de la valeur vraie. [12]

2. La norme ISO/CEI 17025 :

L'ISO/CEI 17025 est une norme internationale qui spécifie les « exigences générales concernant la compétence de laboratoires d'étalonnage et d'essais », elle est applicable à toutes les organisations, quels que soient leurs effectifs ou l'étendue du domaine de leurs activités d'essai et/ou d'étalonnage.

La norme ISO/CEI 17025 est une structure en deux parties, Management et Techniques :



- Exigences relatives au management tels que : l'organisation, système de management, maîtrise de la documentation, sous-traitance des essais et des étalonnages, amélioration, actions correctives, actions préventives, maîtrise des enregistrements,...
- Exigences techniques tels que : les personnels, installations et conditions ambiantes, méthodes d'essai et d'étalonnage et validation des méthodes, équipements, traçabilité du mesurage, échantillonnage, assurer la qualité des d'essai et d'étalonnage, rapport sur les résultats, ...

La norme ISO/CEI 17025 s'adresse à toutes les organismes qui réalisent des essais, des analyses, des étalonnage, ou de l'échantillonnage, et qui veulent obtenir des résultats fiables et justes.

Accents de la norme ISO/CEI 17025 :

- Formation et maintien de la qualification,
- Maîtrise de l'environnement d'essai,
- Calculs d'incertitudes,
- Maîtrise des moyens informatisés,
- Essais inter-laboratoires,



Fonction Métrologie [13]

3. L'importance du suivi métrologique des équipements :

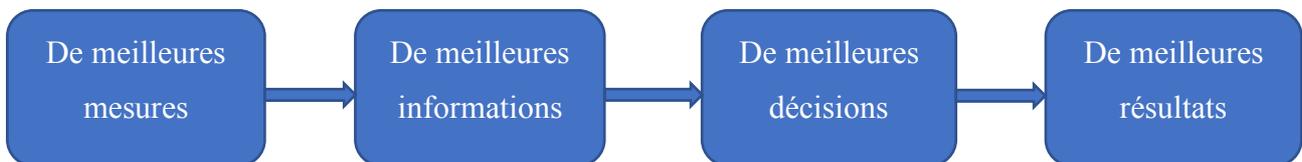
Une organisation, telle qu'une entreprise, fabrique, teste et contrôle des produits (des échantillons ou des services), à partir de processus de fabrication, de tests, d'analyses, etc.

Le produit doit répondre aux attentes exprimées par le client afin de répondre aux exigences (normes, spécifications internes).

Les résultats de mesure ou d'essai sont des informations techniques, que l'on communique à une autre personne ou une autre organisme.

Ces informations servent principalement pour prendre une décision, par exemple : acceptation ou rejet d'un produit, conformité d'un environnement, etc.

Donc c'est à partir de résultats de mesure que tout organisme prend des décisions relatives à ces produits, ces processus...



Les résultats des mesures sont utilisés pour prendre des décisions :

- Acceptation du produit (caractéristiques, performances, mesure de conformité aux exigences).
- Réglage des instruments de mesure, vérification des procédés.
- Réglage des paramètres dans le cadre du contrôle des processus de fabrication.
- Validation des hypothèses.
- Définir les conditions de sécurité du produit ou du système...

Toutes ces décisions contribuent à la qualité du produit ou du service : du fait de l'incertitude des résultats de mesure, on peut quantifier sa qualité.

Le suivi métrologique des équipements : [10]

- Elle aide l'organisme à mieux maîtriser la connaissance des performances exactes de ces équipements et processus de mesure, leurs limites d'emploi et leur comportement dans le temps, ceci pour que l'organisme puisse donner l'assurance de la qualité des opérations de mesure réalisées.
- Elle fait la relation entre le laboratoire d'étalonnage et l'utilisateur de l'équipement de mesure.
- Elle permet de déterminer les mesurages à effectuer, l'incertitude, et sélectionner l'équipement de mesure approprié (processus capable de contrôler que le produit est acceptable). [11]

II. Résultats et interprétation :

1. Suivi métrologique d'étuve :

a. À 105 °C :

- **Résultats :**

Les résultats de l'étalonnage de l'étuve à 105 °C sont représentés par le tableau 1.

Tableau 1: Résultats du suivi métrologique de l'étuve à 105 °C

Date d'étalonnage / vérification	Erreur de justesse E_j	Incertitude d'étalonnage U	E_j+U	Dérive = E_j-E_{j0}	Capabilité EMT/U
2012	0,63	0,1	0,73	0	20
2013	-0,4	0,2	-0,2	-1,03	10
2014	-0,16	0,08	-0,08	-0,79	25
2016	0,21	0,08	0,29	-0,42	25,00
2018	0,09	1,42	1,51	-0,54	1,41
2019	0,15	0,78	0,93	-0,48	2,56
2020	0,3	0,2	0,5	-0,33	10

Pour suivi la capabilité, la dérive et la justesse, il faut calculer certaines paramètres qui sont mentionnés dans le tableau 2.

Tableau 2: calculs des limites pour l'étuve à 105°C(voir annexe A)

	justesse	dérive	capabilité
X_{bar}	0,53	-0,51	13,42
σ	0,59	0,33	9,98
LI AV	-0,66	-1,17	-6,53
LS AV	1,72	0,15	33,37
LI AC	-1,26	-1,50	-16,50
LS AC	2,31	0,48	43,35

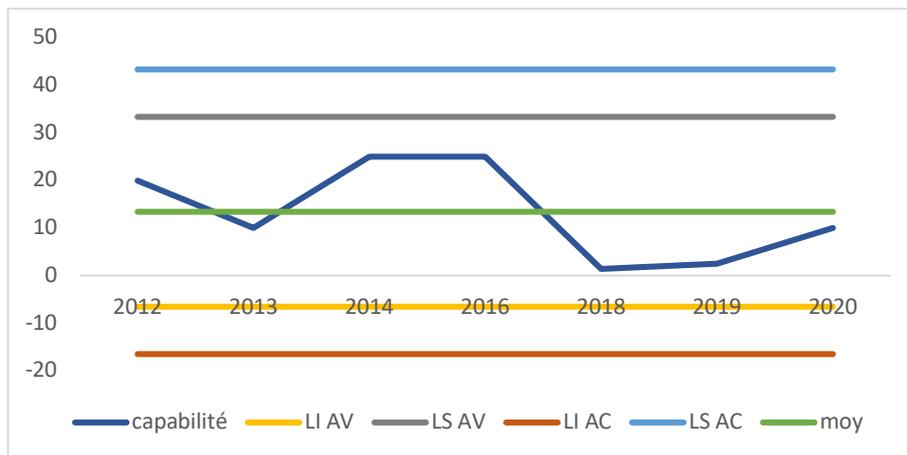


Figure 7: suivi de la capabilité pour l'étuve à 105 °C

- **Interprétation :**

L'ensemble des résultats se trouvent entre les deux limites d'avertissements, aucun point ne se trouve au-delà des limites d'action.

C'est une indication que tout est bon, et le système est sous contrôle statistique.

Ceci permet d'avoir une certaine assurance sur le fonctionnement de l'étuve, et par conséquence l'instrument est capable de donner des résultats fiables.

2. Suivi métrologique de la balance analytique :

a. À 1 g :

- **Résultats :**

Les résultats de la surveillance de la balance analytique à 1 g sont représentés par le tableau 3.

Tableau 3: résultats du suivi métrologique de la balance analytique à 1 g

Date d'étalonnage / vérification	Erreur de justesse E_j	Incertitude d'étalonnage U	E_j+U	Dérive = E_j-E_{j0}	Capabilité EMT/ U
2012	$1,6 \cdot 10^{-5}$	0,0001	0,000116	0	10
2013	$4 \cdot 10^{-5}$	0,00012	0,00016	$2,4 \cdot 10^{-4}$	8,33
2014	0,000	0,00012	0,00012	-0,00002	8,33
2018	$5 \cdot 10^{-6}$	0,0001	0,000105	$-1,1 \cdot 10^{-5}$	10
2019	$-9 \cdot 10^{-6}$	0,0002	0,000191	$-2,5 \cdot 10^{-5}$	5

Les résultats du calcul des limites pour la justesse, la dérive, et la capabilité sont représentés par le tableau 4.

Tableau 4: calculs des limites pour la balance analytique à 1 g (voir annexe A)

	justesse	dérive	capabilité
\bar{X}_{bar}	10^{-4}	$-5 \cdot 10^{-6}$	8,33
σ	$3 \cdot 10^{-5}$	10^{-5}	2,04
LI AV	$6 \cdot 10^{-5}$	$-4 \cdot 10^{-5}$	4,25
LS AV	$2 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	12,41
LI AC	$3 \cdot 10^{-5}$	$-6 \cdot 10^{-5}$	2,20
LS AC	$2 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	14,45

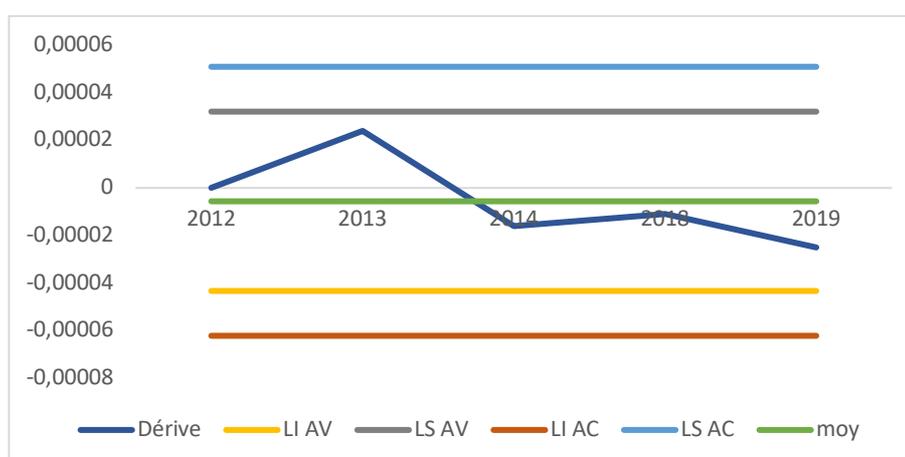


Figure 8: suivi de la dérive pour la balance analytique à 1 g

- **Interprétation :**

Le procédé est sous contrôle statistique.

L'ensemble des résultats se trouvent dans l'intervalle **moy $\pm 2\sigma$** , c'est-à-dire entre les deux limites d'avertissement, inférieure et supérieure.

En plus, 2/3 des points sont situés dans le tiers central, et 1/3 des points sont situés dans les 2/3 extérieurs.

Conséquemment, on a pas une déviation remarquable dans le procédé, et donc on peut dire que la balance analytique est conforme à 1 g.

b. À 100 g :

- **Résultats :**

Les résultats de la surveillance de la balance analytique à 100 g sont indiqués par le tableau 5.

Tableau 5: Résultats du suivi métrologique de la balance analytique à 100 g

Date d'étalonnage / vérification	Erreur de justesse E_j	Incertitude d'étalonnage U	E_j+U	Dérive = E_j-E_{j0}	Capabilité EMT/U
2012	2.10^{-5}	10^{-4}	0,0001	0	10
2013	7.10^{-5}	3.10^{-4}	0,0003	$5,5.10^{-5}$	3,70
2014	10^{-5}	10^{-4}	0,0002	-5.10^{-6}	7,14
2016	4.10^{-5}	2.10^{-4}	0,0002	$2,5.10^{-5}$	5,88
2018	-10^{-5}	5.10^{-5}	4.10^{-5}	$-2,5.10^{-5}$	20
2019	-9.10^{-5}	2.10^{-4}	0,0001	-0,000105	5
2020	10^{-4}	10^{-3}	0,0011	$8,5.10^{-5}$	1,03

Le calcul des limites de la justesse, la capabilité, et la dérive sont indiqués par le tableau 6.

Tableau 6: calculs des limites pour la balance analytique à 100g(voir annexe A)

	justesse	dérive	capabilité
\bar{X}	0,00029	4.10^{-6}	7,54
σ	0,00036	6.10^{-5}	6,16
LI AV	-0,0004	-0,00012	-4,78
LS AV	0,001	0,000127	19,86
LI AC	-0,0008	-0,00018	-10,95
LS AC	0,00136	0,000188	26,02

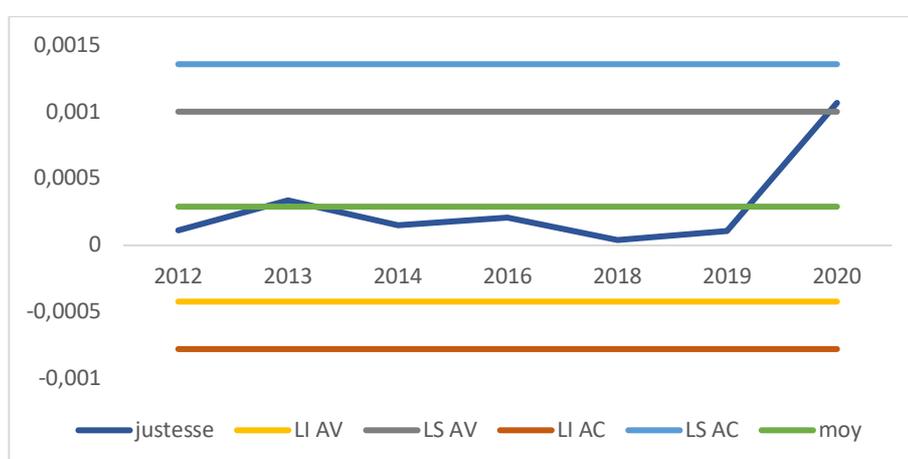


Figure 9: suivi de la justesse pour la balance analytique à 100 g

• **Interprétation :**

L'ensemble des points sont autour de la moyenne, sauf la dernière de 2020 qui se trouve au-delà de la limite supérieure d'avertissement, sachant qu'un seul par 20 est naturel, mais il faut commencer à s'inquiéter.

On peut interpréter ainsi :

- La limite ou le point est faux ;
- Le procédé a glissé ;
- Le système de mesure a changé ;

Par conséquent, les résultats avant l'année 2020 étaient justes

3. Suivi métrologique du spectrophotomètre :

a. À 440 nm :

• **Résultats :**

Les résultats de l'étalonnage du spectrophotomètre sont mentionnés dans le tableau 7.

Tableau 7: résultats du suivi métrologique du spectrophotomètre à 440 nm

Date d'étalonnage / vérification	Erreur de justesse E _j	Incertitude d'étalonnage U	E _j +U	Dérive = E _j -E _{j0}	Capabilité EMT/U
2012	-0,0007	0,008	0,0073	0	2,5
2013	-0,0017	0,002	0,0003	-0,001	10
2014	-0,0054	0,002	-0,003	-0,004	10
2016	-0,0027	0,002	-7.10 ⁻⁴	-0,002	10
2020	-0,0034	0,002	-6.10 ⁻⁴	-0,002	7,14

Le calcul des limites de la justesse, la dérive, et la capabilité sont indiqués par le tableau 8.

Tableau 8: calculs des limites pour le spectrophotomètre à 440 nm (voir annexe A)

	JUSTESSE	DÉRIVE	CAPABILITÉ
X _{bar}	0,0005	-0,002	7,93
σ	0,004	0,001	3,28
LI AV	-0,007	-0,005	1,37
LS AV	0,008	0,001	14,48
LI AC	-0,011	-0,007	-1,90
LS AC	0,012	0,003	17,76

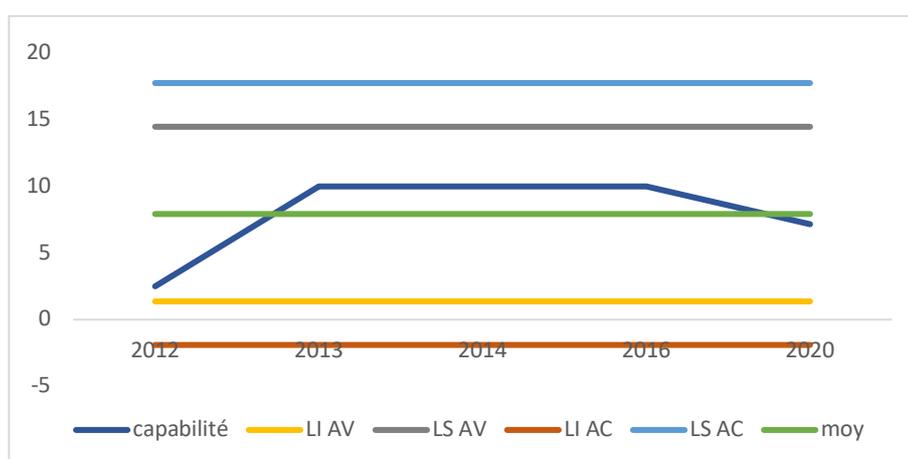


Figure 10: suivi de la capabilité pour le spectrophotomètre à 440 nm

- **Interprétation :**

L'ensemble des points sont situés près de la moyenne, à l'exception du premier point à 2012, la valeur était près de la limite inférieure d'avertissement.

Cela peut être un avertissement pour corriger les conditions défavorables.

L'erreur a été corrigée après l'année 2012, cela est confirmée par une faible dispersion autour de la moyenne, et par conséquent l'équipement est capable de donner des résultats fiables après l'action corrective.

b. À 546 nm :

- **Résultats :**

Le suivi de l'étalonnage du spectrophotomètre à 546 nm, a donné les résultats représentés par le tableau 9.

Tableau 9: résultats du suivi métrologique du spectrophotomètre à 546nm

Date d'étalonnage / vérification	Erreur de justesse E_j	Incertitude d'étalonnage U	E_j+U	Dérive = E_j-E_{j0}	Capabilité EMT/U
2012	-0,002	0,008	0,005	0	2,5
2013	-0,01	0,002	-0,01	-0,01	10
2014	0,005	0,002	0,007	0,008	10
2016	-0,002	0,002	-10^{-4}	0,0002	10
2020	-0,003	0,0028	-5.10^{-3}	-0,001	7,14

Le calcul des limites de la justesse, la dérive, et la capabilité sont représentés par le tableau 10.

Tableau 10: calculs des limites pour le spectrophotomètre à 546nm (voir annexe A)

	JUSTESSE	DÉRIVE	CAPABILITÉ
\bar{X}_{bar}	-0,0006	-0,001	7,93
σ	0,009	0,008	3,28
LI AV	-0,01	-0,01	1,37
LS AV	0,01	0,01	14,48
LI AC	-0,02	-0,02	-1,90
LS AC	0,02	0,02	17,76

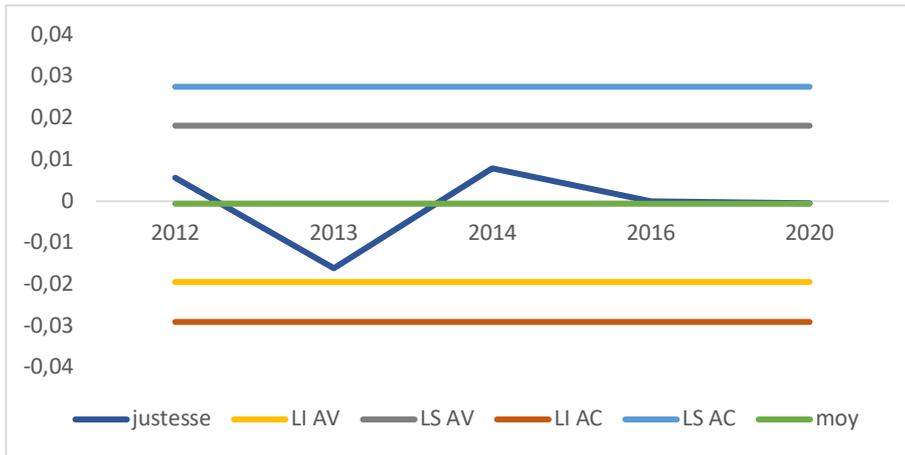


Figure 11: suivi de la justesse pour le spectrophotomètre à 546 nm

- **Interprétation :**

La plupart des points sont situés dans le tiers central.

Aucun résultat ne se trouve à l'extérieur des deux limites d'avertissement, donc l'équipement est sous contrôle statistique, et les résultats obtenus, en utilisant le spectrophotomètre, sont justes.

Conclusion :

Pour conclure, j'ai effectué mon stage de fin d'études au sein du laboratoire Qualité Eau Environnement QEE.

Ce stage a été très enrichissant pour moi, il m'a permis de découvrir le secteur de la chimie, autant plus la métrologie qui est une science très importante.

Au cours de ce stage de six semaines, j'ai pu mettre en pratique les connaissances théoriques acquises lors de ma formation en techniques d'analyses et contrôles de qualité à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès. En plus, j'ai pu acquérir de nouvelles compétences qui vont certainement m'aider dans mon parcours professionnel.

Lors de mon stage, j'avais réalisé le suivi métrologique de plusieurs équipements disponibles au QEE, mais dans ce rapport, je n'ai rapporté que les résultats relatifs à trois équipements : l'étuve à 105 °C, la balance analytique à 1 g et à 100 g, et le spectrophotomètre à 440 nm et à 546 nm.

J'ai commencé par le calcul de la justesse, la capabilité et la dérive. Ensuite le calcul des limites d'avertissement supérieure et inférieure, et les limites d'action supérieure et inférieure dans le but de pouvoir tracer la variation de ces paramètres en fonction des années, avec leurs limites. Et de pouvoir suivre la performance des équipements, et déterminer à quel point les résultats obtenus en utilisant ces équipements sont fiables et justes.

Même s'il était un peu difficile d'aborder ce sujet dans une durée assez courte, qui représente une petite partie de la métrologie et du suivi métrologique des équipements. J'aimerais bien si c'était un peu plus long pour développer et étudier d'autres équipements en utilisant d'autres paramètres.

Annexe A :

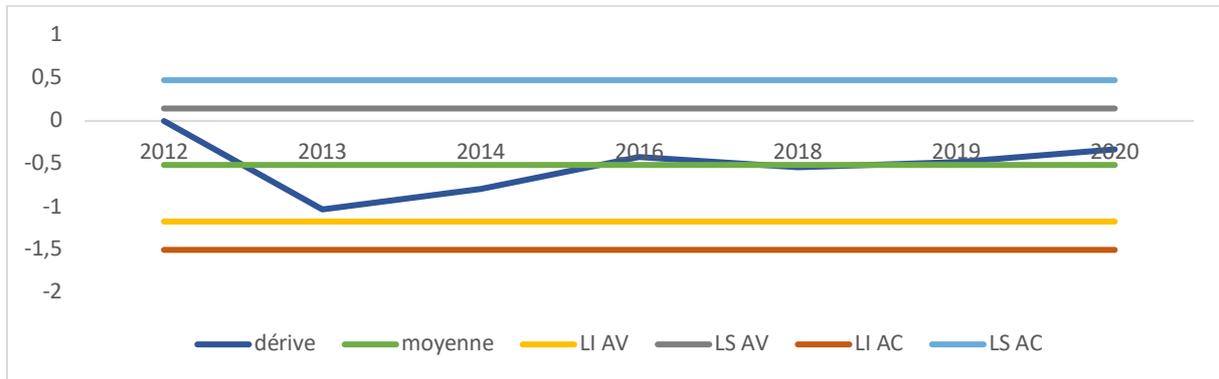


Figure 12: suivi de la dérive pour l'étuve à 105 °C

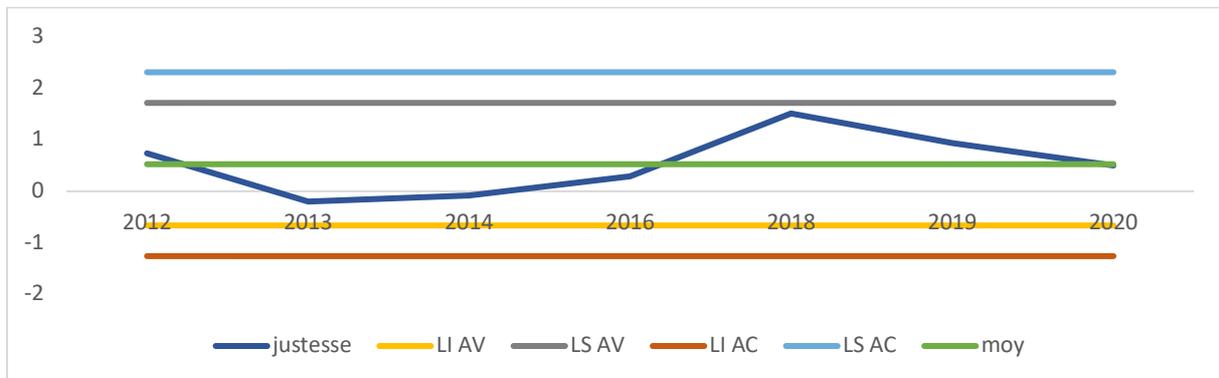


Figure 13: suivi de la justesse pour l'étuve à 105 °C

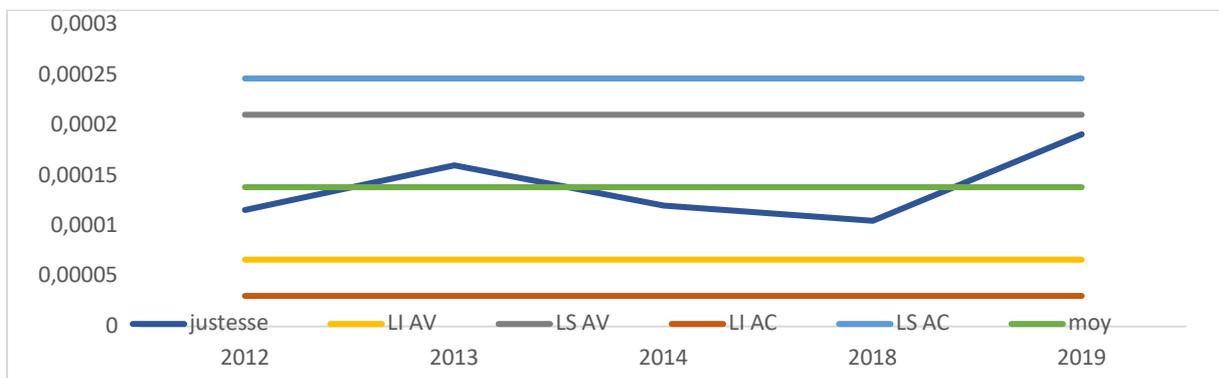


Figure 14: suivi de la justesse pour la balance analytique à 1 g

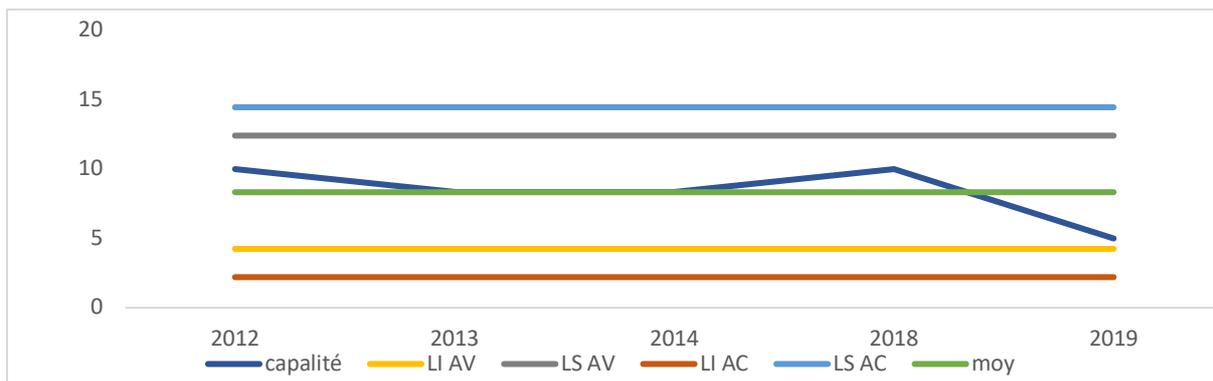


Figure 15: suivi de la capabilité pour la balance analytique à 1 g

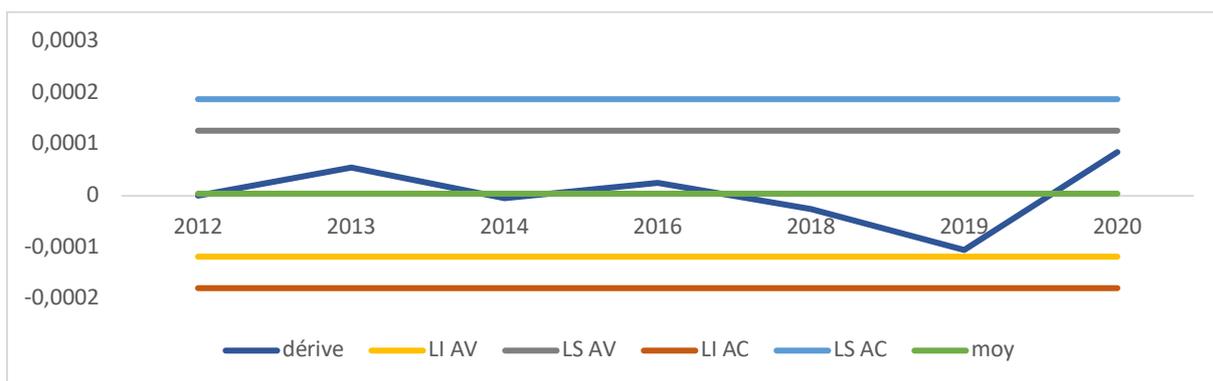


Figure 16: suivi de la dérive pour la balance analytique à 100 g

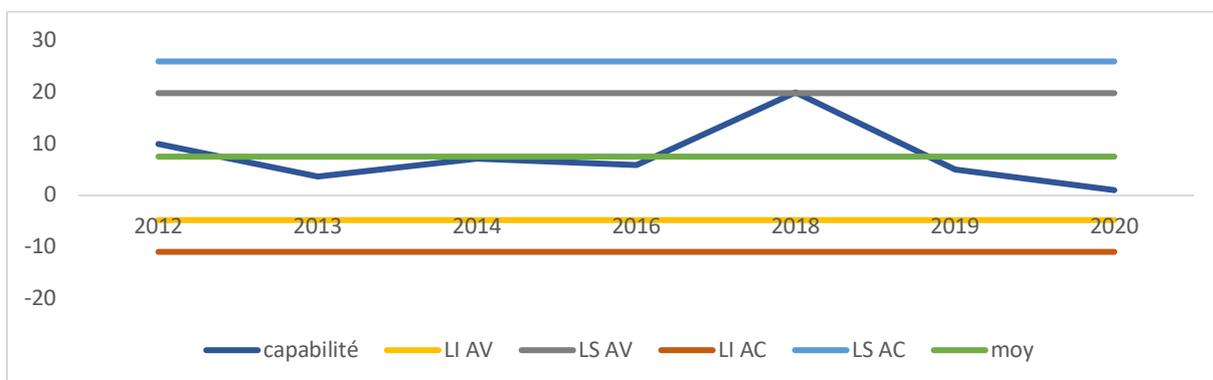


Figure 17: suivi de la capabilité pour la balance analytique à 100 g

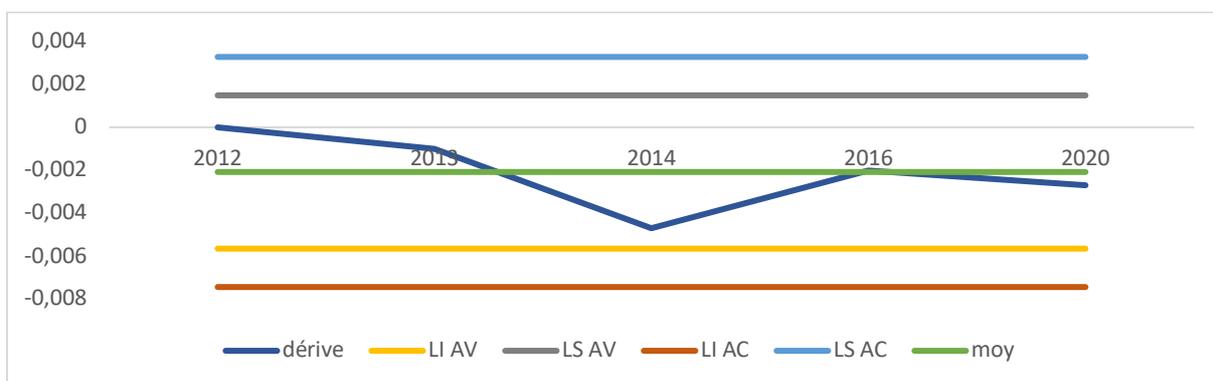


Figure 18: suivi de la dérive pour le spectrophotomètre à 440 nm

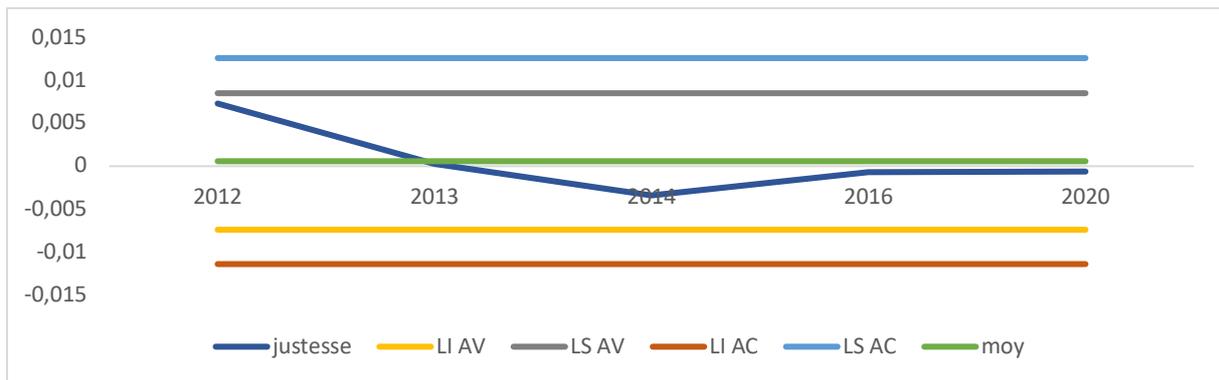


Figure 19: suivi de la justesse pour le spectrophotomètre à 440 nm

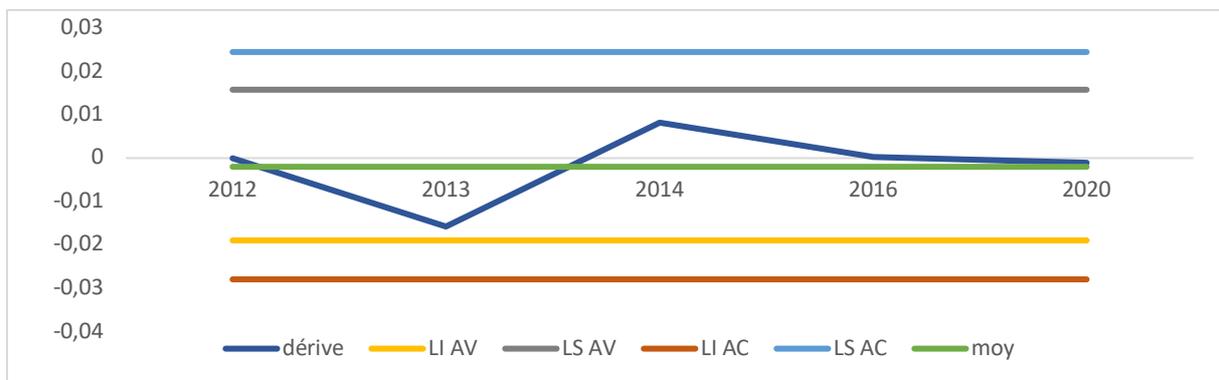


Figure 20: suivi de la dérive pour le spectrophotomètre à 546 nm

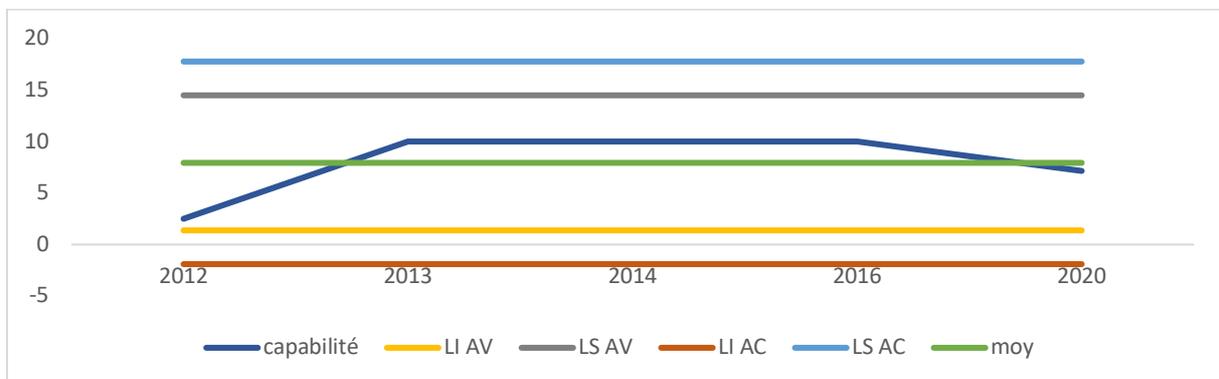


Figure 21: suivi de la capabilité pour le spectrophotomètre à 546 nm

Références :

- [1] : laboqee.com
- [2] : in eaux industrielles contaminées, Presses universitaires de Franche-Comté, 2017
- [3] : NF T 90-008 Février 2001 : Qualité de l'eau : détermination du pH 09
- [4] : ISO 7888-1985 : Qualité de l'eau : détermination de la conductivité 09 électrique
- [5] : NF ISO 9297 février 2000 : Qualité de l'eau : dosage des chlorures – 11 titrage au nitrate d'argent avec du chromate comme indicateur
- [6] : NM ISO 7150-1 1999 : Qualité de l'eau : Dosage de l'ammonium – 14 Méthode spectrométrique manuelle
- [7] : NF T 90-040 Septembre 1986 : Essais des eaux : dosage des ions 13 sulfates-méthode néphélométrique
- [8] : NF T 90-003 Août 1984 : Essais des eaux : détermination de la 09 concentration totale en calcium et magnésium –méthode titrimétrique à l'EDTA.
- [9] : F. Taillade. « Notions de métrologie ». 3rd cycle.2005.<cel-00564306>.
- [10] : C. DOMPTAIL. « Résumé de métrologie dimensionnelle ». Cours, IUT Nancy-Brabois Dpt QLIO à Lunéville. Lien : http://cyril.domptail.perso.sfr.fr/autres/l_resume_de_metrologie_dimensionnelle.pdf
- [11] : Gilles CALCHERA-la métrologie : « maîtrise des processus de mesure ».
- [12] : Jean-Michel Pou. Métrologie : dérive, FD X 07-014. Instrument mesureur, M-CARE.
- [13] : « Documents des laboratoires d'étalonnages et d'essais (ISO CEI 17025) ».