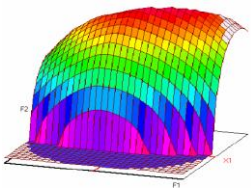
Année Universitaire : 2021-2022



Master Sciences et Techniques CAC Ageq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Contribution à la mise en place de la norme ISO 17025 version 2017 au sein de laboratoire chimie des matériaux LPEE/CEMGI

Présenté par :

OUAHID Oumaima

Encadré par :

- **EL FILALI Fatima zahra** — **LPEE Casablanca**
- **MOUGHAMIR Khadija** — **FST Fès**

Soutenu Le 21 Juillet 2022 devant le jury composé de :

- **Mme. MOUGHAMIR Khadija**
- **Mr. KANDRI Youssef**
- **Mr. BOUAYAD Abdessalam**

Stage effectué à : Laboratoire Public d'Essais et d'Etudes

SOMMAIRE

Liste de Figures

Liste de tableaux

Introduction..... 6

Chapitre 1 : Présentation générale du LPEE/CEMGI

I. Laboratoire public d'Essais et d'Etudes (L.P.E.E).....7
1. Aspect juridique..... 7
2. Organisation..... 7
3. Presentation..... 7
4. Prestation..... 8
5. Champs d'application..... 8
6. Partenariat..... 9

II. Presentation du centre expérimental des matériaux et du Génie Industriel(CEMGI)..... 9
1. Mission du CEMGI..... 9
2. Service..... 9
3. Organigramme..... 12

Chapitre 2 : Présentation de la norme iso 17025 :2017

I. Généralité sur l'iso 17025..... 13
1. Importance de la norme iso 17025..... 14
2. Exigences de la norme iso 17025..... 14
3. Approche processus..... 15

Chapitre 3 : Etude des exigences de la norme iso 17025 :2017

I. Processus de pilotage..... 16
1. Organisation 16
2. Système de managment..... 16
3. Revue de direction..... 17

II. Processus d'organisation..... 17
1. Maitrise de la documentation 17
2. Maitrise des enregistrements..... 18
3. Personnels..... 18
4. Installations et conditions ambiantes..... 19
5. Equipements..... 19
6. Traçabilité métrologique..... 19

III. Processus réalisation..... 20
1. Revue de demandes,appeles d'offres et contrats 20
2. Produits et services fournies..... 20
3. Séléction,vérification et validation des méthodes..... 21
4. Manutentien des objets d'essai et d'étalonnage..... 21
5. Rapport sur les résultats..... 21
6. Ehantillonnage..... 22

IV. Processus qualité..... 22
1. Réclamations..... 22
2. Maitrise des travaux d'essai et/ou d'étalonnage non conforme 22
3. Amelioration..... 23
4. Actions préventives..... 23
5. Actions correctives..... 23
6. Audit interne..... 23
7. Assurer la validité des résulats..... 24

Travaux réalisés :

Chapitre 4 : Étude de confirmation d'une méthode d'essai normalisée

Partie 1 : Procédure de confirmation des méthodes d'essais :

I. Procédure de qualification du personnel technique..... 25
1. Objet et domaine d'application..... 25
2. Processus..... 25
3. Critéres de qualification..... 26
3.1. Essais croisés..... 26
3.2. Utilisation des matériaux de référence certifiés MRC..... 26

II. Validation ou confirmation d'une méthode..... 26
1. Fidélité..... 27
1.1. Répétabilté..... 27
1.2. Reproductibilité..... 29
2. Justesse..... 30

III. Carte de contrôle..... 31

IV. Diagramme de causes à effet – Ishikawa..... 33

Partie 2 : les calculs associés à la confirmation des méthodes :

I. Détermination de la teneur en sulfates dans les granulats..... 33
1. Fiche d'exécution : Détermination de la teneur en sulfate par titrage gravimétrique dans le granulat..... 33
2. Qualification de personnel technique..... 35
3. Calcul de la justesse de sulfates dans les granulats..... 36
4. Calcul de la répétabilité intermédiaire de sulfates dans les granulats..... 37
5. Calcul de la reproductibilité intermédiaire de sulfates dans les granulats..... 38
6. Carte de contrôle de sulfates dans les granulats (MR)..... 40
7. Analyse des essais de granulats par le diagramme de causes à effet Ishikawa..... 41

Chapitre 5 : Elaboration d'un questionnaire de diagnostique

I. Analyse de la situation initiale..... 43
1. Diagnostic..... 43
2. Méthodologie..... 43

II. Résultats et interprétations..... 43
1. Résultats par chapitre..... 43
1.1. Présentation graphique des résultats par chapitres..... 44
1.2. Interprétation des résultats..... 45
2. Résultats par processus..... 45
2.1. Identification des processus 45
2.2. Résultats des Processus..... 45
2.3. Présentation graphique des résultats par processus..... 46
2.4. Interprétation des résultats..... 46

Conclusion..... 48

Références bibliographiques..... 49

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Distinction ISO 9001/ ISO 17025 (d'après CORFRAC) 15

Figure 2 : Approche processus ISO 17025.....16

Figure 3 : répartition des processus selon diagramme d'Ishikawa..... 17

Figure 4 : procédure de maitrise de la documentation..... 19

Figure 5 :procédure de formation..... 20

Figure 6 : procédure de revue de contrat..... 21

Figure 7 : procédure des achats..... 22

Figure 8 :Résolution des réclamations..... 23

Figure 9 : Gestion des non-conformités..... 24

Figure 10 : Procédure d'assurance qualité des résultats..... 25

Figure 11 : la justesse d'une méthode de mesure /la dispersion des valeurs autour de la moyenne..... 31

Figure 12 : Représentation graphique / Diagramme en forme de poisson de 5M..... 34

Figure 13 : Carte de contrôle de la teneur en sulfate..... 42

Figure 14 : Diagramme Ishikawa de l'identification des causes majeur influençant sur les résultats d'essais de granulats..... 43

Figure 15 : Présentation Radar du résultat du diagnostic par chapitre..... 46

Figure 16 : Présentation Radar du résultat du diagnostic par processus..... 47

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Résultats de qualification de l'opérateur 1 36

Tableau 2 : Résultats d'essais de qualification de l'opérateur 2..... 37

Tableau 3 : Exploitation des résultats d'essais de qualification de l'opérateur 2..... 37

Tableau 4 : Résultats de la justesse de la méthode..... 38

Tableau 5 : Résultats de la répétabilité intermédiaire de la méthode..... 38

Tableau 6 : Exploitation des résultats de la répétabilité intermédiaire de la méthode..... 39

Tableau 7 : Résultats de la reproductibilité intermédiaire de la méthode réalisés par plusieurs opérateurs...40

Tableau 8 : Exploitation des résultats de la reproductibilité intermédiaire de la méthode réalisés par plusieurs opérateurs..... 41

Tableau 9 : Présentation des résultats du diagnostic par chapitres..... 45

Tableau 10 : Présentation des résultats du diagnostic par processus..... 46

INTRODUCTION

La qualité est l'ensemble des propriétés et caractéristiques d'un produit ou d'un service qui lui confèrent l'aptitude à satisfaire des besoins exprimés ou implicites.

L'obligation d'effectuer des contrôles qualité dans des laboratoires d'analyses et d'essais est apparue.

Le défi à relever pour un laboratoire d'essais sera donc, de démontrer son aptitude à assumer ces exigences réglementaires légitimes garantissant la satisfaction des clients par la mise en place :

- Des méthodes d'essais et des procédures de contrôle qualité rigoureuses.
- Des processus permettant de démontrer la validité des résultats (démarche d'assurance qualité).

La norme ISO 17025« Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais », quant à elle, définit les critères généraux concernant le fonctionnement d'un laboratoire d'essais. Celle-ci est basée sur un ensemble de caractéristiques et d'exigences à la fois organisationnelles et techniques. Les essais d'analyse et de contrôle peuvent tout à fait rentrer dans ce contexte.

Sa dernière version de 2017, contient toutes les exigences que doivent satisfaire les laboratoires d'essais et d'étalonnages s'ils souhaitent apporter la preuve qu'ils gèrent un système qualité, sont techniquement compétents et capables de garantir des résultats et des incertitudes associées.

Pour garantir la qualité de ses prestations, le Centre Expérimental des Matériaux et de Génie Industriel vise à mettre en place, maintenir et maitriser des différentes exigences de la norme iso 17025 afin d'apporter la preuve de sa compétence et prouver la fiabilité des résultats analytiques obtenus pour satisfaire aux exigences des clients et des normes internationales dans le but d'obtenir l'accréditation des organismes compétents.

L'outil d'autodiagnostic sur la norme ISO 17025 va permettre aux utilisateurs de mesurer la situation de leur activité, d'identifier les axes d'amélioration afin de s'approcher de ce référentiel.

À cet égard, l'objectif de mon projet de fin d'études était d'assurer la mise en place des exigences de la norme.

Ce rapport est réparti comme suit :

- La présentation générale du LPEE et du CEMGI.
- Présentation de la norme iso 17025
- Etude des exigences de la norme iso 17025
- Etude de la confirmation d'une méthode normalisé en se basant sur un protocole reconnu.
- Le diagnostic de l'état existant du laboratoire.

Chapitre 1 : Présentation générale du LPEE/CEMGI

I. Laboratoire public d'Essais et d'Etudes (L.P.E.E)

1. Aspect juridique :

Le laboratoire public d'Essais et d'Etudes (L.P.E.E) est une société anonyme d'économie mixte, qui assure un service public à titre onéreux. La fonction essentielle du laboratoire est d'assurer l'exécution et l'interprétation des travaux expérimentaux nécessités par tous les ouvrages du bâtiment et de Génie civil et des industries associées.

- **Fiche d'identité :**

RAISON SOCIAL	**L.P.E.E** (laboratoire public d'Essais et d'Etudes)
CHIFFRE D'AFFAIRE	508.486.000 DH
CAPITAL	120.000.000 DHS
ADRESSE	25, Azilal-20110-Casablanca
TELEPHONE	05-22-54-75-00 à 99
FAX	05-22-30-15-50

2. Organisation :

Le LPEE est structuré en réseau opérationnel de :

- **10 centres à la recherche à Casablanca :**

Dédiés à la recherche, à l'intervention sur les grands projets, pour prodiguer des prestations spécialisées, à l'accompagnement technologique des professionnels et du réseau régional du L.P.E.E.

- **12 centres et laboratoires régionaux :**

Couvrant toutes les régions du Maroc et offrant un service de proximité à même de reprendre dans les délais et aux attentes des professionnels.

3. Présentation :

Depuis 1947, date de sa création, le laboratoire public d'Essai et d'Etudes contribue activement à la réalisation de la plupart des grands chantiers du Maroc. Il est depuis 1973 une entreprise publique au statut de société Anonyme, sous tutelle du Ministère de l'équipement et des transports.

LPEE offre des présentations de caractérisation et d'expérimentation aux différents stades de réalisation des projets dans les domaines du bâtiment, des travaux publics et des industries associés

(conception, travaux, maintenance, expertise…). Ses prestations couvrent des domaines aussi vastes que variés, tels que bâtiments, les infrastructures, environnement, l'électricité, les équipements industriels…

Après de 1000 salariés, et un taux d'encadrement de plus de 25%, le LPEE fournit chaque année un effort important dans la formation et le développement des compétences de son personnel. Ses experts figurent parmi les références dans leurs domaines d'intervention.

Par ailleurs, le LPEE est doté d'équipements à la pointe de l'innovation et consent régulièrement, des investissements conséquents pour renouveler, compléter, et moderniser son parc matériel. L'objectif de tous ces investissements étant d'une part, de répondre aux attentes d'une clientèle de plus en plus exigeante, avertie et soucieuse de la qualité des prestations, et d'autre part d'anticiper sur les besoins d'un marché en pleine mutation.

4. Prestations :

- Sondage et reconnaissance
- Echantillonnage
- Essai en laboratoire
- Mesure
- Analyse
- Etalonnage
- Expérimentation
- Modélisation
- Contrôle de qualité et la performance
- Evaluation de la qualité et la performance
- Etude et expertise
- Audit
- Inspection technique
- Conseil
- Recherche
- Formation et diffusion du savoir.

5. Champs de compétences :

Sciences de la terre :

- Géologie
- Hydrologie
- Mécanique des sols, des roches.

Hydraulique :

- Marine et fluviale
- Hydrographie
- Modélisation et bathymétrie

Environnement :

- Pollutions, rejets et déchets
- Etudes d'impact

- Qualité des eaux et de l'air.

Industries :

- Métallurgie
- Sécurité appareils, installations
- Emballages et conditionnement

6. Partenariat :

- **National :** Le LPEE entretient des relations de coopération avec les écoles de l'ingénieur et les universités nationales.
- **International :** De nombreuses conventions de coopération signées avec les organismes les plus représentatifs du secteur dans des nombreux pays témoignent du renom international du LPEE.

II. Présentation du Centre Expérimental des Matériaux et du Génie Industriel (CEMGI) :

Le CEMGI est une unité du LPEE spécialisée dans les essais et les contrôles, les études, les expertises et la recherche.

Les domaines d'intervention concernent la métallurgie, l'expertise, la maintenance des équipements industriels, les revêtements, la durabilité des ouvrages en béton précontraint, la sécurité, l'emballage et l'énergétique.

1. Mission du CEMGI :

- Fournir aux différents intervenants du secteur du BTP et aux industriels, assistance et conseil dans le domaine de ses spécialités.
- Délivrer à la demande des industriels et fabricants de matériaux et de produits le Label de qualité LPEE.
- Participer aux programmes de normalisation, de certification et d'homologation des produits industriels.

2. Services :

A. Chimie :

- Durabilité des bétons.
- Caractérisation des matériaux naturels (roches, minerai, sols, terres et granulant).
- Analyse chimique des liants hydrauliques (ciments, chaux, plâtre).
- Analyse minéralogique par diffraction à Rayon X.
- Analyse des eaux de gâchage et de contact.
- Analyse des combustibles solides (charbon, coke,……)
- Analyse des lubrifiants.

B. Emballage Et Conditionnement :

- Caractérisation des matériaux d'emballage (papier, carton, plastique, métal, complexe,…)
- Evaluation du comportement du couple contenu/contenant (essai mécanique, climatiques et simulation des contraintes du circuit logistique).
- Vérification de conformité des emballages aux normes y aux règlements nationaux et internationaux.
- Homologation des emballages destinés au transport de matières dangereuses par les voies aérienne, maritime et terrestre.
- Alimentarité des emballages destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

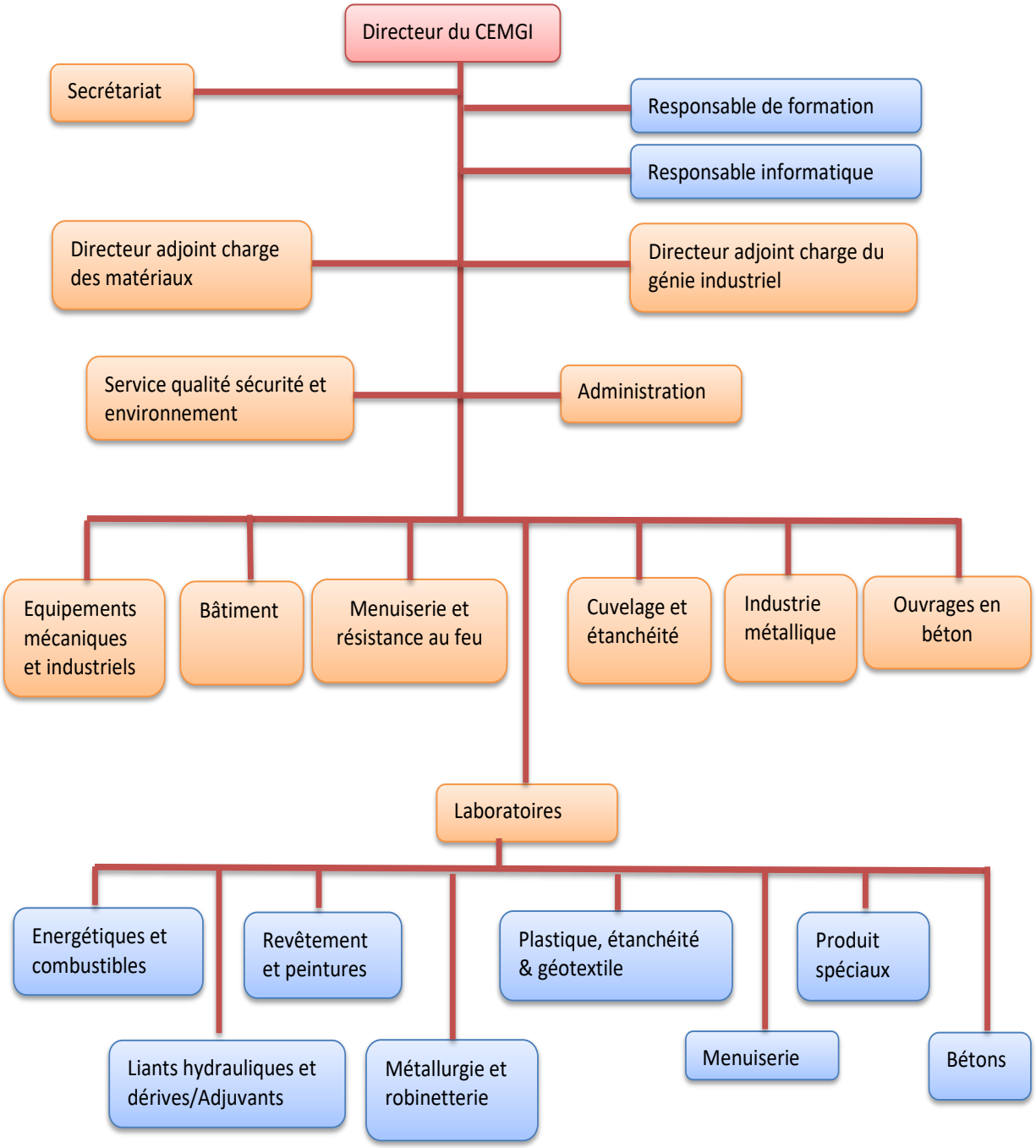
C. Produits Industriels :

- Contrôle des liants hydrauliques :
  1) Ciments (essais mécanique et physique)
  2) Plâtres (essais normaux)
  3) Chaux
- Contrôle des adjuvants :
  1) Essais de compatibilité (ciment adjuvants)
  2) Caractérisation des adjuvants
- Contrôle des coulis d'injection :
  1) Vérification des formulations aussi bien en laboratoire que sur chantier
- Qualification des granulats vis-à-vis de l'alcali-réaction :
  1) Analyses pétrographiques.
  2) Analyse chimique.
  3) Essai à l'autoclave.
- Contrôle de la qualité des produits de peinture :
  1) Contrôle mensuel des produits de peinture.
  2) Essais de conformité des produits de peinture aux normes en vigueur.
  3) Essais de qualification des produits de peinture industrielle en fonction de leur destination.
- Contrôle de signalisation horizontale et verticale :
  1) Homologation des produits de marquage routier
  2) Agrément des machines applicatrice de peinture routière
  3) Contrôle in situ des travaux de signalisation horizontale

4) Contrôle in situ de l'état de marquage routier
5) Essais d'identification des produits de marquage routiers
6) Essais de conformité de la peinture des panneaux de signalisation verticale.

- Contrôle de la qualité des revêtements par rapport aux documents de référence tel que :
  1) Carreaux et dalles céramiques
  2) Pierres naturelles
  3) Pavés
- Essais et contrôle de conformité aux normes des tubes en matières plastique (PVC, PE, PP, PEX, etc.…).destinés aux applications suivants :
  1) Conduite de liquides sous pression y compris l'eau potable
  2) Assainissement
  3) Évacuation
  4) Télécommunication
- Essais et contrôle de conformité aux normes des produits destinés pour l'étanchéité à l'eau tels que :
  1) Les feutres et chapes souples bitumés
  2) Les produits liquides pour étanchéité
  3) Les géo membranes
  4) Essais sur les produits pour isolation

7. Organigramme :



Chapitre 2 :
Présentation de la norme ISO 17025 :2017

I. Généralité sur l'iso 17025 :

Les laboratoires jouent un rôle important dans les systèmes de qualité d'une société.

La norme ISO/CEI 17025 peut être utilisée pour développer et établir un système qualité pour un laboratoire. En effet, c'est une norme internationale qui spécifie les « exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ». La version en cours de validité a été publiée en 2017.

Le référentiel ISO 17025 est un outil pour la mise en place et l'amélioration d'activités des laboratoires. Elle contient l'ensemble des exigences que les laboratoires doivent respecter pour démontrer à leurs clients et aux autorités réglementaires qu'ils appliquent un système de management leur permettant de maîtriser entièrement leurs processus, qu'ils ont la compétence technique et sont aptes à produire des résultats techniquement valides. Les organismes d'accréditation chargés de reconnaître la compétence des laboratoires utiliseront la norme comme base de leur accréditation.

ISO/CEI 17025 représente quatre 5 exigences :

- Exigences générales
- Exigences structurelles
- Exigences relatives aux ressources
- Exigences relatives aux processus
- Exigences relatives au système de management

Les exigences relatives aux processus et aux ressources couvrent les compétences de l'équipe, la méthodologie des essais, les équipements ainsi que la qualité des résultats des essais et des étalonnages alors que les exigences général et structurelles concerne l'impartialité et confidentialité des activités de laboratoire

Pour les Exigences relatives au système de management sont similaire à celles de la norme ISO 9001 voir la figure 1.

(Source la norme ISO17025 : version 2017)

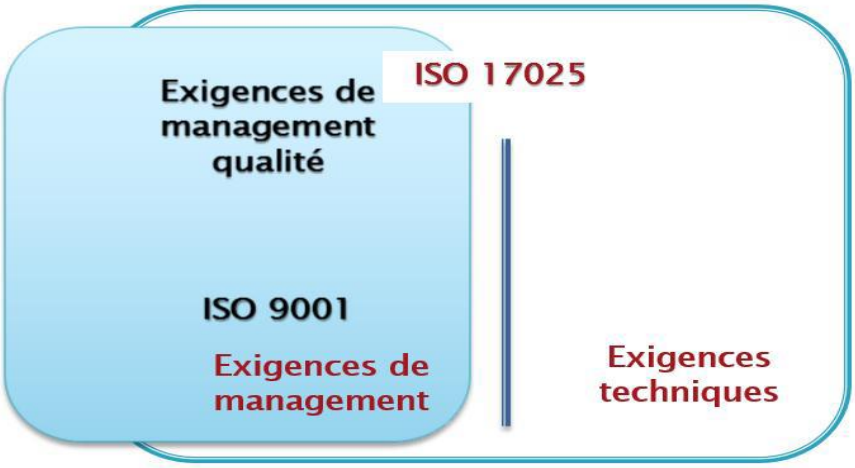


Figure 1 : Distinction ISO 9001/ ISO 17025 (d'après CORFRAC)

1. Importance de l'ISO 17025 :

La mise en œuvre de la norme ISO 17025 comme partie intégrante de la démarche de qualité d'un laboratoire procure aux laboratoires, ou à l'entreprise des avantages comme :

- Optimisation des tests et étalonnages.
- L'ISO 17025 permet une définition claire des opérations effectuées à l'intérieur du laboratoire, une description standard et optimale des procédures garantissant ainsi les meilleures conditions pour l'étalonnage.
- Compétitivité et Assurance qualité :

  La compétitivité d'un organisme se mesure en termes de compétence technique et organisationnelle mais aussi en termes de notoriété, d'efficacité commerciale, de délais et de coûts. La satisfaction de critères tels que ceux de la norme ISO 17025 donne une assurance sur la compétence technique et organisationnelle d'un organisme que l'on peut apparenter à une déontologie de la profession.
- Renforcement de la satisfaction clientèle
- Meilleure réputation et meilleure image nationale et internationale.
- Ouverture sur de nouveaux marchés et attirer des clients plus exigeants.
- Améliorations continuelles de la qualité des données et de l'efficacité du laboratoire.

2. Exigences de la norme iso 17025 :

La norme ISO 17025 : 2017 contient **5 exigences principales** conduisant à l'accréditation des laboratoires.

La figure ci-dessous montre les exigences de chaque critère de la norme.

(Source : la norme ISO17025 version 2017)

3. Approche processus :

La norme ISO 17025 est beaucoup plus orientée Client. Le laboratoire doit répondre aux besoins et attentes de ses clients en les plaçant au coeur de leur fonctionnement.

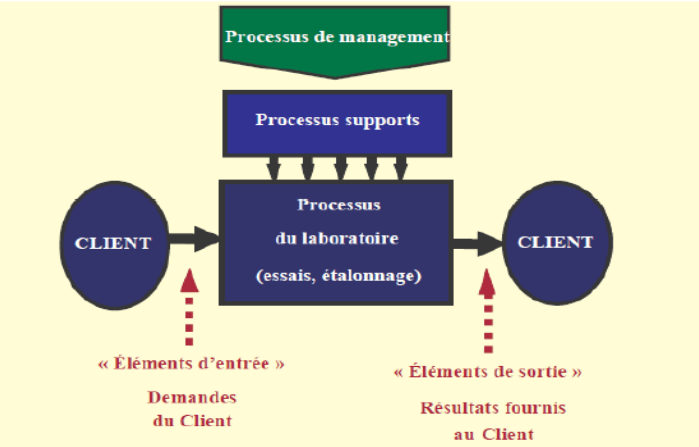


Figure 2 : Approche processus ISO 17025

Cette approche illustre la mise en mouvement du système de management qui devient ainsi dynamique, recherchant l'amélioration continue de l'efficacité de ses processus. Ce dynamisme est clairement mis au service du client du laboratoire. Ceci implique la responsabilisation de chacun au sein de son processus et ce, quelle que soit la famille à laquelle il appartient (management, réalisation, support, etc.). Le management par les processus reste le moyen le plus naturel pour assurer l'amélioration continue de l'efficacité du système.

(Source : http://www.demarcheiso17025.com)

Chapitre 3 :
Etude des exigences de la norme iso 17025

Dans le cadre de cette étude, on regroupera les différents processus de la norme iso 17025 en quatre processus distinct :

- Processus de pilotage.
- Processus d'organisation.
- Processus de réalisation.
- Processus de qualité.

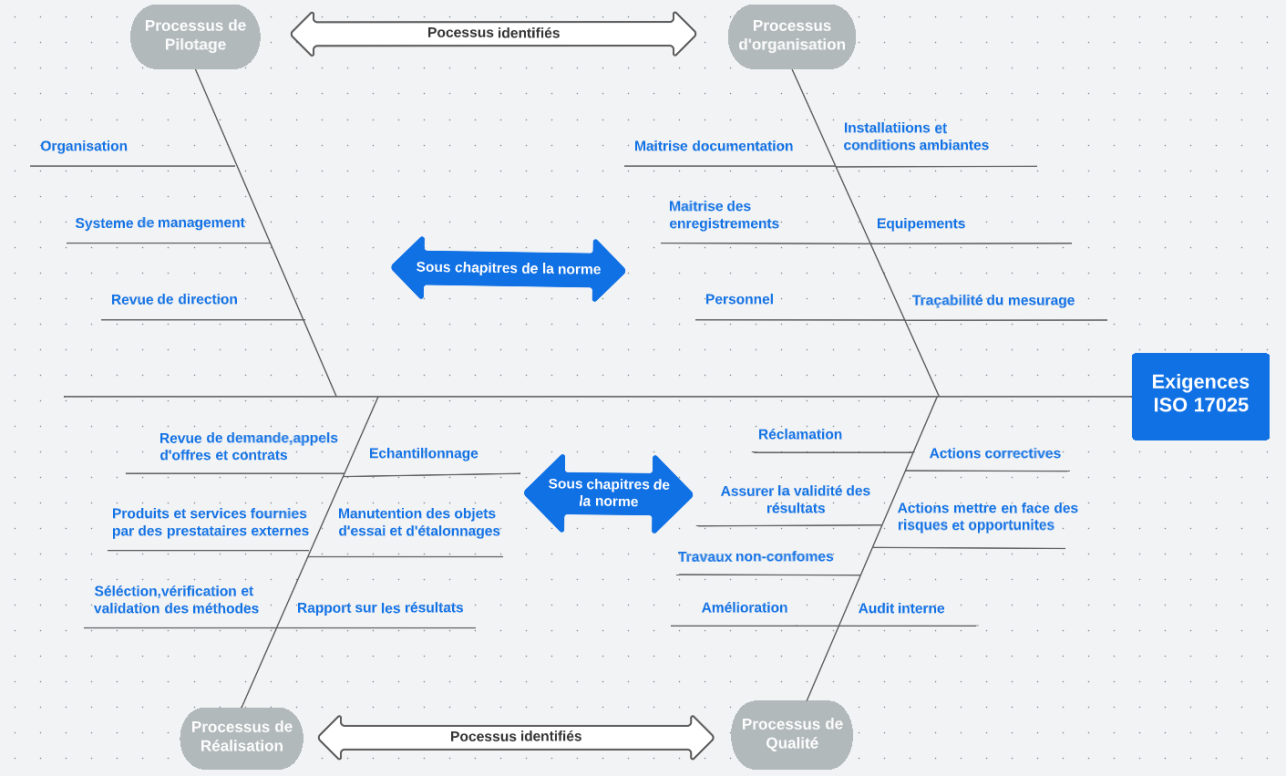


Figure 3 : répartition des processus selon diagramme d'Ishikawa

I. Processus de pilotage :

1. Organisation :

Le laboratoire ou l'organisation dont il fait partie doit être une entité qui puisse être tenue juridiquement responsable.

La qualité des services offerts par le laboratoire ne peut faire abstraction d'une référence juridique, qui assume la responsabilité juridique des produits/services fournis autour de laquelle tournent toutes les autres formes de responsabilité et d'autorité ayant une influence sur le fonctionnement de la structure.

2. Système de management :

Le laboratoire doit établir, mettre en œuvre et maintenir un système de management approprié à son domaine d'activité. Il doit consigner par écrit ses politiques, systèmes, programmes, procédures documentées et instructions de manière suffisantes pour assurer la qualité des résultats d'essai et d'étalonnage. La politique qualité du système de management doit se trouver dans le manuel qualité

et signée par la direction. Ce manuel doit être accessible par tout le personnel et considéré comme un document de travail.

3. Revue de direction :

Régulièrement et d'après des programmes et des procédures préétablies, la direction du laboratoire doit effectuer une revue complète du système de management de la qualité et des activités d'essais effectués par le laboratoire, afin d'assurer la continuité de leur conformité et de leur efficacité et d'introduire toute modification ou les améliorations nécessaires.

La revue doit tenir compte des éléments suivants :

- Pertinence des politiques et procédures
- Rapport des personnels d'encadrements
- Résultats d'audits internes récents
- Actions correctives et préventives
- Evaluations effectuées par des organismes externes
- Résultats d'essais de comparaison entre laboratoire ou d'essai d'aptitude
- Tout changement dans le volume et le type de travail effectué
- Information en retour des clients
- Réclamations
- Recommandations pour l'amélioration
- Tous autres facteurs pertinents, tel que les activités de maitrise de la qualité, les ressources et la formation du personnels.

II. Processus d'organisation :

1. Maitrise de la documentation :

La documentation doit être disponible en permanence à tout niveau nécessitant son exploitation dans le cadre de leurs travaux.

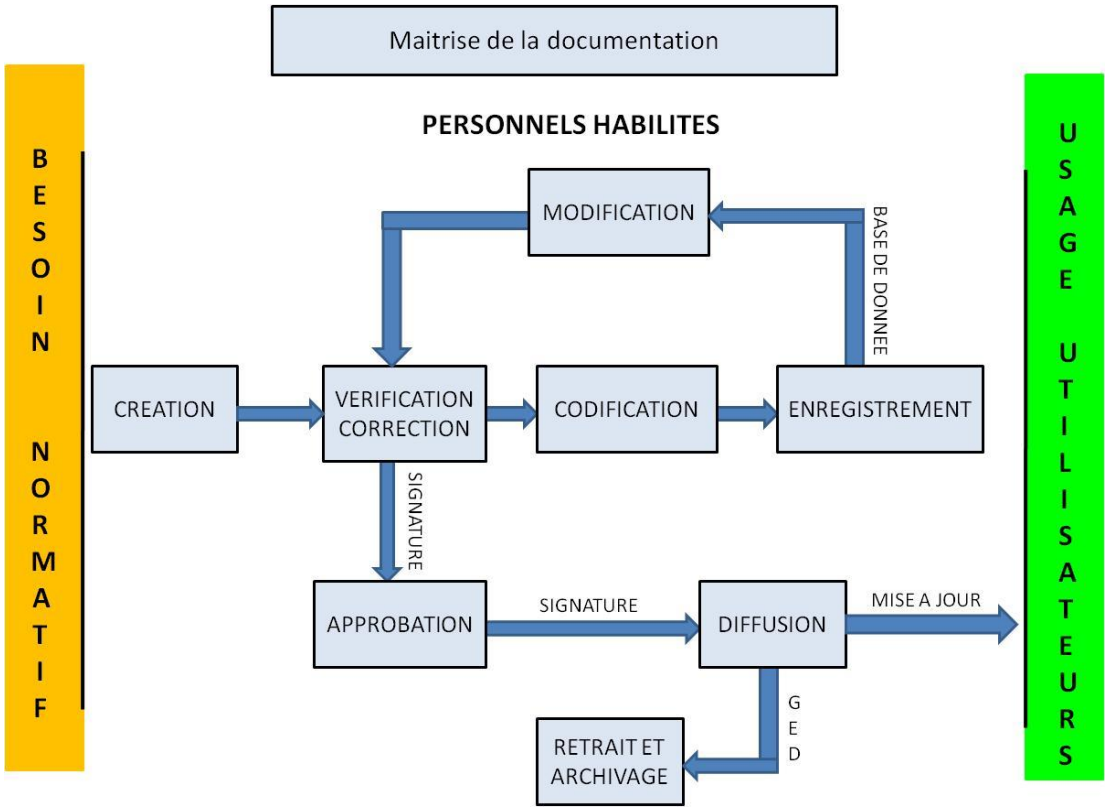


Figure 4 : procédure de maitrise de la documentation

2. Maitrise des enregistrements :

Les documents du système de management de la qualité s'articulent en deux catégories :

- Documents descriptifs / prescriptifs, qui décrivent et réglementent l'organisation de la production et le fonctionnement des processus fondamentaux et de support (manuel, procédures, instructions, etc.)
- Documents d'enregistrements (formulaires), qui photographient, en un instant précis, l'état de l'organisation et les résultats des processus.

NB : - Les documents d'enregistrements peuvent être sur support papier ou électronique.

- Les temps de conservation doivent être prédéfinis
- Le laboratoire doit disposer des procédures appropriées pour la protection et la sauvegarde des données archivées sur support électronique.
- D'éventuelles corrections apportées aux documents en question (particulièrement aux documents de travail) ne doivent pas comporter l'annulation de la donnée modifiées, mais simplement la modification de la nouvelle valeur à côté de la valeur corrigée.

Une correction doit être visée et datée par le technicien qui l'effectue.

3. Personnels :

L'exigence de la qualification du personnel est placée à juste titre parmi les exigences de compétences techniques, la direction du laboratoire doit assurer la compétence de tous ceux qui assurent le fonctionnement d'appareils spécifiques, effectuent des essais et des étalonnages, évaluent les résultats et signent les rapports d'essais et les certificats d'étalonnages. Les personnels qui effectuent les taches spécifiques doivent être qualifiés sur la base d'un niveau d'étude, d'une formation, d'une expérience appropriée et de compétence démontrée, selon ce qui est exigé.

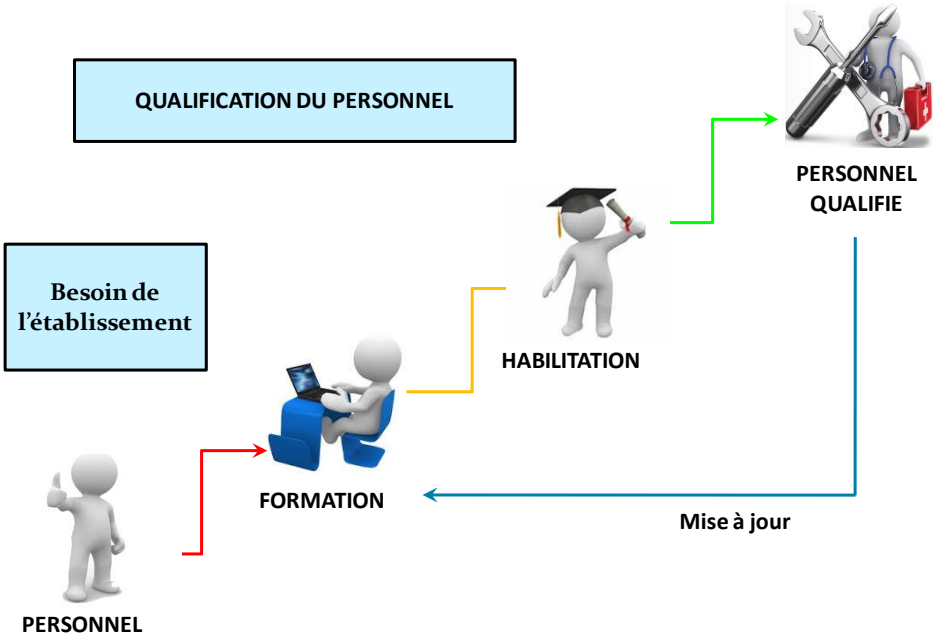


Figure 5 :procédure de formation

Le laboratoire doit disposer d'une politique (fiche de poste) et de procédures pour identifier les besoins en formations et assurer la formation du personnel (planning de formation).

4. Installations et conditions ambiantes :

Les environnements d'essai et de travail en général, ainsi que les conditions environnementales et de travail correspondantes doivent faciliter le bon déroulement des activités et ne pas avoir d'influences négatives sur la qualité des essais effectués.

5. Equipements :

Le laboratoire doit être doté d'équipements adaptés aux activités effectués y compris la gestion des échantillons, la préparation des objets testés, l'analyse et l'élaboration des données. Ils doivent être conformes aux spécifications techniques applicables et doivent être contrôlés avant leurs mises en service et pendant leur utilisation par des vérifications ou des étalonnages adaptés.

Le personnel doit disposer de toutes les informations et connaissances nécessaires pour la meilleure utilisation possible des équipements, relativement à la fonction qu'ils occupent.

Les informations relatives aux caractéristiques et au fonctionnement des appareils d'essai et de mesure doivent être disponibles par écrits (descriptions rédigées par le laboratoire ou manuel d'utilisation et de manutention fourni par le constructeur).

6. Traçabilité métrologique :

Le laboratoire doit disposer et réaliser un programme d'étalonnage approprié qui assure la traçabilité jusqu'aux étalons métrologiques primaires pour tous les appareils utilisés dans des mesures. La manipulation, le transport et le stockage des étalons et des matériaux de référence doivent suivre des procédures spéciales qui garantissent leur bonne conservation et leur intégrité.

III. Processus de réalisation :

1. Revue des demandes, appels d'offres et contrats :

Le laboratoire doit établir et maintenir des procédures opportunes pour la revue des demandes d'offres reçues (ou demande de service), des offres émises (ou proposition) et des contrats stipulés (ou accord établit dans le cas des laboratoires "internes").

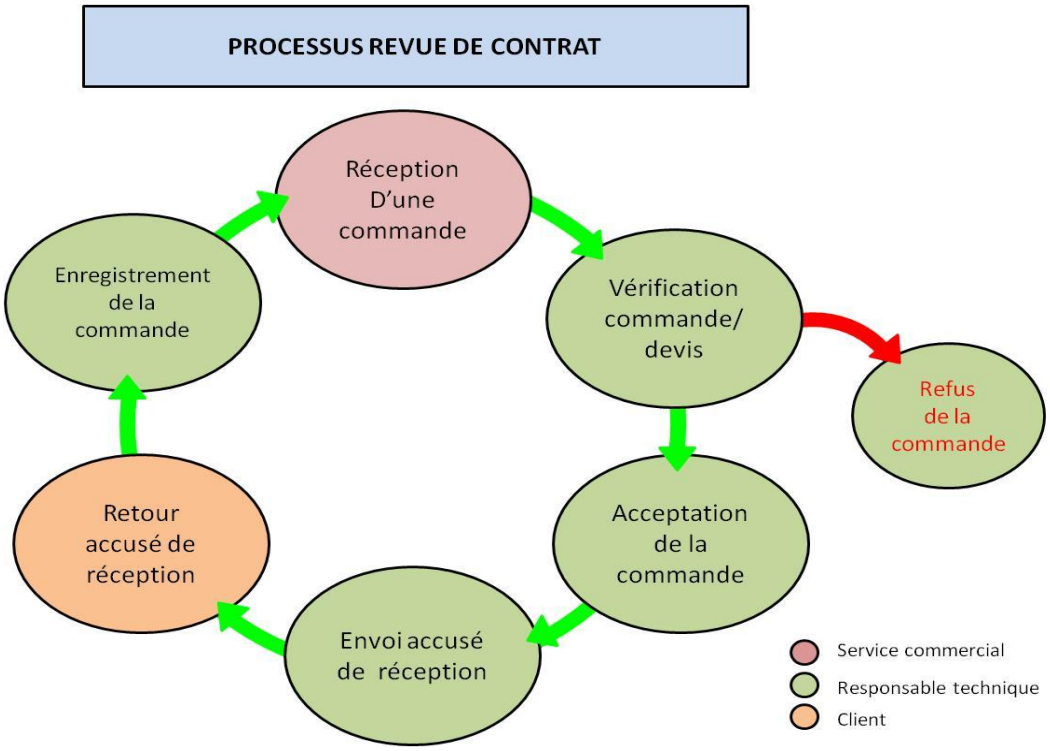


Figure 6 : procédure de revue de contrat

2. Produits et services fournis par des prestataires externes :

Le laboratoire doit disposer des procédures nécessaires à la sélection et à l'achat de biens et de services ayant une incidence sur la qualité des services fournis.
Ces procédures doivent couvrir non seulement l'achat, mais également la livraison, le stockage et la conservation des biens et des matières achetées.

La conformité aux exigences de ses spécifications doit être vérifiée par l'intermédiaire d'inspection, d'essai, de contrôle, etc. Elle doit être documentée.

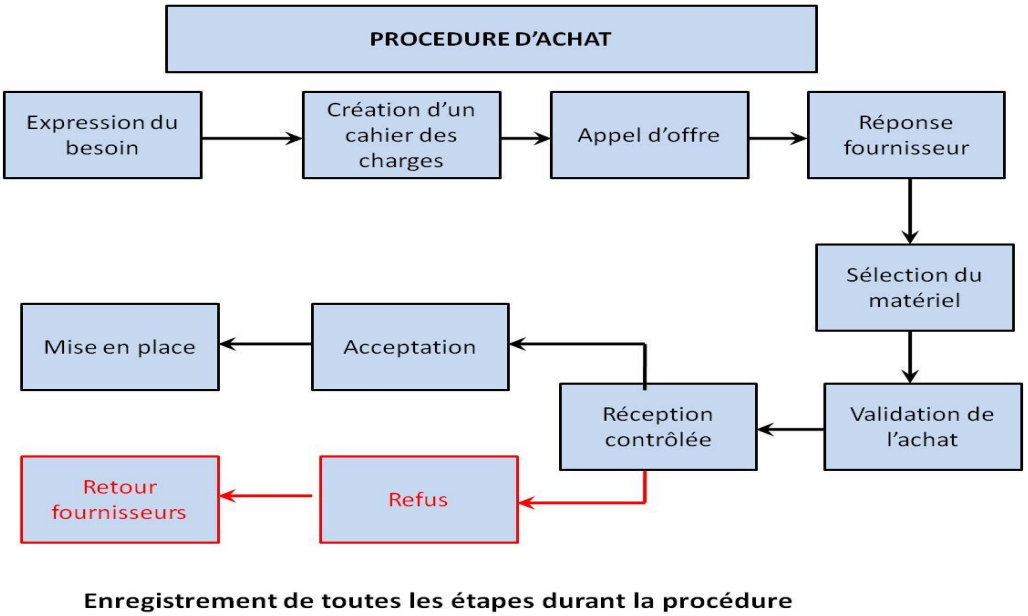


Figure 7 : procédure des achats

3. Sélection, vérification et validation des méthodes :

Le laboratoire doit utiliser des méthodes d'essai qui répondent aux besoins du client et qui conviennent aux essais qu'il effectue. Ces méthodes d'essai doivent être normalisées c'est à dire des méthodes d'essai établies par des règles techniques ou par des normes techniques nationales, régionales ou internationales.

La validation doit être effectuée pour toutes les méthodes non normalisées développées en interne ou externe au laboratoire et pour les méthodes normalisées utilisées en dehors de leur champ normal d'application, ainsi que dans le cas de modifications apportées aux méthodes normalisées.

La confirmation doit être effectue pour les méthodes normalisées avant de les appliquer.

4. Manutention des objets d'essai et d'étalonnage :

Le laboratoire doit avoir des procédures pour le transport, la livraison, la manipulation, la protection, le stockage, la conservation et l'éventuelle élimination en toute sécurité des "objets" testés. Les objets testés doivent être identifiés de manière pertinente et cette identification doit être conservée pendant toute la période où l'objet se trouve dans le laboratoire.

Le système d'identification doit permettre d'éviter toutes confusions au niveau physique et documentaire et doit permettre de tenir sous contrôle non seulement les transferts de et vers le laboratoire, mais également les déplacements entre différent section à l'intérieur même du laboratoire.

A la réception de l'objet d'essai, il faut enregistrer les éventuelles anomalies ou écarts par rapports aux conditions spécifiés.

5. Rapport sur les résultats :

Les résultats des essais effectués doivent être reportés de manière exacte, claire, non ambigüe et objective et doivent être en accord avec toute éventuelle prescription spécifique.

Cela s'obtient en général par la rédaction d'un rapport d'essai qui doit être accompagnés de toutes les informations nécessaires à la juste interprétation et à l'utilisation correcte des résultats.

6. Echantillonnage :

L'échantillonnage est une procédure définie par laquelle une partie d'une substance, matériau ou produit, est prélevée pour fournir, à des fins d'essai ou d'étalonnage, un échantillon représentatif de la totalité. Un échantillonnage peut également être requis par la spécification, appropriée pour laquelle la substance, le matériau ou le produit doive soumis à l'essai ou étalonné.

Le laboratoire doit avoir des procédures pour l'exécution des échantillonnages de substances, matériaux et produits. Ces procédures doivent être disponibles dans les lieux où l'échantillonnage est effectué et si possible dans les lieux où sont effectués si possible dans les lieux où les essais et les évaluations des résultats d'essai.

N.B : L'échantillonnage des objets testés peut représenter un point critique pour la fiabilité des résultats d'essai et pour l'évaluation de conformité effectuée à la suite des essais.

IV. Processus qualité :

1. Réclamations :

Le laboratoire doit avoir une politique et une procédure pour traiter les réclamations reçues de la part du client ou d'autres parties compétentes. Il devra conserver des enregistrements des réclamations reçues et des actions correctives adoptées.

La réclamation est le premier indicateur qualité d'une entreprise ; il indique des sources d'améliorations pour toutes les fonctions de l'entreprise.

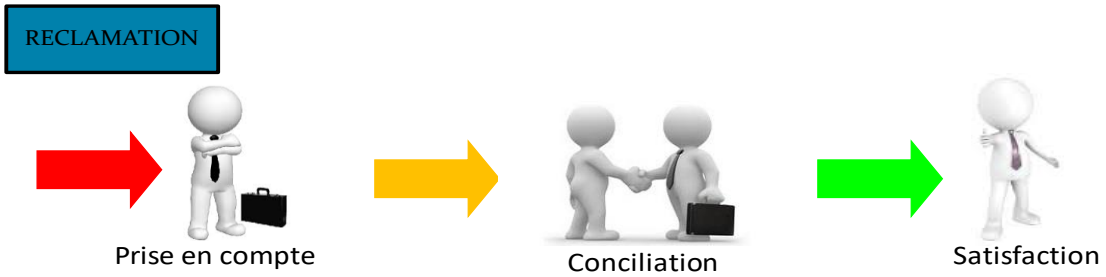


Figure 8 :Résolution des réclamations

2. Maitrise des travaux d'essai et/ou d'étalonnage non conforme :

Le laboratoire doit avoir une politique et des procédures qui doivent être mises en œuvre lorsqu'un aspect quelconque de ses travaux d'essai, ou le résultat de ces travaux, ne sont pas conformes à ses propres procédures ou aux exigences convenues du client.

Elle doit commencer par l'enquête sur les causes, se poursuivre par la définition et la mise en œuvre des dispositions à adopter et se conclure par la vérification des résultats obtenus.

Les actions correctives doivent être proportionnées à la gravité des problèmes et des risques correspondants.

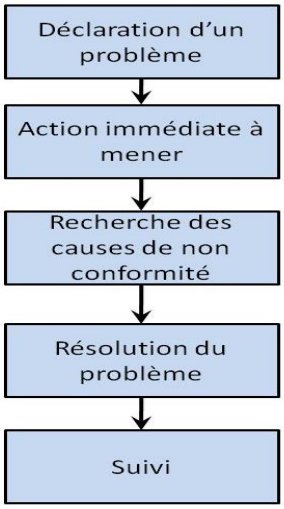


Figure 9 : Gestion des non-conformités

3. Amélioration :

Toutes les activités du laboratoire sont gérées dans un souci d'amélioration continue afin de répondre au mieux aux exigences clients et de rendre plus performant le système de management de la qualité.

4. Actions correctives :

Suite à la mise en évidence de non-conformités, dans les termes établis précédemment, outre le traitement immédiat de la non-conformité (réduction du dommage) le laboratoire doit également procéder à la mise en œuvre des action correctives nécessaires.

5. Actions à mettre en œuvre face aux risques et opportunités :

Le laboratoire doit tenir compte des risques et des opportunités liés aux activités de laboratoire afin de :

- Donner l'assurance que le système de management atteint les résultats escomptés.
- Accroître les opportunités permettant de réaliser la mission et d'atteindre les objectifs du Laboratoire.
- Prévenir ou réduire les effets indésirables et les défaillances potentielles des activité laboratoire et de s'améliorer.

Le laboratoire doit planifier les actions à mettre en œuvre face aux risques et opportunités et comment intégrer et mettre en œuvre ces actions au sein du système de management et évaluer l'efficacité de ces actions.

6. Audit interne :

Périodiquement et sur la base de programmes et de procédures préétablis, le laboratoire doit effectuer des audits internes afin de vérifier que ses opérations continuent de se conformer aux exigences du système de management.

Les audits doivent être effectués par un personnel formé et qualifié, qui ne soit pas directement impliqué dans les activités faisant l'objet de l'audit, si cela est compatible avec les ressources humaines à disposition du laboratoire.

Les secteurs d'activités inspectées, les résultats des audits et les actions correctives qui en résultent doivent être enregistrés.

7. Assurer la validité des résultats d'essai et d'étalonnage :

Le laboratoire doit disposer d'une procédure pour surveiller la validité des résultats. Les données résultantes doivent être enregistrées de sorte que les tendances soient détectables et, lorsque cela est faisable, des techniques statistiques doivent être appliquées à l'examen des résultats. Le laboratoire doit surveiller sa performance en la comparant avec les résultats d'autres laboratoires. Toute surveillance doit être planifiée et revue.

Si les résultats de l'analyse de données des activités de surveillance ne satisfont pas aux critères prédéfinis, une action appropriée doit être prise pour éviter que des résultats incorrects soient fournis.

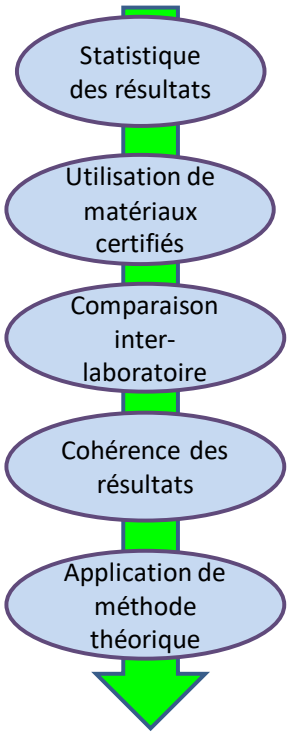


Figure 10 : Procédure d'assurance qualité des résultats

Travaux réalisés

Chapitre 4 : Étude de confirmation d'une méthode d'essai normalisée

L'objectif de l'étude de confirmation des méthodes d'essai normalisé est de vérifier l'applicabilité de la méthode et la fiabilité des résultats par :

- La qualification des personnels technique.
- Calcul de la justesse, répétabilité, reproductibilité.
- Réalisation des cartes de contrôle.
- Analyse des essais par le diagramme d'Ishikawa.

Partie 1 : Procédure de confirmation des méthodes d'essais :

I. Procédure de qualification du personnel technique :

1. Objet et domaine d'application :

La procédure décrit les dispositions adoptées par le CEMGI pour la qualification du personnel technique.

Elle s'applique au personnel réalisant des essais, des analyses ou des vérifications internes du matériel

2. Processus :

La qualification d'un opérateur porte sur un essai déterminé, un opérateur exécutant plusieurs essais devra faire l'objet d'un test pour chaque essai.

Les observations et les notations doivent être consignées par l'examinateur sur le support du test d'évaluation d'aptitude à pratiquer les essais.

Les différents points à examiner par l'examinateur sont :

- Objet, le domaine d'application de la méthode d'essais et le principe de la méthode.
- Préparation de l'échantillon
- Respect des conditions des essais
- Matériel utilisé et produits consommables (préparation, adéquation, vérification, maintenance…)
- Exécution de l'essai
- Expression des résultats,
- Interprétation des résultats,
- Carte de contrôle.

3. Critères de la qualification :

3.1 Essais croisés :

Des essais croisés sont réalisés pour qualifier le personnel technique nouvellement recru ou pour requalifier les opérateurs dont la date de qualification arrive à échéance.

L'exploitation des résultats des essais croisés est réalisée par les RLE, les critères d'acceptabilité sont indiqués au niveau du tableau ci-après.

3.2 Utilisation des matériaux de référence certifiés MRC :

Les MRC peuvent également être utilisés pour qualifier le personnel technique nouvellement recru ou pour requalifier les opérateurs dont la date de qualification arrive à échéance.

L'exploitation des résultats est réalisée par les RLE. Les critères d'acceptabilité sont indiqués au niveau du tableau ci-après :

Critères tirés de la norme NF ISO 5725-6

Type de comparaison	Différence critique	Valeurs à comparer
Deux groupes de résultats n_1 et n_2 obtenus par deux opérateurs dans un même laboratoire	$2.8\ Sr\sqrt{\frac{1}{2n_1}+\frac{1}{2n_2}}$	$\lvert y_1-y_2\rvert$
Comparaison avec une valeur de référence μ_0 pour un laboratoire ayant obtenu n résultats	$\frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{(2.8SR)^2-(2.8Sr)^2\left(\frac{n-1}{n}\right)}$	$\lvert y-\mu_0\rvert$

- **y** : moyenne des résultats obtenus par l'opérateur
- $\mathbf{S_r}$: Ecart-type de répétabilité
- $\mathbf{S_R}$: Ecart-type de Reproductibilité

Décision :

L'opérateur obtient une appréciation équivalente à bien **(B)** ou très bien **(TB)** si la valeur à comparer |Y-μ0| est strictement inférieure à la différence critique.

II. Validation ou confirmation d'une méthode :

La confirmation d'une méthode d'essai normalisée a pour objet de démontrer que :

- La méthode satisfait les exigences de la norme d'essai.
- La méthode telle qu'elle est appliquée avec les ressources du laboratoire, est exacte.
- La méthode est fidèle.
- La méthode est juste.

1. La Fidélité :

Étroitesse de l'accord entre les indications ou les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées.

Il est nécessaire de considérer la fidélité car les analyses exécutées sur des matériaux dans des conditions similaires ne donnent pas des résultats identiques. Ceci est attribué aux erreurs aléatoires inévitables, (on ne peut pas tout contrôler).

Cette variabilité doit être prise en compte et elle est généralement exprimée sous forme d'écart-type, de variance ou de coefficient de variation.

La fidélité est caractérisée par la reproductibilité et la répétabilité.

1.1 La Répétabilité :

La répétabilité est l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'analyse indépendants entre eux obtenus avec la méthode considérée sur un même échantillon, dans les mêmes laboratoires, avec le même opérateur utilisant le même matériel, dans un court intervalle de temps.

La valeur de répétabilité ''r'' est la valeur en dessous de laquelle on peut estimer que se situe la différence absolue entre deux résultats d'analyse unique, obtenus dans les conditions de répétabilité définies ci-dessus, et ce, avec une probabilité de 95%.

L'écart type de répétabilité ''Sr ''est l'écart type des résultats obtenus dans les conditions de la répétabilité, c'est un paramètre de la dispersion des résultats, obtenu dans les conditions de la répétabilité.

1.2.1 Procédure de calcul :

A. Choisir P niveaux de concentration (de même échantillon) répartis dans le domaine
B. Pour chaque niveau de concentration X_i
   - Réaliser n_i mesures indépendantes.
   - Calculer la moyenne de chaque concentration :

$$\overline{X} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Xi$$

   - Calculer la moyenne des moyennes de P_i concentration :

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\frac{1}{n} * \sum_{i=1}^{n} X_i}{P}$$

   - Calculer l'écart-type de Répétabilité Sr_i

$$Sr_i = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(X_i - \bar{X})^2}$$

   - Calculer la moyenne des écart-types de Répétabilité Sr

$$Sr = \frac{Sri}{P}$$

- Calculer La Variance de Répétabilité :

$$S_r^2 = \frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(X_i - \bar{X})^2$$

- Calculer la moyenne des variances de répétabilité

$$Sr^2 = \frac{Sri^2}{P}$$

- On déduit l'écart type de répétabilité à partir de la variance :

$$S_r = \sqrt{moyenne\ des\ variances}$$

- Ecart limite de répétabilité (r) :

$$El_r = 2\sqrt{2} * S_r = 2.8 * S_r$$

C. Vérifier la stabilité de la Répétabilité : Pour identifier les valeurs isolées ou aberrantes il est recommandé d'utiliser le test de Cochran.

1.2.2 Test de stabilité de la répétabilité - Test de Cochran :

Le test de Cochran est un test de statistique basé sur la comparaison et la variabilité de la variance. Il permet sur cet ensemble de variances d'identifier l'existence de variance aberrantes ou isolées à une valeur critique fixée.

On prélève un échantillon de taille (n) dans chacune des populations (p) que l'on veut tester. On détermine :

- La variance S^2 pour chaque échantillon : $\mathbf{s^2}$
- La plus grande des variances : $\mathbf{S^2max}$
- La somme des variances : $\mathbf{\Sigma\ S^2i}$
- Le rapport entre la plus grande des variances et la somme des variances :

$$C_{observé} = \frac{S^2max}{\sum S^2i}$$

→ Critère de décision :

On lit la valeur de C_{table} dans la table de Cochran pour un risque α choisi à 1% et pour n et p.

Si $C_{Observé}$ est plus petit ou égale à C table, alors on dit que la Répétabilité est stable sur tout le domaine. Sinon, la Répétabilité varie avec le niveau de concentration.

a) Si la statistique du test C Observé est inférieure ou égale à sa valeur critique à 5% l'individu testé est accepté comme étant correct.

b) Si la statistique du test C Observé est supérieure à sa valeur critique à 5%, et inférieure ou égale à sa valeur critique à 1%, l'individu testé est appelé valeur isolée et est signalé par un astérisque.

c) Si la statistique du test C Observé est supérieure à sa valeur critique à 1%, l'individu testé est appelé valeur statistique aberrante et est signalé par un double astérisque.

1.2 La Reproductibilité :

La reproductibilité est l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'analyse indépendants entre eux obtenus avec la méthode considérée sur un même échantillon, par plusieurs opérateurs ou à des intervalles de temps déférent au regard de la méthode. Pour réaliser ce plan, on effectue des mesures pendant 10 jours dans des conditions déférentes.

La valeur de reproductibilité ''R'' est la valeur en dessous de laquelle on peut estimer que se situe la différence absolue entre deux résultats d'analyse unique, obtenus dans les conditions de reproductibilité définies ci-dessus, et ce, avec une probabilité de 95%.

L'écart type de reproductibilité ''SR'' est l'écart type des résultats obtenus dans les conditions de la reproductibilité, c'est un paramètre de la dispersion des résultats, obtenu dans les conditions de la reproductibilité.

1.2.1 Procédure de calcul :

A. Choisir P niveaux de concentration (de même échantillon) répartis dans le domaine

B. Pour chaque niveau de concentration Xi

- Réaliser ni mesures indépendantes.
- Calculer la moyenne de chaque concentration :

$$\overline{X} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Xi$$

- Calculer la moyenne des moyennes de Pi concentration :

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\frac{1}{n} * \sum_{i=1}^{n} X_i}{P}$$

- Calculer l'écart-type de Répétabilité Sr_i :

$$Sr_i = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X})^2}$$

- Calculer la variance à l'intérieur du groupe (intra-groupe) de Répétabilité S_r^2 :

$$S_r^{\,2} = \frac{\sum_{i=1}^{P}(n_i - 1)\, S_{ri}^{\,2}}{\sum_{i=1}^{P}(n_i - 1)}$$

- Calculer la variance entre les niveaux (intergroupe) S_d^2 :

$$S_r^{\,2} = \frac{1}{P-1}\sum_{i=1}^{P} n_i(\bar{y}_i - \bar{\bar{y}})^2$$

- Calculer la variance de l'effet du facteur étudié S_L^2 :

$$S_L^{\,2} = \frac{S_d^{\,2} - S_r^{\,2}}{n}$$

- Calculer La variance de reproductibilité S_R^2 :

$$S_R^{\,2} = S_r^{\,2} + S_L^{\,2}$$

- On déduit l'écart type de reproductibilité à partir de la variance :

$$S_R = \sqrt{S_r^{\,2} + S_L^{\,2}}$$

- Ecart limite de Reproductibilité S_R :

$$R = 2\sqrt{2} * S_R = 2.8 * S_R$$

2. La justesse :

La justesse sera définie comme étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence. La détermination de la justesse d'une méthode de mesure est possible quand une valeur vraie est disponible pour la propriété mesurée. Dans certains domaines d'activités les méthodes de mesure ne disposent pas de valeur vraie d'où l'intérêt des essais inter-laboratoires. On obtiendra une valeur de référence acceptée pour la propriété mesurée.

La justesse peut être calculée en comparant la valeur de référence avec la moyenne des résultats donnés d'une méthode de mesure.

La justesse est normalement exprimée en termes de biais : moyenne de la méthode - valeur de référence.

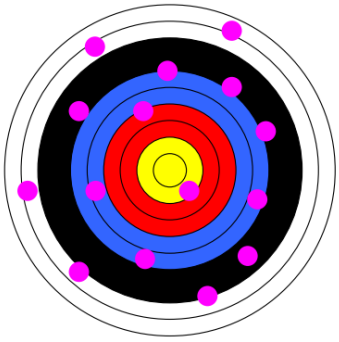


Figure 11 : la justesse d'une méthode de mesure /la dispersion des valeurs autour de la moyenne

2.1 Procédure de calcul :

Comme l'indique sa définition la justesse est mesurée en comparant le résultat obtenu avec la méthode en cours de validation et la valeur vraie de l'échantillon (matériaux de référence certifiés MRC).

Pour évaluer la justesse, il faut donc disposer de références. C'est au travers de cette caractéristique, que l'on assure la traçabilité aux unités du système international (SI). Les valeurs de référence acceptées peuvent provenir : d'un matériau de référence, d'une valeur fournie par une méthode de référence, d'une valeur provenant d'un essai inter-laboratoire (essai d'aptitude) et éventuellement de l'utilisation de la méthode des ajouts dosés. Bien évidement la « qualité » de la valeur de référence est primordiale.

La confirmation de la méthode d'analyse consiste à déterminer l'écart normalisé en analysant une matière de référence.

- **Moyenne :** C'est un résultat de la division de la somme de plusieurs valeurs par leur nombre

$$\overline{X} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Xi$$

- **Écart-type** : C'est une Quantité réelle positive, il mesure la dispersion autour de la moyenne.

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}\left(R_{1i} - \overline{R_i}\right)^2}$$

- **Écart de Justesse :**

$$\mathbf{S}_{\text{Justesse}} = |X - Xref|$$

- **Écart normalisé :**

  - Le principe du test statistique consiste à calculer un écart normalisé E_N
  - L'écart normalisé est défini comme suit :

$$EN = \left|\frac{X - Xref}{\sqrt{U(X)^2 + U(Xref)^2}}\right|$$

- X : la valeur mesurée
- X réf : la valeur vraie des matériaux de référence
- U(X) : l'incertitude de la méthode
- $U(X_{réf})$: l'incertitude des matériaux de référence

L'écart normalisé nous donne un renseignement sur la justesse de la méthode car celle-ci est juste si elle est inférieure à 2.

III. Carte de contrôle :

La carte de contrôle est un diagramme sur lequel on trace la suite chronologique des valeurs d'un paramètre que l'on veut maintenir le plus proche possible d'une valeur centrale (LC). Dans sa forme la plus simple elle comporte une ou deux limites de contrôle. Associées à ces limites on définit des règles. A chaque règle est associée une action corrective. C'est cette association du diagramme, des limites, des règles et des actions associées qui distingue la carte ce contrôle d'un simple diagramme temporel.

Les cartes de contrôle ne servent pas seulement à tracer des diagrammes elles sont utilisées pour détecter des variations pour pouvoir les corriger.

➢ Les cartes de contrôle aux mesures de Shewhart :

Le caractère étudié est une mesure (poids, concentration d'un composant chimique, cote, etc). L'objectif d'une carte de contrôle aux mesures est de détecter la présence de causes assignables de dérèglement du processus de production. Le fondement théorique de conception des cartes de contrôle est que le caractère numérique étudié est réparti dans la population, dans l'ensemble de la production, suivant une loi normale.

Première étape : le recueil d'une base de données :

Dans des conditions de reproductibilité, c'est à dire sur plusieurs jours différents ou bien par plusieurs opérateurs, on a analysé le même échantillon et on a collecté l'ensemble des résultats. Idéalement, il est nécessaire de collecter au moins une trentaine de résultats.

Deuxième étape : l'exploitation de ces résultats :

Pour cet ensemble de résultats, on a calculé :

- **La moyenne arithmétique :** c'est la moyenne des moyennes de la reproductibilité Intermédiaire

$$\overline{X} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} Xi$$

- **L'écart-type de reproductibilité :** L'écart-type caractérise la dispersion des résultats autour de la moyenne.

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \overline{x})^2}$$

Troisième étape : la définition des paramètres de la carte de contrôle :

On définit les différents éléments de la carte de contrôle afin de pouvoir la construire :

- **La cible :** La cible correspond à la moyenne arithmétique m
- **Les limites de contrôle :**

La limite de contrôle supérieure (LCS) : **m + 3*** l'écart-type de reproductibilité

La limite de contrôle inférieure (LCI) : **m – 3***l'écart-type de reproductibilité

C'est l'intervalle où les mesures varient avec un niveau de confiance de 99,8%. Lorsqu'un point est en dehors de ces limites, il est considéré comme "anormal", il faut mettre en œuvre une action corrective.

- **Les limites de surveillance :**

La limite de surveillance supérieure (LSS) : **m + 2***l'écart-type de reproductibilité

La limite de surveillance inférieure (LSI) : **m – 2***l'écart-type de reproductibilité

Entre ces deux limites, la variation des mesures est "normale" avec un niveau de confiance de 95%.

Quatrième étape : la construction graphique de la carte

Cette carte peut être construire sur un support papier ou informatique par Excel ou bien un logiciel.

IV. Diagramme de causes à effet – Ishikawa :

Le diagramme d'Ishikawa permet de représenter la relation qui existe entre un effet et toutes les causes d'un problème. Il est utile pour faire la liste des causes potentielles de variabilité ou pour faire la liste des facteurs X reliés à une variable de réponse Y dans la planification d'une expérience.

La construction de ce diagramme passe par plusieurs phases :

- Identification de l'effet considéré (défaut, non-qualité).
- Recensement de toutes les causes possibles.
- Regroupement par famille de causes (usuellement 5 à 6). Dans l'analyse d'un procédé, les causes fondamentales sont regroupées sous le vocable « 5M ».
- Machine : c'est tout investissement sujet à amortissement (machine, outillage, locaux, …)
- Main d'œuvre : c'est le personnel.
- Matière : c'est tout ce qui est consommable.
- Méthode : c'est tout ce qui est lié à la définition du processus de production.
- Milieu : c'est l'environnement (conditions de travail, ergonomie, sécurité, …).

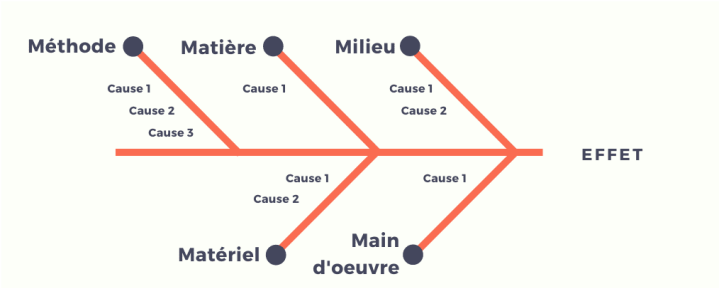


Figure 12 : Représentation graphique / Diagramme en forme de poisson de 5M

Partie 2 : les calculs associés à la confirmation des méthodes

I. Détermination de la teneur en sulfates dans les granulats :

1. Fiche d'exécution : Détermination de la teneur en sulfate par titrage gravimétrique dans le granulat :

a) Objet et principe :

Cette fiche décrit le mode opératoire à suivre pour le dosage quantitatif des ions sulfates par titrage gravimétrique. Les ions sulfates mise en solution par une attaque chlorhydrique d'échantillon sont précipites entre pH 1 et 1.5 par une solution de baryum, et pesage du précipité de sulfate de baryum ainsi formé. L'opération est réalisée à l'ébullition.

b) Réactifs :

- Eau distillée.
- Acide chlorhydrique concentré d = 1,18 à 1,19.
- Solution de nitrate d'argent $AgNO_3$ (0.1 N) préparer par dilution d'une solution prête à l'emploi.
- Acide chlorhydrique dilué (1+11) : (1 ml HCl concentré + 11 ml d'eau distillée).
- Indicateur rouge de méthyle (dissoudre 20mg de rouge de méthyle en poudre dans 50ml d'éthanol ; ajouter ensuite 50ml d'eau.
- Solution chlorure de baryum préparer par dilution de 100g de chlorure de baryum ($Bacl_2.2H_2O$) dans 1l d'eau, filtrer à travers un papier filtre de porosité moyenne avant l'usage.

c) Appareillage :

- Matériel courant de laboratoire (papier filtre, étuve, plaque chauffante, pipette, bécher…)
- Balance analytique de résolution de 0.1mg.
- Papier filtre de porosité moyenne.
- Plaque chauffante.
- Etuve (110 ± 5) °C.
- Four à moufle.
- Entonnoir.

d) Mode opératoire :

- Peser 2g à 0.1 mg de près (m_6) de l'échantillon finement broyé (0.125mm) et séché (110 ± 5)°C.
- Placer dans un bécher de 250 ml.
- Ajouter 90 ml d'eau froide.
- Ajouter acide chlorhydrique concentré avec agitation manuel.
- Chauffer la solution et écraser les particules solides à l'aide de l'extrémité aplatie d'un agitateur en verre.
- Laisser digérer la solution pendant 15min à une température jusqu'à l'ébullition.
- Filtrer le résidu sur un papier filtre de texture moyenne dans un bécher de 400 ml, puis rincer avec l'eau bouillante.
- Contrôler l'existence des ions de chlorure par nitrate d'argent.
- Acidifier par acide chlorhydrique (1+11) si nécessaire jusqu'à coloration rouge de l'indicateur rouge de méthyle.
- Porter à l'ébullition et maintenir 5min.
- Ajouter goutte à goutte 10 ml de solution de chlorure de baryum, chauffer jusqu'à ébullition.
- Filtrer et calciner le précipité de sulfate de baryum, puis calculer la masse de précipité (m_7).

e) Résultats :

La teneur en sulfate soluble dans l'acide du granulat, exprimée en SO_3, à partir de l'équation suivante :

$$\textbf{Teneur en sulfate (en \%)} = \frac{m_7}{m_6} * 34,30$$

Avec :

m_7 : La masse du précipité, en gramme.
m_6 : La masse de la prise, en gramme.

f) Entretien :

- Bien nettoyer la verrerie utilisée
- Rincer l'électrode de pH par l'eau distillée et Conserver dans une solution de conservation
- Maintenir l'étuve propre, ne pas laisser traîner des chiffons ou autres matériels à l'intérieur de l'étuve
- Nettoyage régulier de four pour éviter l'incinération et les mauvaises odeurs.

2. Qualification de personnel technique :

La qualification du personnel du laboratoire est la détention des connaissances, des capacités, des qualités, et des comportements nécessaires pour l'accomplissement complet et efficace des tâches dont il a été chargé. La compétence des personnels représente la richesse fondamentale et principale du laboratoire.

Les tableaux ci-dessous représentent les résultats de la qualification du personnel technique par la réalisation des essais répétitifs sur une matière de référence certifiée.

Qualification de l'opérateur 1 :

Critères tirés de la norme NF ISO 5725-6				
MRC (matériaux de référence certifiés)				
Réf, Ech	PE	Cr vide	Cr à 925°C	% SO3
MR 1	1,0034	24,3934	24,3947	0,044
MR 2	1,0022	23,8296	23,8313	0,058
MR 3	1,0001	24,6583	24,6601	0,062
MR 4	1,0011	24,1924	24,1945	0,072
MR 5	1,0013	24,4088	24,4117	0,099
MR 6	1,0006	23,4137	23,4152	0,051
MR 7	1,0017	24,0747	24,0765	0,062
MR 8	1,0016	24,3408	24,3434	0,089
MR 9	1,002	23,3861	23,3883	0,075
MR 10	1,0019	23,4024	23,4042	0,062
Moyenne = Y				0,067
Xréf = µ0				0,070
Lm				0,060
LM				0,080
σ réf				0,010
Ecart-type répétabilité (NM 10, 1,005)				0,07
Ecart-type reproductibilité (NM 10, 1,005)				0,08
Valeur à comparer |Y-µ0|				**0,003**
Différence critique				**0,088**

Tableau 1 : Résultats de qualification de l'opérateur 1

Interprétation :

D'après ces résultats, l'opérateur 1 obtient une appréciation à la réalisation des essais de détermination des ions chlorures dans le granulat car la valeur à comparer |Y-µ0| est strictement inférieure à la différence critique.

Qualification de l'opérateur 2 :

Cette qualification consiste à qualifier un opérateur par rapport à un opérateur technique qualifié.

Refech	PE	C.Vide	C.remplie	SO3%
BL	1	24,4104	24,4104	0,000
MR-1	1,0009	22,7729	22,7759	0,103
MR-2	1,0002	23,1543	23,1576	0,113
MR-3	1,0004	23,8335	23,8378	0,147
BL	1	23,134	23,1344	0,000
MR-1	1,0007	23,4223	23,4258	0,106
MR-2	1,0006	22,8546	22,8579	0,099
MR-3	1,0005	22,8214	22,8248	0,103

Tableau 2 : Résultats d'essais de qualification de l'opérateur 2

Qualification d'opérateur 2						
Opérateur	SO3 (%)	Moyenne	Y	|Y1-Y2|	|Y1-Y2|	Différence critique
opérateur 1-1	0,103	0,121	**Y1 = 0,121**	0,018	**Sr = 0,017**	**0,0275**
opérateur 1-2	0,113					
opérateur 1-3	0,147					
opérateur 2-1	0,106	0,103	**Y2 =0,103**		**|Y1-Y2| = 0,018**	
opérateur 2-2	0,099					
opérateur 2-3	0,103					

Tableau 3 : Exploitation des résultats d'essais de qualification de l'opérateur 2

Interprétation :

D'après ces résultats, l'opérateur 2 obtient une appréciation à la réalisation des essais de détermination des ions chlorures dans le granulat car la valeur à comparer |Y1-Y2| est strictement inférieure à la différence critique.

3. Calcul de la justesse de sulfates dans les granulats :

La confirmation de la méthode d'analyse consiste à déterminer l'écart normalisé en analysant un MR.

La justesse est mesurée par le calcul de l'écart normalisé de n répétition d'essais sur un matériau de référence certifié (MRC).

Ref, Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL	----	28,5598	28,5598	0,000
MR-1	2,0001	33,0046	33,152	2,528
MR-2	2,0000	32,3747	32,5176	2,451
MR-3	2,0000	17,4431	17,5909	2,535
MR-4	2,0001	22,0432	22,1887	2,495
MR-5	2,0001	29,3017	29,4439	2,439
MR-6	2,0001	24,2573	24,4036	2,509
MR-7	2,0001	21,8251	21,97	2,485
MR-8	2,0001	23,2096	23,3527	2,454
Moyenne = Y				2,487
Ecart-type				0,036

Xréf = μ_0	2,61
L_{inf}	2,38
L_{sup}	2,84
$\sigma_{réf}$	0,115
$\sigma_{réf}^2$	0,013225
Ecart normalisé	1,01994818

Tableau 4 : Résultats de la justesse de la méthode

Interprétation :

L'écart normalisé calculé étant inférieur à 2, alors la méthode est juste et l'erreur de justesse est considérée comme non significative.

4. Calcul de la répétabilité intermédiaire de sulfates dans les granulats :

Le calcul de la répétabilité est appliqué sur un même échantillon de P niveaux de concentration et n répétition, dans le même laboratoire, avec le même opérateur utilisant le même matériel, dans un court intervalle de temps.

Ref,Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL	2	23,1939	23,1939	0
2379/1MR-1	2,0001	24,9634	24,972	0,147
2379/1MR-2	2,0001	20,6645	20,6717	0,123
2379/1MR-3	2	21,4215	21,4281	0,113
2379/1MR-4	2	21,4215	21,4281	0,113
2379/2MR-1	2,0001	21,6819	21,6889	0,120
2379/2MR-2	2,0001	21,8118	21,8184	0,113
2379/2MR-3	2	25,202	25,2084	0,110
2379/2MR-4	2	25,4051	25,4145	0,161
2379/3MR-1	2	21,5551	21,5643	0,158
2379/3MR-2	2	22,2154	22,2216	0,106
2379/3MR-3	2,0001	32,3684	32,3748	0,110
2379/3MR-4	2,0001	21,4503	21,4543	0,069
2379/4MR-1	2,0001	23,4115	23,4173	0,099
2379/4MR-2	2	28,5503	28,5587	0,144
2379/4MR-3	2,0001	22,1519	22,1581	0,106
2379/4MR-4	2	21,7865	21,7981	0,199

Tableau 5 : Résultats de la répétabilité intermédiaire de la méthode.

	P	Teneur en sulfates			
		1	2	3	4
N	1	0,147	0,120	0,158	0,099
	2	0,123	0,113	0,106	0,144
	3	0,113	0,110	0,110	0,106
	4	0,113	0,161	0,069	0,199
	Moyenne	0,124	0,126	0,111	0,137
	Ecart type	0,01618	0,02383	0,03656	0,04559
	Variance	0,00026	0,00057	0,00134	0,00208
	Moyenne de moyenne	0,125			
	Moyenne d'écat-type	0,03054			
	Somme de variance	0,00424			
	Moyenne des variances	0,00106			
	Ecart type de répétabilité	0,033			
	Ecart limite de répétabilité (r)	0,091			

Tableau 6 : Exploitation des résultats de la répétabilité intermédiaire de la méthode.

Ecart de répétabilité
0,046

TEST DE COCHRAN n=4 et p=4	
C 5%	0,684
C 1%	0,781
$C_{calculé}$	0,490

Interprétation :

$C_{calculé}$< C1 % donc la répétabilité est stable sur tout le domaine

L'écart type de Répétabilité 0,033 <0,046 % l'écart de répétabilité de la norme, donc la méthode répétable.

5. Calcul de la reproductibilité intermédiaire de sulfates dans les granulats :

Le calcul de la reproductibilité est appliqué sur un même échantillon (MR) de n répétitions et de P niveaux (par plusieurs opérateurs) ou à des longs intervalles de temps.

Ref,Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL		22,6238	22,6239	0,000
MR-1	2	24,3832	24,3862	0,051
MR-2	2,0001	22,4208	22,4258	0,086
MR-3	2,0001	21,5496	21,553	0,058
MR-4	2,0001	20,3506	20,3538	0,055
MR-5	2,0001	24,2426	24,2446	0,034
MR-6	2	21,5373	21,5413	0,069
Ref,Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL		21,5386	21,5386	0,000
MR-1	2,0001	23,0935	23,0983	0,082
MR-2	2,0001	23,1566	23,1608	0,072
MR-3	2	21,503	21,5062	0,055
MR-4	2	20,5203	20,5241	0,065
MR-5	2,0001	24,385	24,3908	0,099
MR-6	2	20,1902	20,195	0,082
Ref,Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL		21,549	21,549	0,000
MR-1	2	30,4774	30,483	0,096
MR-2	2	24,241	24,247	0,103
MR-3	2	21,7833	21,7871	0,065
MR-4	2,0001	20,3503	20,3539	0,062
MR-5	2	32,3616	32,3678	0,106
MR-6	2	24,3807	24,3879	0,123
Ref,Ech	PE	Cr vide	Cr rempli	Sulfate (%SO3)
BL		21,549	21,5495	0,000
MR-1	2	22,2109	22,2177	0,117
MR-2	2,0001	23,4378	23,4445	0,115
MR-3	2	28,4414	28,4474	0,103
MR-4	2	18,2439	18,2503	0,110
MR-5	2	22,1463	22,1528	0,111
MR-6	2,0001	23,4061	23,4125	0,110

Tableau 7: Résultats de la reproductibilité intermédiaire de la méthode réalisés parplusieurs opérateurs.

	P	Teneur en sulfates			
		1	2	3	4
N	1	0,051	0,082	0,096	0,117
	2	0,086	0,072	0,103	0,115
	3	0,058	0,055	0,065	0,103
	4	0,055	0,065	0,062	0,110
	5	0,034	0,099	0,106	0,111
	6	0,069	0,082	0,123	0,110
	Moyenne	0,059	0,076	0,093	0,111
	Moyenne de moyenne	0,085			
	Ecart type	0,01727	0,01555	0,02435	0,00481
	Variance	0,00030	0,00024	0,00059	0,00002
	Répétabilté S_r^2	0,0003			
	Variance intergroupe S_d^2	0,0030			
	S_L^2	0,0004			
	Reproductibilité S_R^2	0,0007			
	Reproductibilité S_R	0,0272			
	Ecart limite de Reproductibilité S_R	0,0761			
	Reproductibilité SR relative (CV_{Ri})	32,1071			

Tableau 8: Exploitation des résultats de la reproductibilité intermédiaire de la méthoderéalisés par plusieurs opérateurs.

Ecart de reproductibilité
0,069

TEST DE COCHRAN n=6 et p=4	
C 5%	0,59
C 1%	0,676
$C_{calculé}$	0,513

Interprétation :

L'écart type de reproductibilité 0,0272 < 0,069 Ecart de reproductibilité de la norme, donc la méthode est reproductible.

$C_{calculé}$ < C1% ; C5% donc la répétabilité est stable

6. Carte de contrôle de sulfates dans les granulats (MR) :

La carte de contrôle est utilisée pour vérifier la justesse de la méthode et les contrôler la méthode d'essais de façon éclairée afin d'apporter des actions correctives, avant de produire des résultats hors tolérance.

Pour tracer la carte de contrôle on calcul les données suivantes :

- SR (Reproductibilité) = 0,0272

- MOY (c'est la moyenne des moyennes de la reproductibilité Intermédiaire) = 0,085
- Limite de surveillance supérieure LSS = 0,1394
- Limite de surveillance inférieur LSI = 0,0306

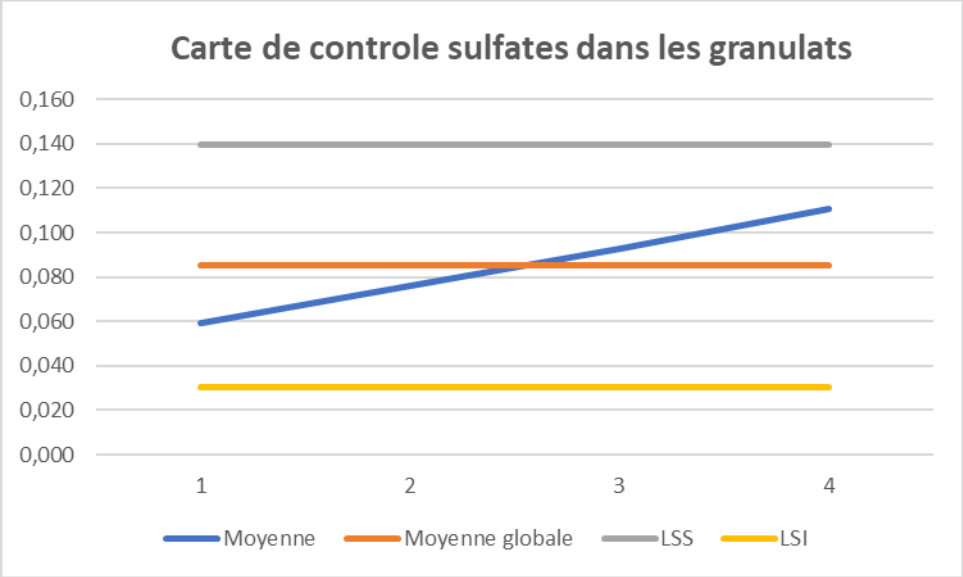


Figure 13 : Carte de contrôle de la teneur en sulfate

Interprétation :

Cette carte de contrôle assure la détection de la présence de causes assignables de dérèglement du processus de production et la vérification de la matière de référence.

Entre ces deux limites de surveillance, la variation des mesures est “normale” avec un niveau de confiance de 95%.

7. Analyse des essais de granulats par le diagramme de causes à effet Ishikawa :

On détermine les causes majeures influencées sur la qualité des résultats à travers un suivi continu concernant la méthodologie des essais à partir des 5 M.

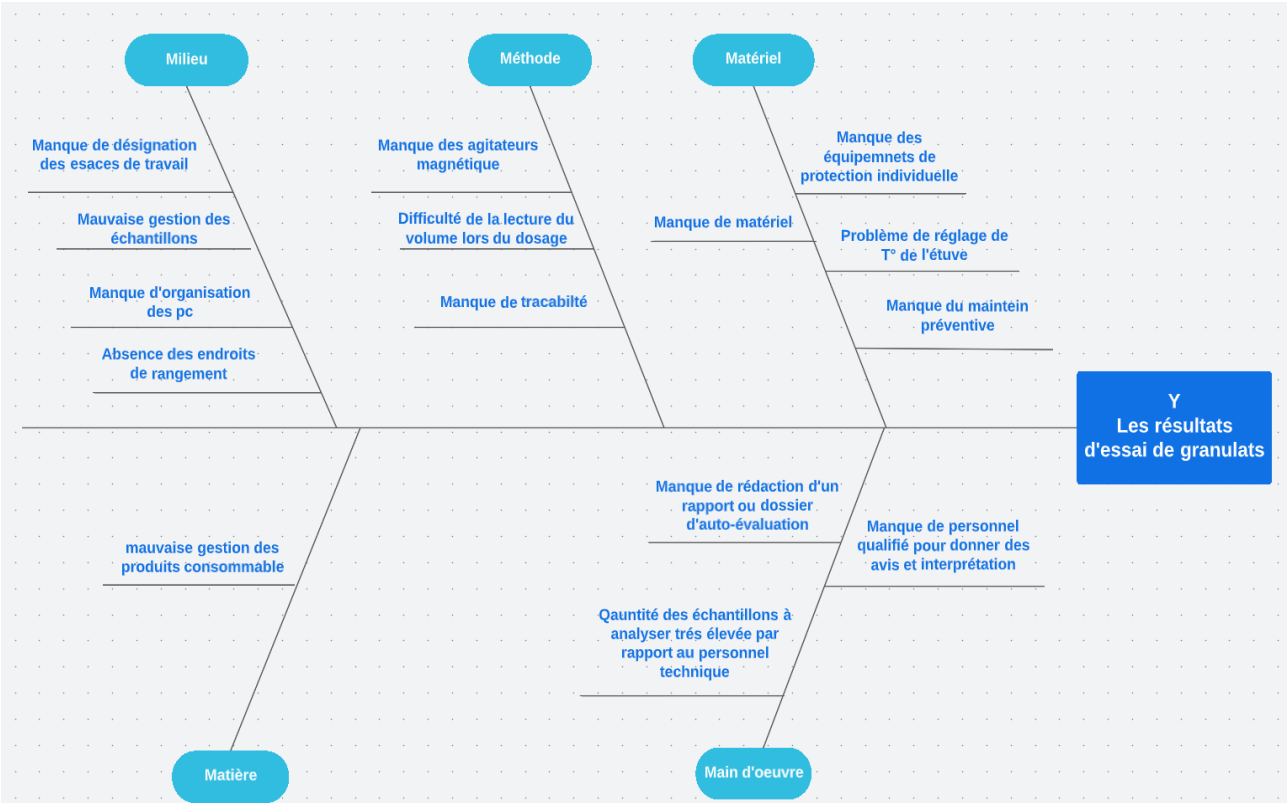


Figure 14 : Diagramme Ishikawa de l'identification des causes majeur influençant sur les résultats d'essais de granulats

Interprétation :

D'après le diagramme Ishikawa d'identification des causes majeur influençant sur les résultats d'essai de granulats, la majorité de ses problèmes sont causés par :

-Le matériel/ méthode : Cette famille de cause a une grande gravité, ce qui oblige de mettre en place un plan d'actions qui permet de mieux maitriser la méthode d'essai et éliminer ces risques, et il faut bien équiper les opérateurs soit au niveau de protection individuelle ou bien au niveau de matériels utilisé quotidiennement.

Chapitre 5 : Elaboration d'un questionnaire de diagnostique

I. Analyse de la situation initiale :

1. Diagnostic :

Pour réussir notre démarche qualité, une analyse du contexte stratégique du laboratoire était nécessaire.

Le diagnostic qualité consiste à évaluer la situation initiale et dresser un état des lieux selon les exigences de la norme ISO 17025 version 2017.

Cette phase va nous permettre de :

- Dresser un état des lieux permettant de représenter les pratiques restantes à mettre en place.
- Mesurer la conformité de ces dispositions et des différents documents existants par rapport à la norme ISO 17025.
- Définir les points forts d'appui et les freins potentiels à la démarche qualité.

2. Méthodologie :

A partir de la norme ISO/CEI 17025, il a fallu déterminer toutes les exigences et construire un fichier diagnostic sur Excel. L'approche choisie consiste à établir un questionnaire qui reprend toutes les exigences des différents paragraphes de la norme. Le questionnaire élaboré est constitué de plusieurs questions extraites en se référant aux exigences de la norme ISO 17025.

II. Résultats et interprétations :

En se basant sur les résultats d'audit interne et externe réalisés dans les 5 dernières années, et sur les réunions continues avec le correspondant qualité et l'auditeur interne du centre, nous avons pu chiffrer les pourcentages des écarts du laboratoire par rapport à la norme, et mettre en évidence les points forts, les points faibles et les points à améliorer par rapport aux exigences la norme ISO 17025.

1. Résultats par chapitre :

Le tableau suivant illustre les différents résultats trouvés :

Chapitres de la norme NF EN ISO IEC 17025 : 2017	%
4 EXIGENCES GENERALES	**67%**
4.1 Impartialité	*50%*
4.2 Confidentialité	*75%*
5 EXIGENCES STRUCTURELLES	**69%**
6 EXIGENCES RELATIVES AUX RESSOURCES	**81%**
6.2 Personnel	*92%*
6.3 Installations et conditions ambiantes	*75%*
6.4 Equipements	*75%*
6.5 Traçabilité métrologique	*75%*
6.6 Produits et services fournis par des prestataires externes	*83%*
7 EXIGENCES RELATIVES AUX PROCESSUS	**90%**
7.1 Revue des demandes, appels d'offres et contrats	*88%*
7.2 Sélection, vérification et validation des méthodes	*88%*
7.3 Echantillonnage	*100%*
7.4 Manutention des objets d'essai ou d'étalonnage	*100%*
7.5 Enregistrements techniques	*75%*
7.6 Évaluation de l'incertitude de mesure	*100%*
7.7 Assurer la validité des résultats	*90%*
7.8 Rapport sur les résultats	*83%*
7.9 Réclamations	*100%*
7.10 Travaux non conformes	*100%*
7.11 Maîtrise des données et gestion de l'information	*88%*
8 EXIGENCES RELATIVES AU SYSTEME DE MANAGEMENT	**92%**
8.2 Documentation du système de management	*75%*
8.3 Maîtrise de la documentation du système de management	*75%*
8.4 Maitrise des enregistrements	*100%*
8.5 Actions à mettre en œuvre face aux risques et opportunités	*100%*
8.6 Amélioration	*100%*
8.7 Actions correctives	*88%*
8.8 Audits internes	*100%*
8.9 Revues de direction	*100%*

Tableau 9: Présentation des résultats du diagnostic par chapitres

1.1 Présentation graphique des résultats par chapitres :

Les résultats graphiques sont donnés sous forme de graphe « radar » :

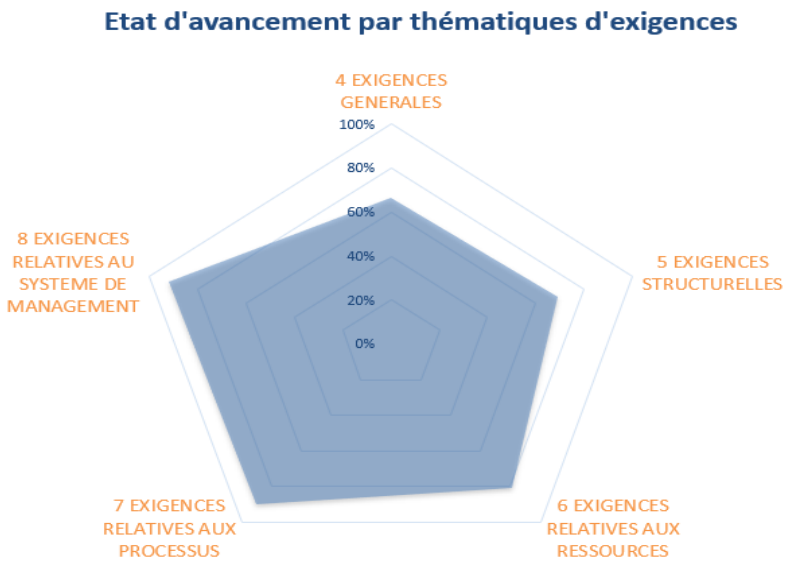


Figure 15 : Présentation Radar du résultat du diagnostic par chapitre

1.2 Interprétation des résultats :

D'après les résultats précédents, on remarque clairement une forte maîtrise de la démarche qualité dans le laboratoire. En effet, d'après les calculs, le taux de maitrise atteint les 92% des exigences relatives au management ; 90% concernant les exigences relatives au processus et 81% concernant les exigences relatives aux ressources.

2. Résultats par Processus :

2.1 Identification des processus :

La norme ISO 17025 a été analysée selon la méthodologie suivante :

- Classement des exigences du texte normatif par affinité sur un diagramme d'Ishikawa.
- Identification des processus de la norme.

2.2 Résultats des Processus :

Le tableau ci-dessous présente les différents résultats trouvés :

Synthèse globale des résultats de l'évaluation par processus		
Processus		**Taux de Maîtrise**
Pilotage	Responsabilité de la direction	99,17%
Organisation	Management des informations, des compétences, etc.	90,42%
Réalisation	Essais, mesures, étalonnages	93,75%
Qualité	Analyses de données, améliorations et audit	99,64%

Tableau 10 : Présentation des résultats du diagnostic par processus

2.3 Présentation graphique des résultats par processus :

Les résultats graphiques sont donnés sous forme de graphe « radar » :

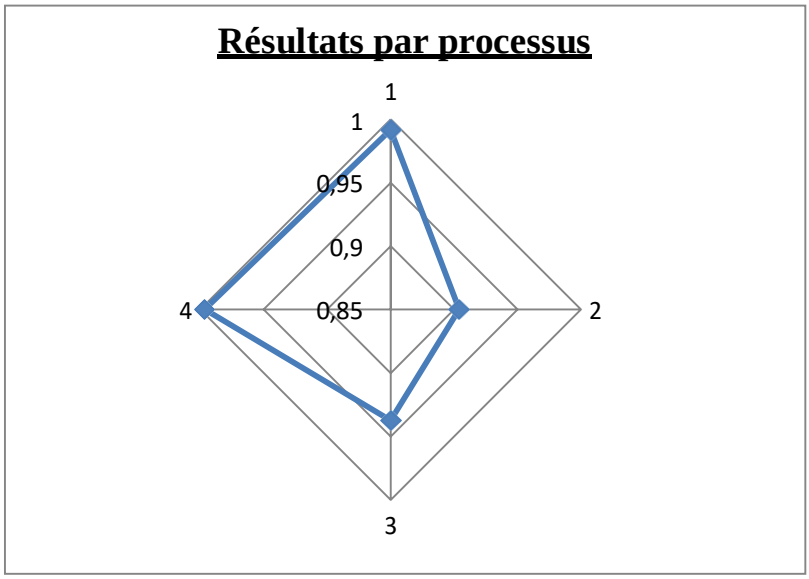


Figure 16 : Présentation Radar du résultat du diagnostic par processus

2.4 Interprétation des résultats :

Le calcul du diagnostic processus établi, montre que le taux de contrôle de chaque processus surveillé de la norme est au-delà de 90%. Cela décèle d'une manière claire que les processus sont bien maitrisés.

Conclusion

Les résultats obtenus du diagnostic révèlent de façon globale que le système de management de la qualité est bien maitrisé. En outre, les résultats de l'évaluation par processus proposent un champ d'amélioration pour le processus d'organisation et de réalisation, et les résultats du diagnostic par chapitres identifient les points forts, les points sensibles et les points à améliorer concernant les prescriptions relatives à la technique et au management.

On a donc préparé pour tous les chapitres de la norme une synthèse des points forts, des points faibles et des points à améliorer qui est présentée ci-après :

✓ Les points forts :

Il s'agit là de dispositions observées qui vont au-delà des exigences des référentiels internes et externes et qui conduisent l'entreprise vers l'excellence :

- Fort engagement de la direction générale dans la démarche d'amélioration continue.
- Très forte implication du management du laboratoire dans la démarche d'amélioration continue.

- Accroissements du niveau de satisfaction des clients appuyée par une écoute permanente des clients via des réunions régulières et des enquêtes de satisfaction.
- Peu de réclamations justifiées.
- Dynamique d'amélioration mise en œuvre de façon satisfaisante.
- Les actions d'amélioration efficaces.
- Bonne maitrise des enregistrements.

✓ Les points sensibles :

Il s'agit de dispositions conformes aux exigences internes ou externes mais qui tendent à dériver et donc à devenir non-conformes.

- Gestion des documents externes.
- Sensibilisation sur l'importance de la revue de contrat et enregistrement des conversations pertinentes avec le client pour le bon déroulement de la demande et registrer les données du client.
- Renforcer la qualification des personnels pour les essais non accrédités.
- Assurer des vérifications en continue et respecter le planning d'étalonnage.
- Adéquatement de l'étalonnage des équipements avec la plage d'utilisation.
- Respect des exigences normatives concernant les informations à transmettre aux clients (rapport d'essais).
- Qualification du laboratoire en ce qui concerne l'échantillonnage.

✓ Les points à améliorer :

Il s'agit d'observations « ni bonnes, ni mauvaises », ce sont en fait des recommandations qui permettent à l'entreprise de progresser, de s'inscrire dans la performance durable, dans l'excellence

- Evaluation des fournisseurs internes et externes des services du laboratoire.
- Planification des actions décidées suite à la revue de direction (Suivi des actions par un tableau de bord).
- Exploitation des cartes de contrôle et des certificats d'étalonnage.
- Neutralisation des solutions et traitement des rejets avant évacuation dans le réseau d'assainissement.

CONCLUSION

Ce présent document constitue le fruit de mon travail accompli au sein du laboratoire chimie des matériaux LPEE/CEMGI, dont l'objectif était la contribution à la mise en place de la norme ISO 17025 version 2017 et la confirmation des méthodes d'essais normalisées.

Dans cette perspective, j'ai entamé un Check List qui résume toutes les exigences relatives à la norme et étudie l'existence du laboratoire par rapport à la norme. Ce diagnostic a permis d'analyser la situation actuelle et dégager un certain nombre d'écarts, et identifier les points forts, les points sensibles et les points à améliorer qui donne un intervalle d'optimisation de la performance durable du laboratoire.

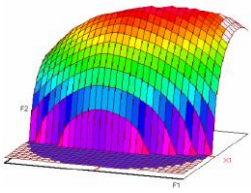
Pour la mise en œuvre des essais des analyses de granulats et pour qu'il soit applicable, j'ai évalué la confirmation des méthodes des essais, par une analyse statistique basée sur un certain nombre de critères vérifié tel que la fidélité, la justesse...etc

Au terme de ce travail, je peux conclure que la mise en place de la démarche qualité au sein du laboratoire révèle que le système de management est très bien maîtrisé et que les méthodes d'analyse sont validées afin de garantir la fiabilité et la traçabilité des résultats fournis.

En fin je peux confirmer que l'étude que j'ai effectuée durant cette période, était très intéressante. Elle était pour moi une opportunité de pratiquer et maîtriser les méthodes et les techniques d'analyses, d'enrichir et d'exploiter nos connaissances dans le domaine du management de la qualité.

Références bibliographiques

- La norme NF ISO/CEI 17025 V 2017.
- NF ISO 5725-2 Décembre 1994 : Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 2 : méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.
- NF ISO 5725-6 NF ISO 5725-6 Décembre 1994 : Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 6 : utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude.
- FDQ/150/1 : Procédure Générale de la qualification des personnels.
- https://www.iso.org/fr/standard/66912.
- NF EN 1744-1 Septembre 1998 : Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats - Partie 1 : analyse chimique.
- http://www.demarcheiso17025.com.



Master ST CAC Ageq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom : OUAHID Oumaima

Année Universitaire : 2021/2022

Titre : Contribution à la mise en place de la norme ISO 17025 version 2017 au sein de laboratoire chimie des matériaux LPEE/CEMGI.

Résumé

Ce travail au sein de la LPEE a été effectué comme suit :

Dans la première partie de ce rapport on donne une présentation générale du laboratoire public d'essais et d'Etude ainsi qu'une présentation du CEMGI.

La deuxième partie présente des généralités de la norme iso 17025 version 2017. Son importance à assurer la conformité des résultats du laboratoire et renforcer la satisfaction clientèle

La troisième partie qui est une étude de la mise en place de la norme iso 17025 qui a été fait par processus.

La quatrième partie est une étude de la confirmation d'une méthode normalisé afin de vérifier l'applicabilité de la méthode et la fiabilité des résultats, en se basant sur un protocole reconnu :

- La qualification des personnels technique.
- Calcul de la justesse, répétabilité, reproductibilité.
- Réalisation des cartes de contrôle.
- Analyse des essais par le diagramme d'Ishikawa.

La dernière est le diagnostic de l'état existant du laboratoire.

Mots clés : ISO 17025, Justesse, Approche processus, Confirmation, Essais croisés,