



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie

Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Analyse descriptive de la démarche qualité et validation
d'une méthode d'analyse dans un laboratoire**

Présenté par :

◆ **CHAHBI Asmae**

Encadré par :

◆ Dr BERRADA Sanae	LRDHM
◆ Mr. EL OUALTI Abdelaziz	LRDHM
◆ Dr EL OUALI ALAMI Abdelhakim	LRDH M
◆ Pr MOUGHAMIR Khadija	FST

Soutenu Le 14 Juin 2012 devant le jury composé de:

- Dr BERRADA Sanae	LRDHM
- Dr EL OUALI ALAMI Abdelhakim	LRDHM
- Pr MOUGHAMIR Khadija	FST
- Pr KANDRI RODI Adiba	FST
- Pr MELIANI Abedslam	FST

**Stage effectué au Laboratoire Régionale de Diagnostic et d'épidémiologie et
d'Hygiène de Milieu de Fès**

Année Universitaire 2011 / 2012



DRS

Sommaire

Dédicaces	i
Remerciements	ii
Liste des abréviations	v
Illustrations des tableaux et figures	vi
Résumé	xi
Présentation du LRDEHM	xii
Aperçu général sur l'unité de toxicologie	xiv
Introduction générale	1
Revue bibliographique	3
I- Instauration de la démarche qualité	4
1- Notion de qualité.....	4
1-1 Définition de la qualité.....	4
1- 2 Historique de la qualité.....	4
1-3 Les concepts de la qualité.....	5
1-4 Les principaux outils de la qualité.....	6
2- L'assurance qualité.....	6
2-1 Définition.....	6
2-2 Historique	7
2-3 Objectif.....	7
2-4 Démarche d'assurance qualité.....	7
II. Normes	9
1- Définition.....	9
2- Catégories des normes.....	9
3- Elaboration des normes.....	9
4- Exemples de normes.....	9
5- Présentation de la norme ISO/CEI 17025.....	9
5-1 Exigences relatives au management.....	9
5-2 Exigences technique de la norme.....	10
III-Certification et accréditation	10
A- Certification.....	10
B- L'accréditation.....	10
1- Evaluation et objectif	10
2- Demande d'accréditation.....	11
3- Examen de recevabilité.....	11
4- Audit d'accréditation.....11
5- Décision d'accréditation.....	11



6-		Su
	ivi de l'accréditation.....	11
IV-	Validation d'une méthode analytique.....	12
1-	Définition.....	12
2-	Protocole de la validation.....	12
2-1	Spécificité.....	12
2-2	Linéarité.....	12
2-3	Fidélité.....	13
2-4	Justesse.....	13
2-5	Précision.....	13
2-6	Limite de détection.....	13
2-7	Limite de quantification.....	14
3-	Carte de contrôle.....	14
Matériels et méthodes.....		16
1-	Lieu d'étude.....	17
2-	Type et période d'étude.....	17
3-	Méthodes et matériels.....	17
A-		Anal
	yse des descriptives de la démarche qualité.....	17
A-1	Matériels.....	17
A-2	Méthodes.....	17
B-	Validation de la méthode de mesure du pH	17
B-1	Matériels.....	17
B-2	Réactifs.....	18
B-2	Méthode.....	18
4-	Outil d'analyse.....	19
Résultats et discussion.....		20
A-	Analyse descriptive de la démarche qualité.....	21
1-	Documents qualifiés.....	21
2-	Procédures et modes opératoires techniques.....	21
3-	Classeurs réactifs et solutions.....	22
4-	Dossier verrerie.....	23
5-	Equipements.....	23
B-	Validation d'une méthode analytique de mesure du pH.....	23
1-	Linéarité.....	24
2-	Sensibilité.....	25
3-	Fidélité.....	25
2-1-	Répétabilité.....	25



DRS

2-2- Réplicabilité et reproductibilité interne.....	26
4- Incertitude de mesure.....	26
5- Justesse.....	27
6- Précision.....	28
7- Carte de contrôle.....	29
Conclusion et perspective.....	31
Annexes.....	33
Références bibliographique.....	42



Introduction générale



Le contrôle de l'innocuité et de la qualité des denrées alimentaires (aliments, eaux) fait partie intégrante des programmes nationaux de développement. Les systèmes nationaux de contrôles de ces denrées visent à protéger la santé et le bien-être des consommateurs, à faciliter le commerce des produits alimentaires, à protéger les intérêts des producteurs, à prévenir les risques d'ordre chimique et biologique découlant de la contamination, du frelatage ou d'une mauvaise manutention des aliments, et au maintien de la qualité de vie. Cependant, aucun système national de contrôle de ces denrées ne saurait se passer d'un service de laboratoire doté de compétences en matière d'analyse chimique et microbiologique [1].

Pour se faire, le laboratoire doit instaurer une démarche qualité qui lui permet de garantir la fiabilité et la qualité de ses essais, garder la confiance et satisfaire les exigences des clients [2].

Le Laboratoire Régional de Diagnostic Epidémiologique et D'hygiène du Milieu de la ville de Fès, est un laboratoire étatique qui fait partie du Ministère de la santé. Il couvre les besoins en contrôle bactériologique de l'eau et des aliments ainsi que le diagnostic du paludisme, de la leishmaniose cutanée, de la bilharziose et l'identification des moustiques vecteurs de maladies des circonscriptions sanitaires de la préfecture de Fès, des provinces de My Yacoub, de Sefrou et de Boulemane, le contrôle sanitaire aux frontières, les Bureaux Communaux d'Hygiène, les services d'hygiène des hôpitaux Al Ghassani et Ibn El khateb et du CHU Hassan II.

Conscient du rôle important joué par ce laboratoire et ayant pour objectifs : l'amélioration de sa qualité, la satisfaction de ses clients et l'obtention de l'accréditation nationale selon la norme 17025, il a instauré une démarche qualité depuis l'année 2003.

Le laboratoire a aussi imposé l'application des procédures et des spécifications afin de pouvoir maintenir et organiser des activités analytiques de haute qualité.

Au laboratoire, la validation des méthodes et le contrôle qualité sont exigées par la norme NM 17025. Ils permettent de prouver la compétence du personnel et d'assurer la qualité des résultats de ses essais.

Dans le cadre de notre projet de fin d'études et afin de profiter de l'expérience acquise par ce laboratoire, nous avons réalisé une étude intitulée :

« Analyse descriptive de la démarche qualité et validation de la mesure du pH à l'unité de toxicologie du LRDEHM »

Les objectifs de notre étude étaient :

- L'analyse descriptive de la démarche qualité instaurée par le laboratoire à l'unité de toxicologie,
- La validation d'une méthode analytique : la mesure du pH



Revue bibliographique



I- Instauration de la démarche qualité

La conduite d'une démarche qualité dans tout établissement privé ou étatique (laboratoire, entreprise,..) est indispensable pour lui permettre de garantir la qualité des essais, des analyses qu'il réalise et de satisfaire les exigences de ses clients [2].

1- Notion de qualité

1-1- Définition

La qualité est définie comme étant l'aptitude d'un ensemble de propriétés et de caractéristiques intrinsèques à satisfaire les exigences (besoins exprimés et implicites) [3].

Dans la pratique, la qualité se décline sous deux formes :

- La qualité externe, correspondant à la satisfaction des clients. Il s'agit de fournir un produit ou des services conformes aux attentes des clients afin de les fidéliser et ainsi d'améliorer sa part de marché.
- La qualité interne, correspondant à l'amélioration du fonctionnement interne de l'entreprise. L'objet de la qualité interne est de mettre en œuvre des moyens permettant de décrire au mieux l'organisation, de repérer et de limiter les dysfonctionnements [4].

1-2- Historique

L'histoire de la qualité a commencé il y a plus de quarante siècles dans le royaume de Babylone (1792-1750 avant J.-C.).

- Walter A. Shewart (1891-1968) fut nommé à la direction technique des Bells Labs à New York en 1925, en charge d'étudier des méthodes pour améliorer la qualité et la productivité. Il y perfectionnera sa théorie de la carte de contrôle. Il publie en 1931 le résultat de ses travaux qui permet une approche scientifique de la qualité.
- Dans une entreprise célèbre, la Bell Téléphone, aux Etats-Unis d'Amérique, est créé en 1924 un service qualité sous la férule de W. Shewart.
- En 1926, l'Association française de normalisation (AFNOR) fut créée, ainsi que la Fédération internationale des associations nationales de normalisation (ISA), ancêtre de l'ISO (International Organisation for Standardization) qui entrera en fonction le 23 février 1947.
- Entre 1939 et 1945, la seconde Guerre mondiale et l'effort de guerre des industries Américaines d'armement ont participé à l'évolution du contrôle en maîtrise de la qualité par le développement des abaques statistiques appelés Military Standards, encore utilisés de nos jours par les industries.
- En 1947, Deming a été envoyé à Tokyo comme conseiller de l'état-major, pour appliquer ses techniques d'échantillonnage.
- En juillet 1950, il a organisé une conférence historique devant les 24 dirigeants du Keidanren (fédération patronale japonaise), qui s'intéressent à ses théories sur le management. Aussitôt, l'industrie japonaise a adopté les théories de Deming.



DRS

- Par la suite, Deming avait démontré que l'obtention de la qualité est dépendante de l'implication de tous les acteurs de l'entreprise : les clients, les fournisseurs, les actionnaires et qu'elle repose sur la maîtrise des processus basés sur un cycle dynamique :
 - Planifier, préparer, définir (plan),
 - Faire, mettre en œuvre (do),
 - Vérifier, analyser, contrôler, évaluer (check),
 - Agir, améliorer, décider (act). (Voir Figure 1).
- Dans le cadre des programmes spatiaux Apollo en 1961, Philip B. Crosby développe le concept du « zéro défaut » en mettant l'accent sur la place de l'homme (motivation et comportements) dans l'obtention de la qualité.
- En 1979, l'ISO lance une étude de normes internationales d'assurance de la qualité.
- Les normes de la série ISO 9000 naissent en 1987. Elles seront révisées une première fois en 1994, et une deuxième fois en décembre 2000 [5, 6].

La qualité a donc traversé des siècles et a évolué à travers les âges pour être aujourd'hui un mode de management des entreprises incontournable et performant. Ses démarches méthodologiques ont évolué du simple contrôle de la qualité au management de l'entreprise par la qualité.

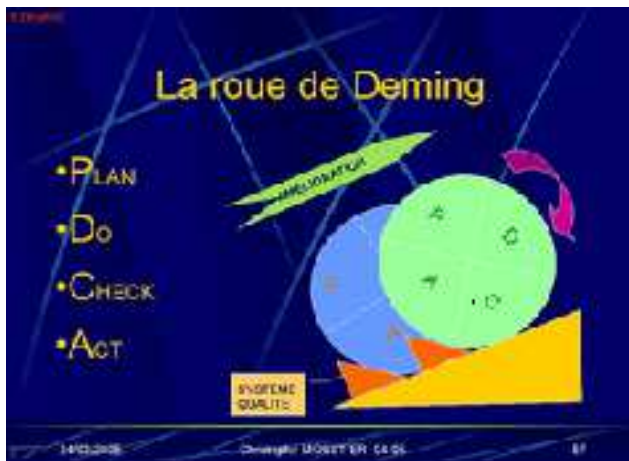


Figure 1 : Roue de Deming [6]

1-3- Concepts de la qualité

Si la qualité est une notion ancienne, son concept a apparu plus récemment avec le développement de la production industrielle de masse au cours des années vingt. C'est la période du taylorisme, définie comme une organisation scientifique du travail fondée sur la segmentation des tâches de production en opérations simplifiées à l'extrême.

Les concepts de qualité ont évolué en effet d'un système correctif, qualité constatée (contrôle de la qualité), vers un système préventif, qualité maîtrisée (management de la qualité).

Ces concepts consistent à :



- Satisfaire et fidéliser les clients,
- Donner une image positive de l'entreprise,
- Augmenter la compétitivité de l'entreprise: meilleure qualité au moindre coût,
- Faire face à une concurrence féroce et un marché ouvert à l'international,
- Mobiliser et motiver le personnel,
- Pérenniser le savoir faire,
- Etre un outil de l'amélioration continue [5, 6].

1-4- Principaux outils de la qualité

Les principaux outils de la qualité sont :

a- Le manuel qualité

Le manuel qualité est un document qui décrit les dispositions générales du laboratoire ou de l'entreprise pour obtenir la qualité de ses produits. C'est la référence interne du laboratoire pour obtenir la qualité, c'est aussi un outil de communication (externe) vis à vis des clients, des fournisseurs et de l'administration.

Il doit contenir les chapitres correspondant aux exigences de la norme à laquelle l'entreprise ou le laboratoire doit satisfaire pour obtenir le certificat [7].

b- La Procédure

Une procédure est un document qualité décrivant de manière générale, par étapes, la façon dont une activité impliquant plusieurs personnes ou services est réalisée. Cette activité peut comporter plusieurs tâches. Cette règle écrite d'organisation peut faire appel à d'autres procédures ou à des modes opératoires.

La procédure peut décrire en détail les matières à traiter, les méthodes utilisées, les paramètres à respecter, les limites de tolérances, les mesures correctives, les valeurs cibles admissibles, la nature et le rythme des contrôles et prélèvement, le nom des responsables.

Elle doit être vérifiée par les acteurs eux-mêmes, mise à jour si besoin, et seulement la dernière version qui est conservée et distribuée alors que les autres sont archivées et détruites s'il le faut.

Chaque section sera enregistrée avec le nom du responsable, la date et l'heure, et contresignée avec une fréquence prévu par le responsable de l'assurance qualité (AQ). Tous les documents seront archivés pendant une durée prévue à l'avance, suffisante pour permettre le contrôle lors des audits qualités (internes et externes) [7].

c- Audit qualité

L'audit qualité est un processus systématique, indépendant et documenté en vue d'obtenir des preuves d'audit et de les évaluer de manière objective pour déterminer dans quelle mesure les critères d'audit sont satisfaits.

C'est une analyse systématique de certaines (ou de toutes) parties du système de gestion de la qualité pour vérifier leur conformité aux exigences.

L'audit peut être :



DRS

- Interne : réalisé par un cadre qualifié interne à la structure auditée.
- Externe : réalisé par un par un cadre qualifié externe à la structure auditée [7].

2- L'assurance qualité

2-1- Définition

L'assurance qualité est un ensemble d'actions préétablies et systématiques nécessaires pour qu'un produit ou un service satisfasse aux exigences de qualité.

Selon la norme ISO 8402, l'assurance qualité est l'ensemble des actions préétablies et systématiques nécessaires à donner la confiance appropriée pour satisfaire les exigences [4].

Elle consiste à imaginer et mettre en œuvre tous les moyens d'atteindre une haute probabilité pour que le produit soit conforme aux exigences initiales, ou mieux encore, apte à l'utilisation ou à la fonction prévue [8].

2-2- Historique

- En 1975 : l'AQ est mise en place pour la première fois.
- 1975-1980 : Des attentes en matière d'organisation qualité ont été ressenties.
- En 1980 : la notion de système qualité est apparue avec une forte demande de mise en place d'organisation qualité de la part des clients [8].

2-3- Objectifs

En se basant sur le principe suivant : décrire ce qui doit être fait, appliquer ce qui est écrit et le prouver, corriger les erreurs (audit, contrôle,...), les principaux objectifs de l'assurance qualité sont :

- La réalisation d'un travail axé sur les besoins et attentes des clients en cherchant à les connaître, en les respectant, en les écoutant, en demandant leur opinion et en les incluant dans le processus de décision sur les options de leur prise en charge.
- La bonne connaissance de tous les processus et systèmes car l'amélioration de la qualité demande une compréhension des processus de travail et du changement qui se produisent au sein du système.
- L'utilisation des données pour la prise de décision.
- L'encouragement et le travail en équipe favorisant ainsi la prise de décision en commun pour une compréhension plus complète du processus, le soutien moral et l'énergie pour résoudre le problème, la réduction des complexités concernant les différences hiérarchiques la réduction de temps d'attente pour le client.
- La satisfaction des besoins exprimés ou implicites en respectant les exigences suivantes :
 - La conformité technique,
 - La disponibilité et le délai,
 - Le prix,
 - Les prestations complémentaires [9].

2-4- Démarche d'assurance qualité



Si la qualité doit s'étendre à tout le laboratoire, la démarche qualité se base sur le principe de l'amélioration continue (roue de Deming). Elle doit être capable de construire et de gérer son système qualité, de posséder des documents et des preuves, de maîtriser l'organisation de toutes les tâches conduisant à la qualité et de couvrir notamment les temps pré-analytiques, analytiques et post-analytiques [6].

La démarche de l'assurance qualité repose sur les étapes montrées dans la figure ci-dessous

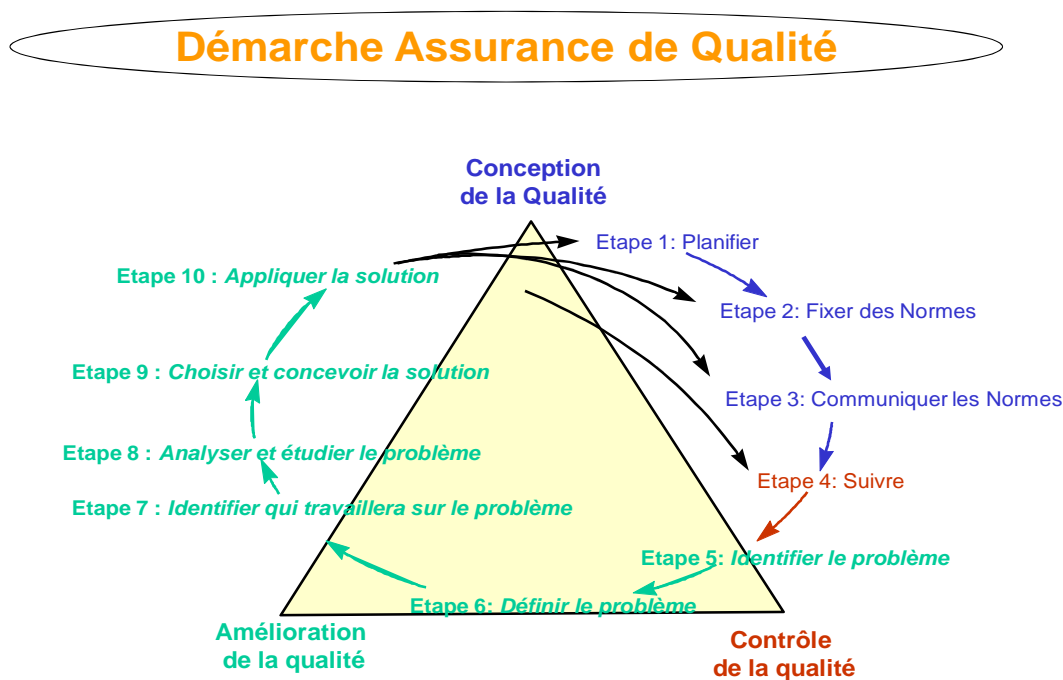


Figure 2 : Démarche d'assurance qualité [6]

Pour une bonne démarche qualité au laboratoire, il faut:

- Impliquer, sensibiliser le personnel à la qualité.
- Inscrire la formation continue du personnel au requis obligatoire des compétences.
- Définir les responsabilités de chacun au sein du laboratoire.
- Nommer un responsable qualité.
- Inciter le personnel à adopter la traçabilité dans son travail.
- Établir un système de documentation avec une mise à jour régulière.
- S'assurer que les locaux du laboratoire sont aménagés et entretenus.
- Disposer d'équipements et de matériels adéquats aux essais réalisés.
- S'assurer que les équipements sont entretenus et vérifiés.
- Disposer de consommables et de produits de bonne qualité
- Vérifier la conformité des échantillons reçus



DRS

- Appliquer la mise en œuvre effective et correcte de ce qui est décrit dans le système de documents.
- Réaliser les analyses selon des méthodes validées.
- Réaliser des contrôles internes et externes.
- Instaurer des actions correctives devant tout dysfonctionnement.
- Réaliser l'archivage des documents réglementaires, technique et relatifs à la qualité.
- Assurer l'information à l'intérieur et à l'extérieur du laboratoire [6].

II- Normes

1- Définition

Les normes sont des documents écrits qui définissent les dispositions ou règles à respecter dans l'organisation des services afin d'assurer une couverture satisfaisante du groupe cible et une qualité désirée de prestations qui lui sont offertes [10].

2- Catégories des normes

- Normes de performance,
- Spécification,
- Directives de pratiques cliniques,
- Procédures administratives et de gestion [10].

3- Elaboration des normes

La norme est élaborée par un organisme reconnu, AFNOR ou ISO après discussion et accord de toutes les parties AFNOR, Association française de Normalisation ISO, International Organisation for Standardisation [10].

4- Exemple de normes

- Norme ISO 14000 : norme environnement, c'est une norme élaborée pour améliorer les performances de l'entreprise par rapport à l'eau, l'air, les déchets, les bruits, les odeurs. D'où prévention des pollutions, et économies d'intrants (eau, matériaux, énergie)

- Norme ISO 22000 : norme de sécurité des aliments, pour l'industrie agro-alimentaire.
- Norme ISO 9001 : normes Internationales relatives au management de la qualité sont une famille appelée "ISO 9000"

La norme ISO 9001 version 2000 est une norme qui décrit notamment les exigences de la norme, le manuel qualité, le plan qualité, les actions correctives, les méthodes d'inscription, les audits qualité [7].

- Norme ISO/CEI 17025 : norme des exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais.

5- Présentation de la norme ISO/CEI 17025



DRS

La norme ISO/CEI 17025 traite l'ensemble des exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais, elle a été produite sur la base de l'expérience acquise dans la mise en œuvre du guide ISO/CEI 25 et de la norme en 45001. Elle contient toutes les exigences que doivent satisfaire les laboratoires d'essais et d'étalonnage qui souhaitent apporter la preuve de gérer un système qualité, d'avoir des compétences techniques et être capable de produire des résultats fiables [11].

5-1- Exigences relatives au management

Elles comprennent :

- L'organisation du laboratoire,
- Le système de management,
- La maîtrise de la documentation,
- La revue des demandes, des appels d'offres et de contrats,
- La sous-traitance des essais et des étalonnages,
- Les achats de services et de fournitures,
- Les services au client,
- Le traitement des réclamations,
- La maîtrise des travaux d'essai non-conformes,
- L'amélioration continue,
- Les actions correctives,
- Les actions préventives,
- La maîtrise des enregistrements,
- Les audits internes,
- La revue de direction [12].

5-2- Exigences techniques de la norme

De nombreux facteurs déterminent l'exactitude et la fiabilité des essais et/ou des étalonnages effectués par un laboratoire. Ces facteurs peuvent concerner :

- Le personnel,
- Le contrôle des conditions ambiantes,
- Les méthodes d'essais et d'étalonnage et validation des méthodes
- L'équipement,
- La traçabilité du mesurage,
- L'échantillonnage,
- La manutention des objets d'essai et d'étalonnage
- La qualité des résultats d'essai et d'étalonnage,
- L'apport sur les résultats [12].

III- Certification et accréditation

A- Certification



La certification par un organisme de certification consiste en l'établissement formel, après vérification, d'une affirmation qu'un produit, un processus, un système ou une personne, satisfait aux exigences d'une norme [13].

B- Accréditation

L'accréditation repose sur le principe de volontariat. Elle est ouverte à tous les organismes qui en font la demande, et qui respectant les critères techniques fixé par l'organisme accréditeur [14]. Le laboratoire doit considérer la présente Norme Internationale comme un modèle de fonctionnement lui permettant d'atteindre logiquement le niveau de qualité nécessaire pour satisfaire sa clientèle, plutôt que comme une liste de règles sur le respect desquelles il doit se justifier auprès d'un auditeur [9].

1- Evaluation et objectif

L'accréditation s'appuie sur l'évaluation de la compétence du personnel, de l'adéquation des équipements de l'organisme et des conditions d'environnement, et des méthodes d'essai et d'inspection utilisées.

L'organisme accréditeur évalue la compétence revendiquée par le laboratoire sur un champ technique matérialisé par une portée d'accréditation [15]. Cette évaluation a pour objectif de répondre aux deux questions suivantes :

- Le laboratoire a-t-il toutes les compétences techniques pour réaliser d'une manière satisfaisante pour ses clients les prestations compatibles avec sa portée d'accréditation ?
- Les pratiques en matière d'assurance de la qualité et d'organisation sont-elles de nature à inspirer la confiance dans la capacité du laboratoire à assurer la pérennité des compétences évaluées dans la première question ?

2- Demande d'accréditation

Le laboratoire, désirant être accrédité, adresse une demande définissant clairement sa portée d'accréditation, accompagnée de son manuel qualité, à l'organisme accréditeur. La demande est établie selon le modèle de demande d'accréditation. S'il est jugé opportun pour la suite, l'organisme accréditeur peut envoyer un questionnaire d'évaluation préalable au demandeur à remplir et lui retourner [15].

3- Examen de recevabilité

Le laboratoire adresse le dossier de candidature dûment rempli à l'organisme accréditeur. Celui-ci procède à une étude de recevabilité pour juger l'opportunité de poursuivre le Processus d'accréditation.

A l'issue de cet examen de recevabilité, le laboratoire reçoit un accusé réception déclarant la suite réservée à sa demande [15].

4- Audit d'accréditation



Si la demande est jugée recevable, l'organisme accréditeur désigne une équipe d'audit chargée de procéder à l'évaluation du laboratoire.

Cette équipe d'audit comprend un responsable d'audit, un ou plusieurs auditeurs qualité, et un ou plusieurs experts techniques, selon les domaines couverts par la portée d'accréditation.

L'équipe d'audit procède à :

- ❖ L'examen des dispositions prises par l'organisme demandeur pour assurer la qualité de ses prestations conformément à l'un des référentiels d'accréditation choisis,
- ❖ L'examen de la compétence de l'organisme demandeur pour réaliser les prestations, objet de sa demande d'accréditation, en conformité avec les exigences techniques spécifiées.

L'équipe d'audit établit un rapport destiné à la commission sectorielle concernée de l'organisme accréditeur. Ce rapport comprend les fiches d'écart constatés par l'équipe d'audit, complétées par les positions d'action correctives que compte entreprendre l'organisme demandeur, et l'avis de l'équipe d'audit [15].

5- Décision d'accréditation

Le dossier d'évaluation est examiné par la commission sectorielle concernée, laquelle donne un avis sur l'octroi ou le refus de l'accréditation.

La décision finale, prise par le directeur, est notifiée à l'organisme demandeur en motivant, s'il y a lieu, le refus de l'accréditation [15].

6- Suivi de l'accréditation

Au bout de chaque année, l'organisme demandeur subit un audit de suivi. Le renouvellement a lieu tous les trois ans, trois mois avant l'expiration de la durée de validité de l'accréditation [15].

IV- Validation d'une méthode analytique

1- Définition

La validation d'une méthode est l'une des exigences techniques de la norme 17025. C'est le procédé par lequel on confirme que la procédure analytique employée pour mener un test en particulier répond aux exigences de l'usage auquel elle est destinée[9]. Toute méthode analytique doit être validée avant d'être utilisée et les résultats de la validation de méthodes peuvent être utilisés pour juger la qualité, la fiabilité et la cohérence des résultats analytiques. Ce procédé fait partie intégrante de toute bonne pratique analytique [16].

2- Protocole de validation

La validation d'une méthode d'analyse entraîne la détermination de plusieurs paramètres : la limite de détection (LD), la limite de quantification (LQ), la linéarité, la fidélité (répétabilité et reproductibilité), la justesse et finalement les chartes de contrôle.



2-1- Spécificité

Capacité d'une méthode d'analyse de convenir exclusivement à la détermination de la grandeur de l'analyte considéré, avec la garantie que le signal mesuré provient seulement de l'analyte [17].

2-2- Linéarité

Capacité d'une méthode d'analyse, à l'intérieur d'un certain intervalle, à fournir une valeur d'information ou des résultats proportionnels à la quantité en analyte à doser dans l'échantillon pour le laboratoire. Elle permet de donner des informations sur la sensibilité.

La sensibilité est définie comme étant la pente moyenne d'un minimum deux courbes (Voir figure 3).

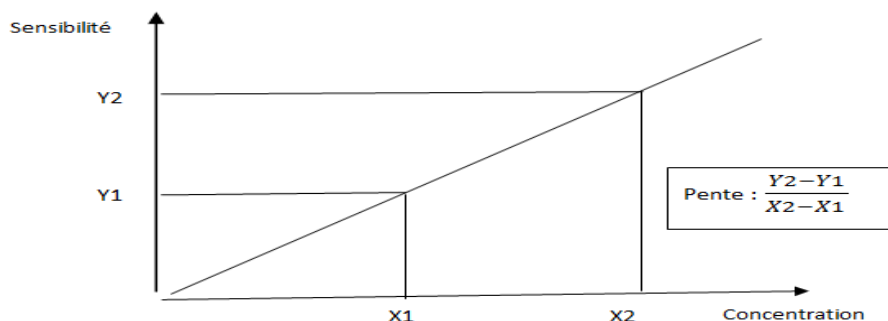


Figure 3 : Représentation graphique de la pente de la droite de régression linéaire

2-3- Fidélité

La fidélité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de répétabilité et de reproductibilité [18].

a- Répétabilité

Conditions où les résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps. L'objectif est d'obtenir des mesures dans des conditions plus similaires possibles [19].

b- Reproductibilité

La reproductibilité à un niveau donné correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats individuels obtenus dans des conditions de reproductibilité. L'objectif est d'obtenir des mesures dans des conditions où une ou plusieurs sources de variabilité sont venues interférer [19].

2-4- Justesse



DRS

Etroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée. Elle indique sur quel point la concentration observée approche la valeur réelle elle est exprimée en valeur absolue.

$$\text{Justesse} = \frac{X - \bar{X}}{X} * 100$$

Avec \bar{X} : moyenne et X : Valeur cible

2-5- Précision

Dans le cas où l'analyse est répétée à plusieurs reprises (n fois), il paraît évident que les valeurs obtenues ne seront pas identiques. La précision indique à quelle mesure la valeur obtenue peut être reproduite, elle est exprimée par l'écart type :

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

\bar{X} : Moyenne

X : Valeur cible

n : Nombre de mesures effectuées

S : Ecart type

2-6- Limite de détection

La limite de détection d'une méthode est la plus basse concentration pour un composé analysé dans une matrice réelle qui, lorsqu'il subit toutes les étapes d'une méthode complète, incluant les extractions chimiques et le prétraitement, produit un signal détectable avec une fiabilité définie statistiquement différent de celui produit par un « blanc » dans les mêmes conditions.

Pour l'estimer on peut calculer la concentration équivalente à 3 fois l'écart type d'un étalon à bas niveau dans un solvant approprié [18]. $LD = 3S$

2-7- Limite de quantification

La limite de quantification d'une méthode est la concentration minimale qui peut être quantifiée à l'aide d'une méthode d'analyse avec une fiabilité définie.

C'est la concentration équivalente à 10 fois l'écart type obtenu lors de l'établissement de la LD[18].

$$LQ = 10 * S$$

3- Carte de contrôle

La carte de contrôle est un enregistrement chronologique des données sous une forme graphique, elle permet de surveiller la fabrication en s'assurant que les paramètres contrôlés restent stables ou conformes aux spécifications, compte tenu d'une certaine variabilité inévitable, donc l'objectif est de se débarrasser des causes assignables et de réduire les causes aléatoires qui peuvent se produire à cause par exemples :



DRS

- ✓ Mauvais fonctionnement des machines ;
- ✓ Erreur d'un opérateur ;
- ✓ Non-conformité de la matière ;
- ✓ Modification exceptionnelle de l'environnement...

3-1- Tracé d'une carte de contrôle

De point de vue pratique, on prend la valeur cible de la moyenne arithmétique \bar{X} calculée sur un nombre de répétitions. Les limites de contrôle et les limites d'alarme (ou de surveillance) vont être calculées comme suit :

- ✓ Limite de contrôle supérieure : $LCS = \bar{X}_m + 3S$
- ✓ Limite de contrôle inférieure : $LCI = \bar{X}_m - 3S$
- ✓ Limite de surveillance supérieure : $LSS = \bar{X}_m + 2S$
- ✓ Limite de surveillance inférieure : $LSI = \bar{X}_m - 2S$

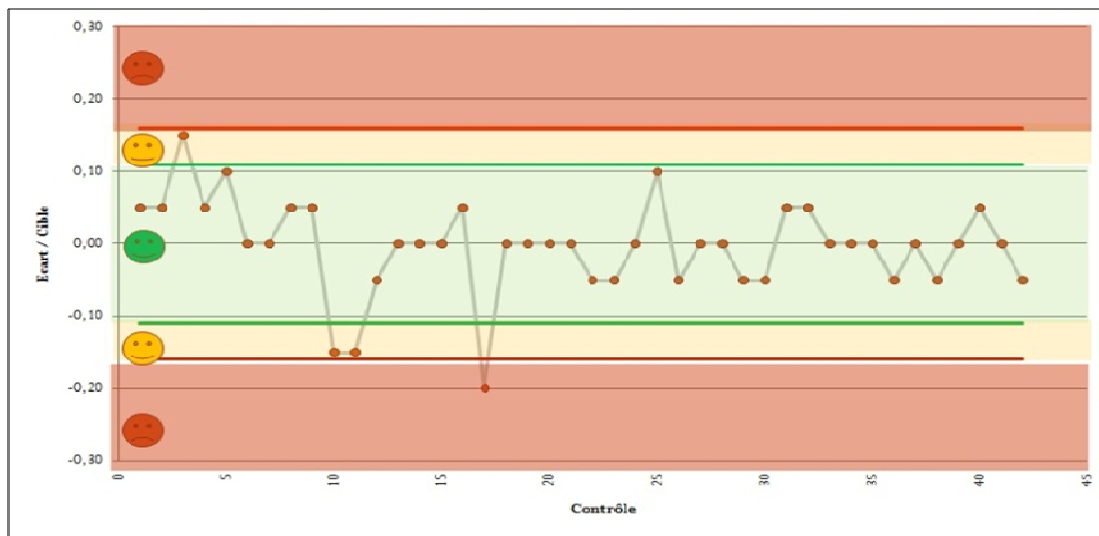


Figure 4: Exemple d'une carte de contrôle

3-2- Interprétation de la carte de contrôle

- ✓ Existence de point(s) en dehors des LCS et LCI (zone rouge): dispersion importante procédés non maîtrisé.
- ✓ Série de 8 points (ou plus) au-dessus ou bien au-dessous de la moyenne (zone vert) indiquent qu'il existe une tendance dans le procédé et qu'il a là aussi une variabilité qu'il n'est pas normale.
- ✓ Points éloignées de la ligne centrale montre la distribution bimodale qui traduit le mauvais fonctionnement du procédé.
- ✓ Toute les points sont regroupés sur la tendance centrale la variabilité normale du procédé n'apparait pas recalculer les limites.
- ✓ Succession de grand nombre de points à croitre vers le haut représente une tendance régulière et ascendante.
- ✓ Présence de cycle de points au voisinage de la limite supérieure et inférieure de façon presque régulier traduit par la présence d'un problème assignable.



DRS

- ✓ Les points sont distribués de façon à peu près symétrique de part et d'autre de la tendance : Carte normale.



Matériels & méthode

1- Lieu d'étude

Ce travail a été réalisé au Laboratoire Régional de Diagnostic Epidémiologique et d'Hygiène du Milieu de Fès (LRDEHM).

2- Type et période d'étude

Il s'agit d'une étude prospective réalisée sur une durée de mois allant du 15 avril au 31 mai. Elle comporte 2 volets :

- Le 1^{er} a consisté en une analyse descriptive de la démarche qualité de l'unité de toxicologie du LRDEHM.
- Le second a consisté en une validation d'une méthode analytique : mesure du pH.

3- Matériels et méthode



DRS

A- Analyse descriptive de la démarche qualité

A-1- Matériels

Pour cette étude, nous avons élaboré une grille d'évaluation que nous avons remplie à partir des documents suivants :

- Documents qualité : Classeur des normes, des procédures qualité ainsi que des enregistrements qualité.
- Procédures et modes opératoires techniques.
- Classeur réactifs et préparation des solutions : comporte les fiches de préparation des solutions, la liste des produits et réactifs existant à l'unité.
- Dossier de suivi des équipements : comprend les fiches d'instruction (modes d'utilisation), les fiches signalétiques, les fiches de vies et les certificats de l'étalonnage externe (Métrologie).
- Dossier de suivi de contrôle qualité et de validation de méthode (carte de contrôle,...).
- Dossier verrerie comporte les fiches de vérification de la verrerie servant à préparer les solutions de travail. (voir grille d'évaluation sur annexe 1).

A-2- Méthode

Après avoir consulté les documents, nous avons rempli la grille et avons fait une comparaison par rapport aux exigences de la norme 17025.

B- Validation de la méthode de mesure du pH

B-1- Matériels

- ✓ pH- mètre marque ADWA, model AD1000 ;
- ✓ Electrode combinée qui réunit en une seule l'électrode de verre et l'électrode de référence ;
- ✓ Thermomètre.
- ✓ Matériel courant du Laboratoire (cônes, bécher, burette, micropipette....) ;
- ✓ Réfrigérateur ;
- ✓ Balance analytique de précision ;
- ✓ Verrerie classe A.

B-2- Réactifs

Pour cette étude, nous avons utilisé les réactifs suivants :

- Les réactifs utilisés pour calibration de l'appareil sont des solutions tampons de pH mesurés à 25°C :
 - ✓ Buffer solution pH4±0,1, quantité suffisante pour 500 ml d'eau distillée,
 - ✓ Buffer solution pH7±0,1, quantité suffisante pour 500 ml d'eau distillée,
 - ✓ Buffer solution pH10±0,1, quantité suffisante pour 500 ml d'eau distillée.
- Les réactifs utilisés pour l'étalonnage de l'appareil sont :
 - ✓ Phtalate acide de potassium à 4,005mol/kg de PH= 4,005 à 25°C.
 - ✓ Phosphate à 0,025mol/kg de pH= 6,885 à 25°C
 - ✓ Borax à 0,001mol/kg de PH=9,18 à 25°C



DRS

B-3- Méthode

a- Principe

Le principe de base de cette mesure est la détermination de l'activité des ions hydrogène par mesure potentiométrique en utilisant une électrode d'hydrogène et une électrode de référence. Dans la pratique on utilise plus généralement une électrode de verre associée à une électrode de référence au calomel ou encore une électrode combinée. La différence de potentiel existant entre l'électrode de verre et l'électrode de référence plongeant dans la même eau est une fonction linéaire du pH de celle-ci (NM 03.7.009).

L'étalonnage de l'appareil se fait par des solutions tampons de référence de pH connu.

b- Mode opératoire

- ✓ Introduire l'électrode dans l'échantillon à examiner,
- ✓ Lire le pH affiché sur l'écran du pH- mètre après stabilisation,
- ✓ Rincer la sonde à l'eau distillée après chaque mesure,
- ✓ Vérifier l'étalonnage de pH-mètre par les solutions appropriées.

b-1- Détermination de la sensibilité

Elle consiste à :

- ✓ Effectuer 10 mesures des étalons de pH 4,005 et 6,885 et 9,18 à 25°C,
- ✓ Noter les pH de chaque étalon (obtenues par le pH-mètre),
- ✓ Tracer les droites de régression des 10 mesures d'étalonnage,
- ✓ Calculer l'équation de la droite de régression linéaire de chaque série,
- ✓ Tracer la droite de régression linéaire moyenne et calculer le coefficient de corrélation (R^2).

b-2- Détermination de la fidélité

❖ Répétabilité

- ✓ Répéter les mesures d'un même étalon 10 fois ($n=10$) pour les étalons de pH 4,005, 6,885 et 9,18 effectuer une seule mesure par répétition ($p=1$) par le même opérateur, même appareil et dans les mêmes conditions,
- ✓ Calculer la moyenne des 10 mesures,
- ✓ Déterminer le nombre de répétitions par jour : $N=1$
- ✓ Calculer la limite de répétabilité (r) à 95%.

❖ Reproductibilité

- ✓ Suivre les mêmes procédures de la répétabilité et effectuer 10 mesures ($n=10$),
- ✓ Changer l'opérateur ou les conditions de travail, matériels...
- ✓ Justesse et précision.

- ✓ Justesse = $\frac{\bar{x} - X}{\bar{x}} * 100$ Avec ; X : valeur cible (4,005, 6,885 et 9,18)

\bar{x} : Valeur moyenne des mesures

- ✓ Précision



DRS

- Calculer l'écart entre la valeur réel et la valeur mesurée
- Calculer CV : $CV(\%) = S / \bar{X} * 100$

b-3- Etablissement des cartes de contrôle

Faire plusieurs mesures pour chaque concentration et calculer \bar{X} , S, LSC, LCI, LSS et LSI.

4- Outil d'analyse

Le traitement des données de la validation est fait à l'aide de l'Excel.



Résultats & discussion

A- Analyse descriptive de la démarche qualité

La 1^{ère} partie de notre étude a été consacrée à l'analyse de la démarche qualité instaurée par le laboratoire.

1- Documents qualités

Les documents qualités (Normes, procédures, enregistrements,..) sont disponibles au laboratoire et sont classés et archivés par le responsable qualité.



a- Normes

Les références adoptées par le laboratoire sont soit des normes Internationales ou nationales, soit des circulaires ou des arrêtés.

Une veille normative est effectuée par le responsable du laboratoire, le responsable qualité ou le responsable de l'unité, ce qui permet d'actualiser tous les changements pouvant affecter la qualité des résultats du laboratoire.

b- Procédures qualités

L'analyse des procédures qualités a révélé que toutes les procédures qualités demandées par la norme 17025 existent. La liste des procédures disponibles au LRDEHM est montrée en annexe (Annexe2).

Nous avons remarqué que ces procédures sont réalisées selon un même modèle, comportent le même sommaire (objet, référence, domaine d'application, responsabilité,..) et respectent les règles décrites dans la procédure de gestion et de création des documents qualités préalablement rédigée telles que :

Modèle de la page de garde, modèle d'entête des pages suivantes, la période de révision, l'entête, (Voir annexes 3,4)

Nous avons également constaté qu'une codification des procédures est réalisée et ce en rapport à l'activité globale de la procédure. La liste des codes est montrée en annexe2,

Ex : PAQ pour les procédures d'assurance qualité

PCQ pour les procédures de contrôles qualités

Nous avons également constaté que la révision des procédures se fait à tout changement du contenu.

c- Enregistrement qualité

Toute activité réalisée est enregistrée sur sa fiche correspondante par le personnel qui l'a effectuée, ce qui permet d'assurer sa traçabilité. Tous les enregistrements sont indexés selon la procédure de maîtrise des enregistrements avec un numéro et un code, et sont ensuite classés et archivés par le responsable qualité. Celui-ci établit une liste des enregistrements sur laquelle est mentionnée le type d'activité de l'enregistrement, le lieu et la durée de son archivage,... (Voir modèle en annexe 5).

2- Procédures et modes opératoires techniques

Les méthodes d'analyse de l'unité de toxicologie sont toutes des méthodes normalisées, validées en interne selon la procédure de Validation de méthode en analyse physico-chimique. Ces méthodes sont décrites dans les procédures et les modes opératoires techniques et sont rédigés par le responsable de l'unité tout en respectant la procédure de gestion et de création des documents qualités. Leur copie originelle est gérée par le responsable qualité alors que leur photocopie est gérée par le responsable de l'unité. Les modes opératoires sont accessibles au personnel de l'unité (Annexe 6).



DRS

3- Classeur réactifs et solutions

Ce classeur comporte l'ensemble des fiches de préparation des réactifs utilisés, selon les modes opératoires établies à l'unité, pour l'analyse des échantillons reçus quotidiennement. Ces fiches se présentent sous forme de mode de préparation qui décrit les différentes étapes à suivre pour obtenir le réactif ainsi que sa durée de vie et les conditions de sa conservation.

Ces préparations sont enregistrées par le préparateur.

Chaque solution préparée porte une étiquette remplie par le préparateur. L'étiquette précise :

- Le nom de la solution et de son titre,
- Le nom de préparateur,
- La date de préparation,
- La date de péremption.

4- Dossier verrerie

Les fioles jaugées, les pipettes graduées, les burettes et les éprouvettes utilisées pour la préparation des solutions étalons sont lavés avec un désinfectant qui n'affecte pas leur pH, selon la procédure nettoyage de la verrerie et des flacons de prélèvement.

Une fois le lavage et le séchage sont terminés, un contrôle de leur pH est réalisé et enregistré.

Un étalonnage et une vérification par un laboratoire accrédité en métrologie de la verrerie est effectué. Des certificats prouvant leurs conformités sont livrés par l'organisme externe et sont archivés par le responsable qualité.

5- Equipements

Nous avons noté que les équipements de l'unité sont gérés selon la démarche décrite dans la procédure de contrôle et de gestion des équipements. Cette démarche consiste à :

- Vérifier les spécifications des équipements reçus,
- Identifier le matériel avec un code numérique indiqué sur une étiquette (collée sur l'équipement) ainsi que sur l'inventaire et sur la liste des équipements (Annexe7),
- Etablir une fiche signalétique dans laquelle est mentionnée la désignation de l'équipement, son modèle, son code, son type, les recommandations à respecter, (Annexe 8)
- Elaborer une fiche de vie dans laquelle est noté la désignation de l'équipement, son code ainsi que les opérations réalisées à l'équipement (maintenance, type de maintenance, entretien,..) (Annexe 9),
- Réaliser une fiche d'instruction du fonctionnement de l'équipement selon le manuel du fabricant dans laquelle sont notés les consignes et les règles à suivre et à respecter. Cette fiche est affichée près de l'équipement, ce qui permet de garantir son utilisation adéquat par le manipulateur (Annexe 10),
- Entretenir l'équipement selon le calendrier préétabli permettant ainsi de prolonger sa durée de vie et de garantir les résultats fiables,



DRS

- Réaliser en interne une vérification périodique et un étalonnage durant l'analyse,
- Raccorder l'équipement au système international par un laboratoire accrédité,
N.B : - La vérification se fait par des matériaux de référence certifiés MRC,
 - L'étalonnage se fait à l'aide de matériaux non certifiés MR,
 - Tout matériel raccordé porte une étiquette de preuve du raccordement
 - Aucun réglage en interne ne doit être fait au matériel raccordé,
 - Tout matériel raccordé porte une étiquette portant la mention :
« Ne pas toucher au réglage »
- Mesurer régulièrement la température des équipements affectant la qualité des résultats à l'aide d'un thermomètre étalonné,
- Enregistrer toutes les opérations réalisées sur leurs fiches correspondantes,
- Enregistrer toute non-conformité et la communiquer au responsable qualité.

En outre, nous avons remarqué la disponibilité du dossier des équipements au sein de l'unité, ce dossier comprend toutes les fiches permettant d'assurer le suivi et la traçabilité de l'équipement (fiche de vie, fiche signalétique,...).

B- Validation d'une méthode analytique de mesure du pH

Afin de s'assurer que les conditions d'acheminement sont satisfaisantes (acheminement et conservation dans une glacière, délai de réception, identification de l'échantillon,..), les échantillons reçus pour analyse physico-chimique sont contrôlés à la réception. Toute non-conformité affectant la qualité des résultats peut faire l'objet de la non réalisation de l'essai.

La mesure du pH des échantillons reçus au laboratoire est réalisée selon la méthode de la norme NM03.7.009.

La validation de la méthode de mesure de pH est basée sur le protocole de validation d'une méthode d'analyse en chimie Edition 9 juin 2009(CEEQ) [18].

Durant notre étude, nous avons fixé les critères à étudier ainsi que les résultats attendus pour les comparer avec les résultats obtenus. Expérimentalement. Le tableau suivant résume en chiffre les résultats analytiques.

Tableau 1 : Résultats Attendus

R²	≤0,995
CV%	≤ 5%
Pente	-59 ,5<P<-58
R	<2
R	<2
Justesse	90% ≤
Précision	<0,1 de pH
I.M	<0,02



1- Linéarité

Pour estimer la linéarité de la méthode, dix mesures ont été réalisées pour chaque étalon du pH (4,005, 6,885, 9,18)

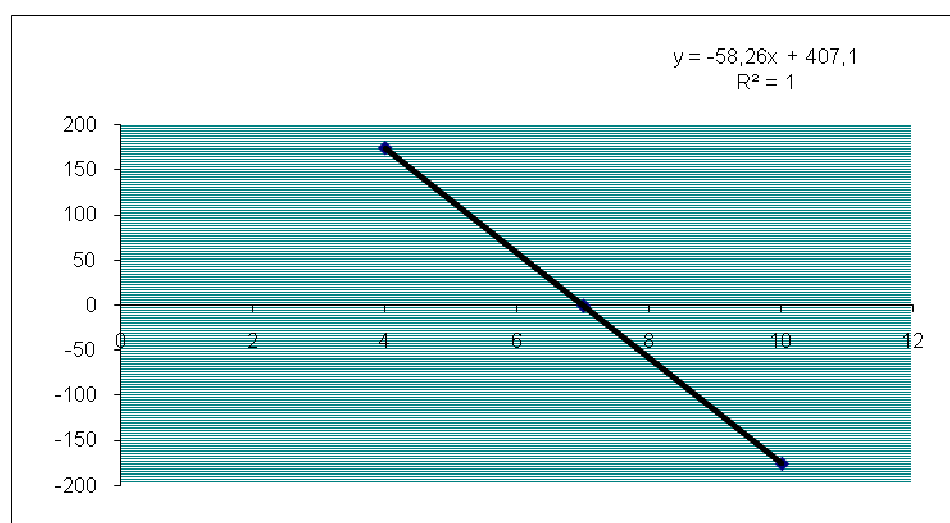
Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 2 : les mesures des 10 gammes d'étalonnages.

	Gamme d'étalonnage			Equation de la droite	Pente (a)	Ordonnée à l'origine (b)	R ²
	4,01	7,01	10,01	(Y = b + aX)			
	173,4	-1,20	-176,21	Y=-58,286x+407,12	-58,286	407,12	1
	173,5	-1,00	-176,13	Y=-58,272x+407,27	-58,272	407,27	1
	173,3	0,00	-175,56	Y=-58,143x+406,83	-58,143	406,83	1
	173,4	-1,10	-176,02	Y=-58,237x+407	-58,237	407,7	1
	173,4	-0,90	-176,07	Y=-58,245x+407,11	-58,245	407,11	1
	173,3	-0,90	-176,06	Y=-58,227x+406,95	-58,227	406,95	1
	173,6	-1,00	-176,00	Y=-58,267+407,32	-58,267	407,32	1
	173,4	-1,00	-175,80	Y=-58,2x+406,85	-58,2	406,85	1
	173,7	-0,20	-175,40	Y=-58,183x+407,23	-58,183	407,23	1
	173,5	-1,30	-176,08	Y=-58,263x+407,13	-58,263	407,13	1
Moyenne	173,45	-1,25	-176,145				
Ecart type	0,1269	0,4222	0,2635				
Cv	0,073	-33,773	-0,150				

Equation de la droite	pH= -58,266+407,13
R²	1
Pente	-58,266

La linéarité est testée en construisant la droite de régression (graphique 1)



Graphique 1 : Droite de régression moyenne pour 10 mesures

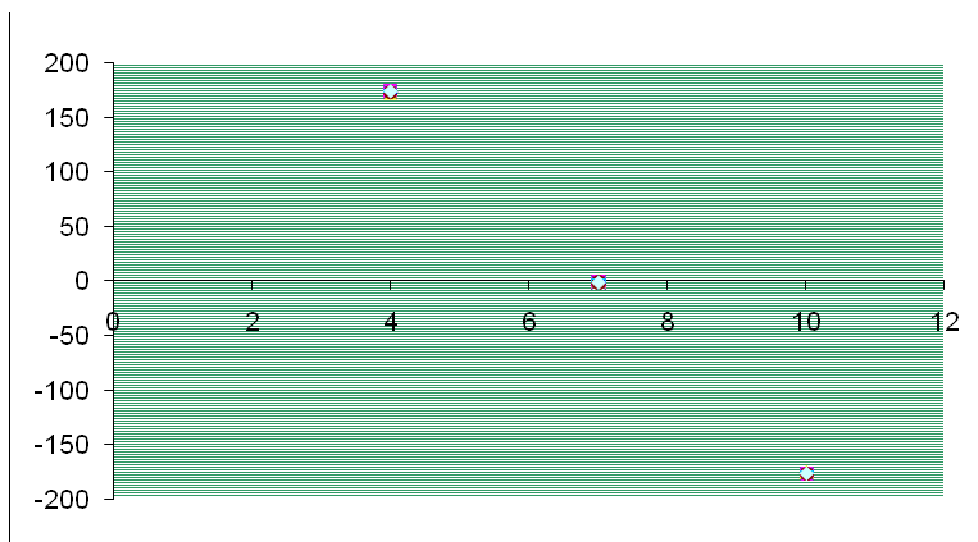


DRS

Le coefficient de corrélation obtenu ($R^2=1$) est supérieur à 0,995, nous pouvons déduire que les mesures du potentiel moyens sont bien corréliées avec les pH.

La pente trouvée est égale à -58,266, elle est comprise entre -59,5 et -58 (NM 03.7.009) , notons que la droite de regression sert pour la mesure de pH d'échantillons d'eaux d'alimentation humaine.

La dispersion des mesures autour des valeurs réels sont presque ponctuel (graphique 2).



Graphique 2 : Dispersion des mesures autour de leurs valeurs réelles

Le graphique 2 montre la dispersion des différentes valeurs de pH (4,005, 6,885, 9,18) autour de leurs valeurs moyennes. Les différentes valeurs sont très proches entre elles ce qui montre qu'elles présentent une justesse et une précision notoire.

2- sensibilité

La sensibilité de cette méthode est estimée égale la pente de la droite régression moyenne $E=f(\text{pH}) : s= -58,266\text{mv} /\text{unité de pH}$

3- Fidélité

Cette étude se traduit par l'analyse de la répétabilité et de la reproductibilité au niveau intra laboratoire du au changement de l'opérateur.

3-1- Répétabilité

Nous avons répété les mesures d'un même étalon 10 fois ($n=10$), pour les solutions de pH (4,005, 6,885, 9,18) et effectué une seule mesure par répétition ($p=1$) par le même opérateur, même appareil dans les mêmes conditions. Les résultats sont montrés dans le tableau suivant.

Tableau 3 : Limite de répétabilité des trois valeurs de pH (4,004, 6,885, 9,18)

Concentration	6,885	9,18	4,005
Moyenne	6,8028	9,1608	4,0036
Ecart type SR	0,0088	0,0238	0,0057
CV%	0,1290	0,2595	0,1433
n	10	10	10



DRS

Racine(n)	3,1623	3,1623	3,1623
Test de (student)	2,001	2,0010	2,0010
I.C	[6,997;7,021]	[9,1536;9,1758]	[4,0000;4,0072]
Répétabilité r	0,0056	0,0150	0,0036

3-2- Réplicabilité et reproductibilité interne

Nous avons suivi les mêmes procédures pour la répétabilité en effectuant 10 mesures (n=10), en changeant l'opérateur, condition de travail ou matériel,... Les résultats sont montrés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4: Limite de réplicabilité des trois valeurs de pH (4.004, 6.885, 9.18)

Concentration	6,885	9,18	4,005
Moyenne	6,8429	9,1675	4,0023
Ecart- type SR	0,0417	0,0233	0,0062
CV%	0,6095	0,2544	0,1561
N	10	10	10
Racine(n)	4,4721	4,4721	4,4721
Test de (student)	2,0010	2,0010	2,0010
I.C	[6,8801;6,8859]	[9,1643;9,1840]	[4,0010;4,0062]
R	0,0187	0,0104	0,0028

Les coefficients de variation obtenus pour l'étude de la fidélité pour les trois valeurs de pH (4,005, 6,885, 9,18) respectivement sont très inférieurs au coefficient de variation attendu (5%).

La fidélité intermédiaire est représentée par son Ecart type $SR = (S_L^2 + S_r^2)^{1/2}$. Les écart-types de la fidélité pour les trois pH (6,885, 9,18, 4,005), sont respectivement (0,2655, 0,4408, 0,4366) et sont supérieurs à ceux de la répétabilité (0,0056, 0,0150, 0,0036). Le même raisonnement a été observé pour la limite de reproductibilité interne et la limite de répétabilité (Voir tableau 5).

Tableau 5 : Etude de la reproductibilité interne

	6,885	9,18	4,005
Variance S_r^2	0,0088	0,0238	0,0237
Variance S_L^2	0,000021	0,00054	0,000033
Variance S_R^2	0,0088	0,0243	0,0238
Ecart type	0,0938	0,1558	0,1543
R interne	0,2655	0,4408	0,4366

4- Incertitude de mesure

Pour estimer l'incertitude de mesure de la méthode, deux opérateurs ont réalisé l'essai sur un étalon, avec une répétabilité de 10 fois (Voir tableau 6).

P=2 opérateurs, n= 10 répétitions.



DRS

Tableau 6 : Incertitude de mesure de la méthode de mesure de pH

Essais	Opérateur 1	Opérateur 2
1	9,185	9,191
2	9,173	9,166
3	9,174	9,147
4	9,195	9,191
5	9,162	9,154
6	9,186	9,181
7	9,192	9,177
8	9,187	9,125
9	9,168	9,136
10	9,119	9,140
Moyenne	9,167	
Ecart type	0,0233	
n	10	
Racine(n)	4,4721	
t(student)	2,060	
IM	0,011	

Incertitude de mesure estimée égale 0,011 est inférieure au résultat attendu (0,02).

5- Justesse

Nous avons répété les mesures d'un même étalon 10 fois (n=10), pour les solutions de pH (4,005, 6,885, 9,18) et effectué une seule mesure par répétition (p=1) par le même opérateur, même appareil dans les mêmes conditions (Voir tableau suivant).

Tableau 7 : Justesse de la méthode de mesure de pH

N° Mesure	pH théorique 6,885	pH mesurée	pH théorique 9,18	pH mesurée	pH théorique 4,005	pH mesurée
1	6,885	6,791	9,18	9,191	4,005	4,008
2	6,885	6,796	9,18	9,166	4,005	4,001
3	6,885	6,822	9,18	9,147	4,005	4,012
4	6,885	6,794	9,18	9,191	4,005	3,998
5	6,885	6,803	9,18	9,154	4,005	4,001
6	6,885	6,799	9,18	9,181	4,005	3,997
7	6,885	6,806	9,18	9,177	4,005	4,005
8	6,885	6,808	9,18	9,125	4,005	4,009
9	6,885	6,803	9,18	9,136	4,005	4,009
10	6,885	6,806	9,18		4,005	3,996



DRS

Moyenne	6,8028	Moyenne	9,1631	Moyenne	4,0036
Ecart type	0,0088	Ecart type	0,0240	Ecart type	0,0057
V0	6,8028	V0	9,1631	V0	4,0036
Vs	6,885	Vs	9,18	Vs	4,005
ER%	-1,1939	ER%	-0,1840	ER%	-0,0350
Justesse %	98,81	Justesse %	99,82	Justesse %	99,97

Les erreurs relatives de la justesse pour les trois valeurs de pH (4,04, 6,885, 9,18) sont respectivement (-0,0350%, -1,19939%, -0,1840%). Cette erreur est très faible, leurs justesses sont supérieures à 90%.

Nous pouvons confirmer que cette méthode analytique est juste.

6- Précision

Nous avons réalisé 10 répétitions pour un seul étalon de pH 6,885. Les résultats sont montrés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Précision de la méthode analytique

Essai	pH théorique	pH mesuré
1	6,885	6,791
2	6,885	6,796
3	6,885	6,822
4	6,885	6,794
5	6,885	6,803
6	6,885	6,799
7	6,885	6,806
8	6,885	6,808
9	6,885	6,803
10	6,885	6,806

Moyenne	6,803
pH théorique	6,885
Précision (Ecart)	0,082

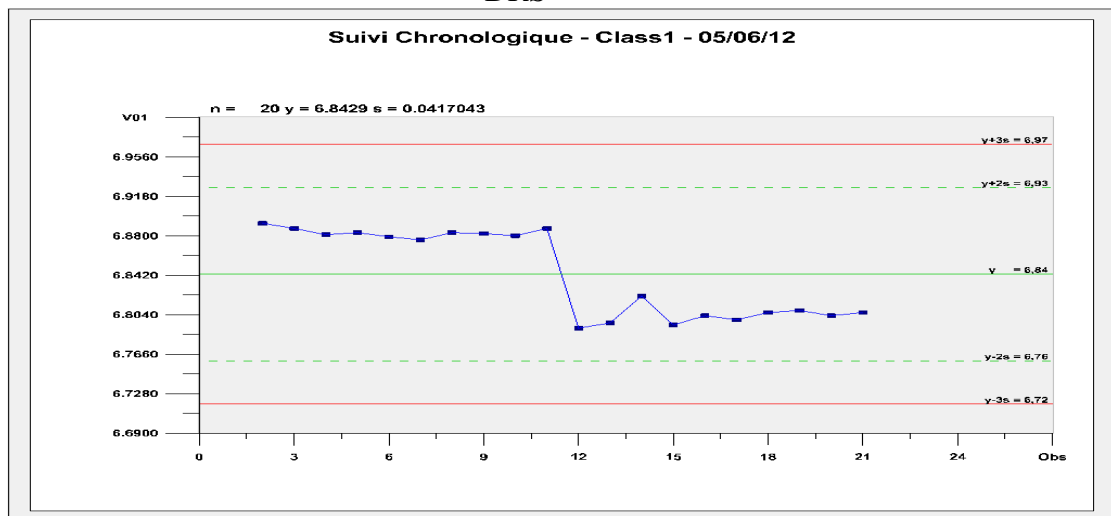
L'écart trouvé par rapport à la valeur moyenne (6,803) est égal à 0,082 de pH. Il est inférieur à la valeur attendue (0,1 de pH). Cette méthode analytique est précise.

7- Cartes de contrôle

A la suite de la validation de la mesure de pH, nous avons tracé les cartes de contrôles (voir graphique 3, 4 et 5)

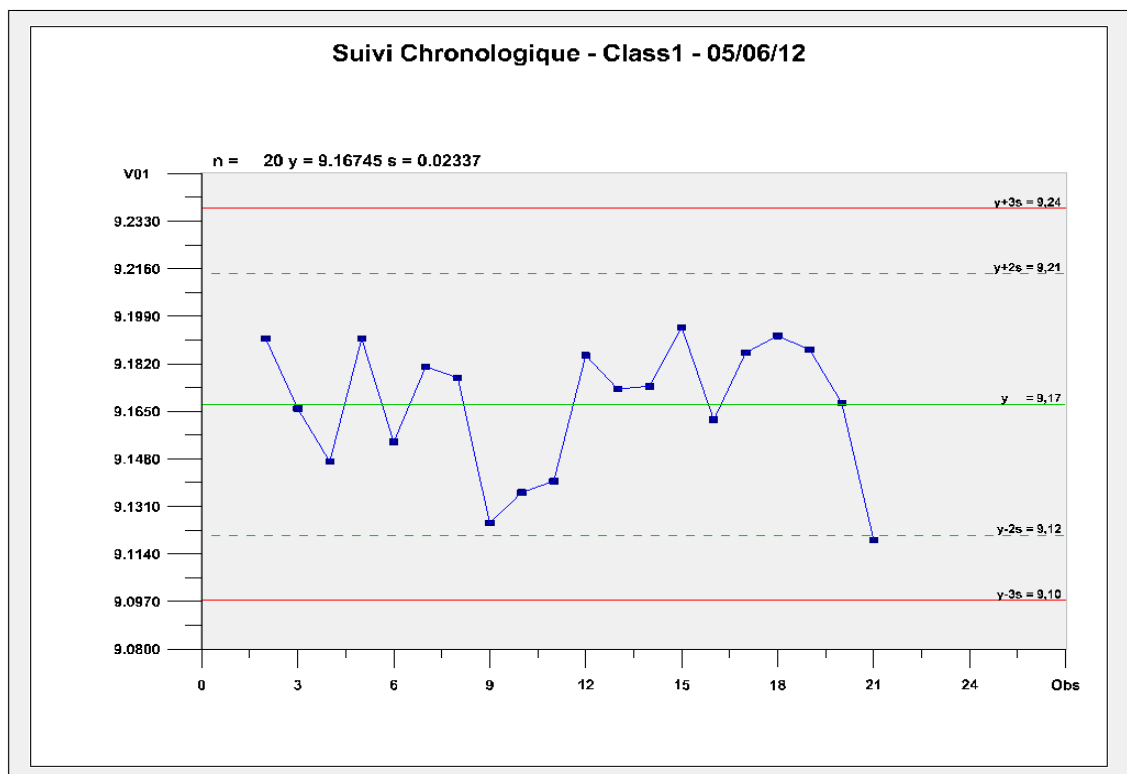


DRS



Graphique 3 : Carte de contrôle pour le pH 6,885

La carte de contrôle pour le pH 6,885 présente 10 points au dessus et 10 points au dessous de la moyenne. Cette carte de contrôle n'est pas normale mais les mesures restent acceptables puisqu'il n'y pas aucun point en dehors de la limite de contrôle inférieur (LCI) (6,72) et la limite de contrôle supérieur (LCS) (6,97).

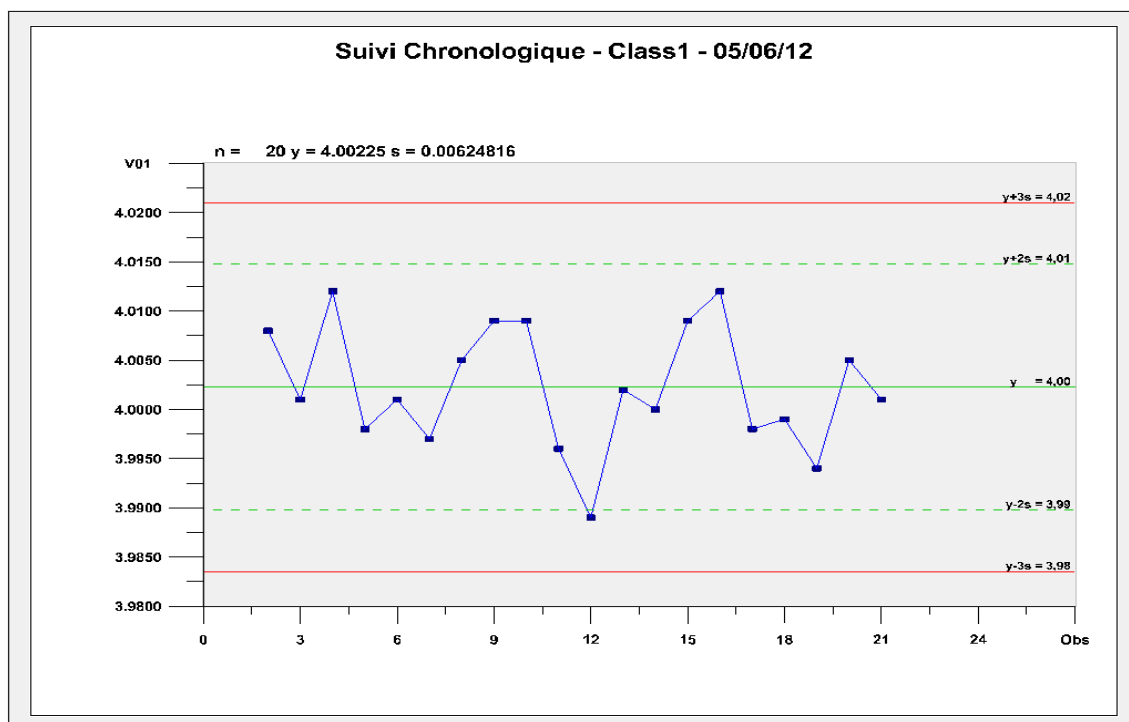


Graphique 4 : Carte de contrôle pour le pH 9,18

Les différents points sont situés au dessus et au dessous de la moyenne sans consigne observable. Cette carte est normale. Les mesures restent acceptables puisqu'il n'y pas aucun



point en dehors de la limite de contrôle inférieure (LCI) (9,10) et de la limite de contrôle supérieure (LCS) (9,24).



Graphique 5 : Carte de contrôle pour le pH 4,005

Les différents points sont situés au dessus et au dessous de la moyenne sans consigne observable. Cette carte est presque normale. Les mesures restent acceptables puisqu'il n'y pas aucun point en dehors de la limite de contrôle inférieure (LCI) (3,98) et de la limite de contrôle supérieure (LCS) (4,02).



Conclusion et perspective



L'analyse de la démarche qualité du laboratoire a montré :

- La disponibilité des procédures exigées par la norme,
- Le respect des procédures aux règles décrites dans la procédure standard,
- La validation secondaire par le laboratoire des méthodes d'analyses,
- Le contrôle et la vérification des équipements, du consommable ainsi que tous les moyens utilisés par la méthode, selon des procédures, permettant de garantir la qualité et la fiabilité des résultats.

Les résultats des critères de validation de la méthode de mesure de pH ont montré que la méthode de mesure du pH appliquée par le laboratoire est :

- Sensible (Sensi = -58,266/unité de pH),
- Juste, précise répétable et reproductible pour les trois mesures de pH successives 4,005, 6,885 et 9,18.

Nous pouvons conclure que cette méthode est apte à l'emploi prévu.

Les cartes de contrôle, permettant de déceler la dégradation des performances dans le temps, ont montré que toutes les mesures de pH obtenues pour les différents étalons à l'aide du pH-mètre sont situées au-dessous de la limite de contrôle supérieure LCS et au-dessus de la limite de contrôle inférieure LCI.

A la suite de notre étude, il serait intéressant de :

- Réaliser un audit (Management technique) selon les exigences de la norme ISO 17025 pour déceler des éventuelles non-conformités au niveau de l'unité de toxicologie.
- Etudier les résultats obtenus après application de la méthode de validation de pH sur une gamme importante d'échantillons analysés par le laboratoire.
- Réaliser une analyse descriptive similaire à cette étude pour les autres activités de l'unité de toxicologie au niveau des autres unités du laboratoire.



ANNEXE 1 : Grille d'évaluation

Exigence demandée	Contenu de l'exigence	Jugement
Présence de normes	Normes qualité	Disponible
	Normes techniques	Disponible
Actualisation des normes		Disponible
Procédures système Management qualité :	Procédure organisation	Disponible
	Procédure système de management	Disponible
	Procédure maîtrise de la documentation	Disponible
	Procédure revue de demandes, appels d'offres et contrats	Disponible
	Procédure de sous-traitance des essais et des étalonnages	Pas disponible
	Procédure d'achat de service et de fournitures	Disponible
	Procédure de maîtrise des travaux d'essai non conformes	Disponible
	Procédure d'améliorations	Disponible
	Procédure d'action corrective	Disponible
	Procédure d'action préventive	Disponible
	Procédure de maîtrise des enregistrements	Disponible
	Procédure d'audit interne	Disponible
	Procédure revue de direction	Disponible
Procédures et modes opératoires		Disponible
Validation des méthodes		Disponible
Carte de contrôle		Disponible
Classeur réactif		Disponible
Dossier équipement	Fiche de vie	Disponible
	Fiche signalétique	Disponible



DRS

	Fiche d'instruction	Disponible
Entretien des équipements		Disponible
Traçabilité		Disponible

Annexe 2 : Liste des procédures

Création et gestion des documents qualité (PAQ000) Version 03 25/06/2011	Formulaire	Code : FO03 PAQ000 Version : 03 Date : 05/07/2011 Page : 1/3
	Liste des procédures	

Thème global	Procédure	Code	Version
Système management Qualité	Manuel qualité	MQ	08
	Création et gestion des documents qualité	PAQ000	03
	Gestion et archivage des documents du laboratoire	PAQ010	03
	Revue des demandes d'essais	PAQ015	01
	Organisation générale du laboratoire	PQA004	03
	Contrat d'interface	PAQ016	01
	Gestion de la commande des produits, réactifs et consommables	PAQ011	03
	Gestion des non-conformités et des réclamations	PAQ008	02
	Gestion des actions préventives	PAQ009	02
	Maîtrise des enregistrements	PAQ014	01
	Gestion de l'audit interne	PAQ005	02
	Procédure Revue de direction	PAQ007	03
	Gestion du Personnel	PAQ006	03
	Qualification et requalification du personnel	PAQ002	02
	Gestion des Stagiaires	PAQ013	02
Gestion des travaux non-conformes	PAQ017	01	
Biosécurité	La Stérilisation	PBS04	02
	Hygiène et lavage des mains	PBS 02	02
	Gestion des déchets biomédicaux	PBS03	03
	Lignes directrices de biosécurité : <ul style="list-style-type: none"> • bonnes pratiques de laboratoires • Conduite à tenir en cas d'accident à un produit biologique ou en cas d'une blessure ou de contamination • Sécurité liée à la manipulation des produits chimiques 	PBS01	03



DRS

	Destruction des milieux de culture	PBS05	02
Contrôle qualité	Gestion et contrôle des locaux	PGL01	04
	Gestion et contrôle des équipements	PGCE02	03
	Procédure de la qualité de l'environnement du secteur de la bactériologie	PCQ02	02
	Contrôle qualité de la méthode analytique	PCQ01	03
	Nettoyage de la verrerie et des flacons de prélèvement	PGV01	03
	Contrôle des milieux de culture	PCQ05	02
	Essai intra-laboratoire	PCQ03	01
	Gestion des souches maisons	PCQ04	01
Laboratoire	Gestion des échantillons au laboratoire	PGE02	04
	Prélèvement et transport des échantillons au laboratoire	PGE01	04
	Sauvegarde et protection des données numériques	PG03	01

Toxicologie	Procédure d'étalonnage et de contrôle du pH-mètre.	ute-cu-01	01
	Contrôle des lots réactifs Lovibond utilisé pour analyse de cuivre dans les eaux d'alimentation humaine.	pc-nitra-01	01
	Contrôle des lots réactifs Lovibond utilisés pour analyse des nitrites dans les eaux d'alimentation humaine.	ute-nitri-01	01
	Contrôle des lots réactifs Lovibond utilisés pour analyse des nitrates dans les eaux d'alimentation humaine.	ute-PH-01	01
	Calibration, étalonnage et contrôle du conductimètre	ute-pip-01	01
	Mesure de la conductivité électrique des eaux d'alimentation humaine	ute-cont-01	01
	Mesure du cuivre dans les eaux d'alimentation par méthode colorimétrique	ute-cond-01	01
	Mesure des nitrates dans les eaux d'alimentation par méthode colorimétrique	ute-cont-R-nitra-01	01
	Mesure des nitrites dans les eaux d'alimentation par méthode colorimétrique	ute-cont-R-nitri-01	01
	Procédure de mesure du potentiel d'hydrogène des eaux d'alimentation par méthode potentiométrique	ute-cont-R-cu-01	01
	Contrôle et réglage des pipettes automatiques	ute-cont-PH-01	01



DRS

Annexe 3 : Modèle de page de garde d'une procédure

ROYAUME DU MAROC MINISTÈRE DE LA SANTÉ REGION FES-BOULEMANE DIRECTION REGIONALE DE LA SANTE		LABORATOIRE REGIONAL DE DIAGNOSTIC EPIDEMIOLOGIQUE ET D'HYGIENE DU MILIEU Fès-Boulemane
Nom de la procédure :.....	Version :.....	Nombre total de page :.....
Code de la procédure :..... Référence :	Date :	
Sujet & But:	Période de revue:	
Localisation:	Distribution :	
Changements par rapport à la dernière version autorisée:.....	Annexe:	
Rédigée par:		
Fonction :		
Date de réalisation :		
Signature :		
Vérifiée par :		
Fonction :		
Date :		
Signature :		
Approuvée par:		
Fonction :		
Date :		
Signature :		



Annexe 6 : Exemple de mode opératoire



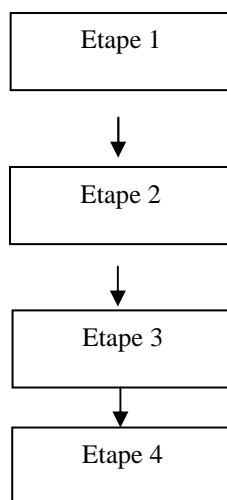
DRS

**ROYAUME DU MAROC
MINISTÈRE DE LA SANTÉ
REGION FES-BOULEMANE
DIRECTION REGIONALE
DE LA SANTE**

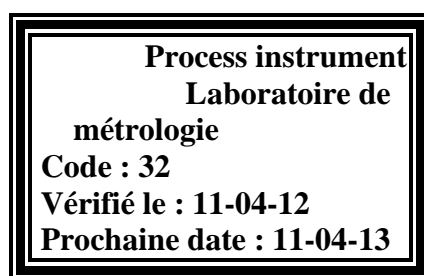


**LABORATOIRE REGIONAL
DE DIAGNOSTIC EPIDEMIOLOGIQU
ET D'HYGIENE DU MILIEU
Fès-Boulemane**

Mode opératoire :..... Code :..... Référence :	Version :..... Date :	Nombre de page :.....
---	--	----------------------------------



Annexe 7 : Modèle étiquette métrologie



Annexe 8 : Modèle d'une fiche signalétique



**ROYAUME DU MAROC
MINISTÈRE DE LA SANTÉ
REGION FES-BOULEMANE
DIRECTION REGIONALE
DE LA SANTE**



**LABORATOIRE REGIONAL
DE DIAGNOSTIC
EPIDEMIOLOGIQUE
ET D'HYGIENE DU MILIEU
Fès-Boulemane**

**Modèle de Fiche signalétique
FO03 PGCE02 ⁽¹⁾ /(a)/(b)**

Désignation :		
Marque :	Type :	Modèle :
N° de série :	Tension :	Puissance :
Date de mise en service :		
Unité d'emplacement :		
Fournisseur :	Durée de la garantie : x	
Date de fin de garantie : x	N° du contrat de maintenance : x	
Service responsable d'entretien :		
Emplacement de la documentation :		
Recommandations :		
Action à conduire en cas de panne : Contacter le service de biomédicale		
Fluides nécessaires :		
Caractéristiques initiales : Voir dossier de mise en service –Dossier Matériel-		
Consommables particuliers :		

- (1) : L'identification de la fiche est composée selon : Fiche Signalétique Équipement /(a)/(b)
(a) : Code de l'équipement
(b) : Emplacement



Annexe 10 : modèle d'une fiche d'instruction

**ROYAUME DU MAROC
MINISTÈRE DE LA SANTÉ
REGION FES-BOULEMANE
DIRECTION REGIONALE
DE LA SANTE**



**LABORATOIRE REGIONAL
DE DIAGNOSTIC
EPIDEMIOLOGIQUE
ET D'HYGIENE DU MILIEU
Fès-Boulemane**

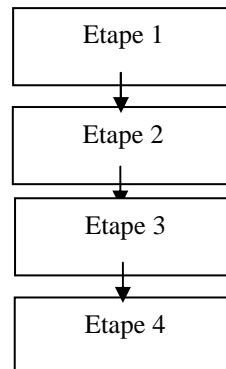
**Modèle de Fiche d'instruction de l'équipement
FO05 PGCE02 ⁽¹⁾**

Désignation :

Marque :

Type :

Modèle :



1 : L'identification de la fiche est composée selon FO05 PGCE02 /(a)/(b)/(c)

(a): Code de l'équipement

(b) : Emplacement

© : Année



Références bibliographiques

- [1]- **Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture** ; 1992. Etude FAO : Alimentation et nutrition, manuels sur le contrôle de la qualité des produits alimentaires. 12- Assurance qualité dans le laboratoire d'analyse microbiologique. Rome.
- [2] - www.axess-qualite.fr/ **Axess Qualité**. Démarche qualité en laboratoire.
- [3] - **C.OUAZZANI**. ; **2011**. Cours de qualité normes et certification.
- [4]- **République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Le Consortium des Universités: Skikda, Guelma, Biskra, Oum el Bouaghi, Tebessa et Ouergla LES.** ; **20 et 21 novembre 2010**. les enjeux de l'assurance qualité dans l'enseignement supérieur.
- [5]- **JP. Combènègre.** ; **1995**. Les signes de la qualité des produits agro-alimentaire, ed.fr.agr. p127.
- [6]- **Virginie Gardette.** ; **Avril 2010**. Principes d'une démarche d'assurance qualité, évaluation des pratiques professionnelles.
- [7]- **COFRAC** ; juillet 2005.Les contrôles de la qualité analytique en biologie médicale, LAB GTA 06 – rév. 00 –P (7-8).
- [8]- **M. Laurence ISPA; 2004**. Thèse de la qualité en industrie application : travail sur la qualité produit au sein d'une industrie agro-alimentaire devant l'Université Paul-Sabatier de Toulouse p17.
- [9]- **Guide CITAC ; Edition 2002**. La Coopération sur la Traçabilité Internationale en Chimie analytique)/**EURACHEM** (Un Point de Convergence pour la Chimie Analytique en Europe), guide pour la qualité en chimie analytique, Aide pour l'Accréditation.
- [10]- **A. Muret.** , juin 2003. Thèse de La Qualité en recherche : la construction d'une norme Française, Président: pour le Doctorat en Socio-Economie de l'Innovation, P (7-9).
- [11]- « **Management des projets qualité** »; 2008. Cours de master , Université Marne-la vallée.
- [12] - **AFNOR. NF EN ISO CEI 17025 ; septembre 2005**. Association Française de normalisation, P (2-22).
- [13] - **Marie-Pierre DUBRULLE**. Les fondements de l'assurance de la qualité et de la certification ISO 9000. (Réseau national genopoles)



DRS

[14] - **QUALAB/Concept/version1.1 f.doc - 29.11.99**, Concept d'assurance qualité dans le laboratoire médical. Commission suisse pour l'assurance de qualité dans le laboratoire médical. Chap. 10, P 8.

[15] **QUALAB** Directive pour le contrôle de qualité interne - Version 1.01 ; P 3.

[16] **Ludwig Huber**, ; 2007. Book: Validation and Qualification in Analytical Laboratories;.

[17] **AFNOR XP T90-210**, décembre 1999. Document Protocole d'évaluation d'une méthode alternative d'analyse physicochimique par rapport à une méthode de référence.

[18]- **DR-12-VMC ; juin 2009**. Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. Edition : 9, P (23-27).

[19]- **ISO 5725** ; 1994. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure Part-1: Principes généraux et définitions.