

---

---

**Qualité de l'eau — Guide de contrôle qualité  
analytique pour l'analyse de l'eau**

*Water quality — Guide to analytical quality control for water analysis*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 13530:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997>



## Sommaire

1	Domaine d'application .....	1
2	Références normatives.....	3
3	Nature et sources d'erreurs analytiques.....	3
4	Le système qualité en analyse de l'eau.....	6
5	Caractéristiques de performance des systèmes analytiques.....	14
6	Spécification des exigences analytiques pour l'analyse de l'eau .....	16
7	Choix des systèmes analytiques .....	19
8	Essais initiaux permettant d'établir la performance du système analytique .....	23
9	Contrôle qualité intra-laboratoire .....	32
10	Contrôle qualité de l'échantillonnage.....	41
11	Contrôle qualité interlaboratoires.....	43
12	Contrôle qualité pour des procédures analytiques longues.....	45

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997>

## Annexes

A	Évaluation des effets des interférences sur les méthodes analytiques.....	47
B	Rendement de toutes les formes de l'espèce à analyser.....	55
C	Étalonnage et correction du blanc.....	57
D	Stabilité de l'échantillon .....	62
E	Bibliographie.....	69

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Version française tirée en 1998  
Imprimé en Suisse

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre, intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Le tâche principale des comités techniques de l'ISO est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être obtenu en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est toujours en cours de développement technique ou lorsque, pour une toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité ou sous-comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques de type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 13530, rapport technique de type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 7, *Fidélité et justesse*.

Le présent document est publié dans la série des Rapports techniques de type 2 (conformément au paragraphe G.3.2.2 de la partie 1 des Directives ISO/CEI, 1995) comme «norme prospective d'application provisoire» dans le domaine de la qualité de l'eau en raison de l'urgence d'avoir une indication quant à la manière dont il convient d'utiliser les normes dans ce domaine pour répondre à un besoin déterminé.

Ce document ne doit pas être considéré comme une «Norme internationale». Il est proposé pour une mise en œuvre provisoire, dans le but de recueillir des informations et acquérir de l'expérience quant à son application dans la pratique. Il est de règle d'envoyer les observations éventuelles relatives au contenu de ce document au Secrétariat central de l'ISO.

Il sera procédé à un nouvel examen de ce Rapport technique de type 2 trois ans au plus tard après sa publication, avec la faculté d'en prolonger la validité pendant trois autres années, de le transformer en Norme internationale ou de l'annuler.

Les annexes A à E du présent Rapport technique sont données uniquement à titre d'information.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 13530:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997>

# Qualité de l'eau — Guide de contrôle qualité analytique pour l'analyse de l'eau

## 1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique (type 2) est un guide dont l'objectif est de fournir des lignes directrices détaillées et compréhensibles relatives à un programme coordonné de contrôle qualité intra-laboratoire et interlaboratoire afin de s'assurer que les résultats de l'analyse des eaux et matériaux associés sont obtenus avec l'exactitude appropriée et prescrite.

Le présent Rapport technique ainsi que ses annexes sont applicables à l'analyse chimique et physico-chimique des eaux naturelles (y compris l'eau de mer), des eaux usées, de l'eau brute destinée à la production d'eau potable et de l'eau potable. Il ne s'applique pas à l'analyse des boues et sédiments (même si la plupart de ses principes généraux s'applique à de telles analyses) et ne concerne pas l'examen biologique ou microbiologique de l'eau. Bien que l'échantillonnage soit un aspect important, celui-ci n'est que brièvement abordé.

Le contrôle qualité analytique décrit dans le présent Rapport technique, s'applique à l'analyse de l'eau effectuée dans un contexte d'assurance de la qualité. Le présent Rapport technique ne traite pas des exigences détaillées d'assurance qualité pour l'analyse de l'eau.

Les recommandations du présent Rapport technique sont en accord avec les recommandations de la documentation d'assurance qualité établie (par exemple le Guide ISO 25 et l'EN 45001). Les systèmes de qualité analytique de l'eau sont abordés dans l'article 4 afin d'établir un contexte pour les recommandations relatives au contrôlé qualité.

Le présent Rapport technique s'applique à l'utilisation de toutes les méthodes analytiques employées dans son domaine d'application, même s'il est admis que ses recommandations détaillées nécessitent interprétation et adaptation afin de traiter de certains types d'espèces à analyser (par exemple, espèces à analyser non spécifiques telles que les matières en suspension ou la demande biochimique en oxygène). En cas de divergence entre les recommandations du présent Rapport technique et les prescriptions d'une méthode normalisée d'analyse, il convient de donner la priorité aux exigences de la méthode concernée.

L'objectif du présent Rapport technique est d'assurer l'obtention de résultats d'exactitude appropriée en se conformant aux étapes successives de contrôle qualité analytique tel qu'illustré à la figure 1.

	Activité	But
1.	Mise en place d'un groupe de travail	Planifier et coordonner les activités suivantes
2.	Définition des objectifs analytiques	Définir une spécification claire des exigences analytiques
3.	Choix des méthodes/systèmes analytiques <sup>1)</sup>	Sélectionner les méthodes/systèmes capables de fournir l'exactitude requise
4.	Description univoque de méthodes	S'assurer que les méthodes choisies sont correctement appliquées
5.	Estimation de la fidélité intra-laboratoire et du rendement de dopage	S'assurer que chaque laboratoire obtient la fidélité requise et vérifier certains sources de biais
6.	Vérification de l'exactitude des solutions étalons Contrôle préliminaire du biais inter-laboratoires	Éliminer cette source de biais dans chaque laboratoire et préparer des contrôles de biais complets et plus détaillés
7.	Élaboration des cartes de contrôle qualité	Maintenir le contrôle continu des performances analytiques dans chaque laboratoire
8.	Réalisation d'essais de contrôle inter-laboratoires	S'assurer que le résultat de chaque laboratoire comporte des erreurs suffisamment faibles
9.	Maintien de l'exactitude à l'aide de cartes de contrôle et par des essais interlaboratoires de suivi régulier	Assurer une maîtrise à long terme de l'exactitude et du caractère comparable des résultats analytiques

**Figure 1 — Séquence d'activité pour le contrôle qualité analytique**

<sup>1)</sup> La méthode analytique est l'ensemble des instructions écrites suivies par l'analyste. Le système analytique comprend l'ensemble des aspects permettant de produire des résultats, c'est-à-dire, la méthode, l'équipement, l'analyste, l'environnement du laboratoire, etc.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour le présent Rapport technique. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur le présent Rapport technique sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 8466-1:1990, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage.*

ISO 8466-2:1993, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré.*

ISO/CEI Guide 25:1990, *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais.*

EN 45001:1989, *Critères généraux concernant le fonctionnement de laboratoires d'essais (indice de classement: X 50-061).*

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 3 Nature et sources d'erreurs analytiques

ISO/TR 13530:1997

### 3.1 Généralités

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-f1eb67d60fe1/iso-tr-13530-1997>

Les paragraphes suivants fournissent une présentation succincte de la nature et de l'origine des erreurs des résultats analytiques des eaux et effluents. D'autres informations concernant la plupart des thèmes traités sont données par ailleurs dans le présent Rapport technique et sont également discutées de manière approfondie dans Hunt et Wilson (voir référence [18]).

### 3.2 Nature des erreurs

Les résultats d'analyse chimique des eaux et effluents (comme ceux de tous procédés de mesure) sont sujets à des erreurs, c'est-à-dire que les concentrations mesurées peuvent être différentes des concentrations réelles.

#### 3.2.1 Erreur totale

L'erreur totale,  $E$ , d'un résultat d'analyse,  $R$ , est définie comme étant la différence entre ce résultat et la valeur réelle,  $T$ , c'est-à-dire:

$$E = R - T$$

L'exactitude du résultat augmente au fur et à mesure que l'erreur totale décroît.

En général, l'erreur totale représente la somme des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques.

### 3.2.2 Erreur aléatoire

L'analyse répétée de prises d'essais identiques du même échantillon homogène ne donne pas en général une série de résultats identiques<sup>2)</sup>. Par contre les résultats sont dispersés autour d'une certaine valeur centrale. La dispersion est attribuée à l'erreur aléatoire, ainsi nommée du fait que le signe et l'importance de l'erreur de tous les résultats particuliers varient de manière aléatoire et ne peuvent être prévus exactement. La fidélité augmente lorsque la dispersion diminue, c'est-à-dire au fur et à mesure de la diminution de l'erreur aléatoire et l'imprécision est par conséquent synonyme d'erreur aléatoire.

Les erreurs aléatoires étant toujours présentes dans les résultats analytiques, des techniques statistiques sont nécessaires si l'on doit tirer des résultats obtenus des conclusions correctes quant aux valeurs vraies.

Les termes tels que "répétabilité" et "reproductibilité" ont des significations spécifiques dans le contexte d'études collaboratives interlaboratoires. L'erreur aléatoire est quantifiée dans le présent Rapport technique en terme d'écart-type,  $\sigma$ . Puisque la mesure exacte de l'écart-type nécessite généralement un nombre infini de résultats répétitifs, seules les estimations,  $s$ , de  $\sigma$  pourront généralement être obtenues. Le nombre de degrés de liberté (DF) de l'estimation fournit une indication quant à sa fiabilité; l'erreur aléatoire de l'estimation proprement dite,  $s$ , décroît au fur et à mesure que le nombre de degrés de liberté augmente.

### 3.2.3 Erreur systématique

L'erreur systématique (ou biais) est présente lorsqu'il y a une tendance persistante des résultats à être supérieurs, ou inférieurs, à la valeur vraie. La moyenne de  $n$  résultats analytiques pour des prises d'essai identiques d'un échantillon stable et homogène s'approche d'une valeur limite définie,  $\mu$ , au fur et à mesure que  $n$  tend vers l'infini. Lorsque  $\mu$  est différent de la valeur vraie,  $T$ , on dit que les résultats font l'objet d'une erreur systématique ou biais,  $\beta$ , telle que:

$$\beta = \mu - T$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Parce qu'un nombre infiniment grand de déterminations ne peut être effectué sur un seul échantillon, l'effet de l'erreur aléatoire empêche la détermination exacte de  $\mu$  et ainsi celle de  $\beta$ . Seule une estimation  $\bar{x}$  de  $\mu$  sera généralement possible et donc seule une estimation  $b$  de  $\beta$  peut être obtenue.

On dit que la justesse augmente au fur et à mesure que l'erreur systématique ou biais des résultats diminue.

## 3.3 Sources d'erreurs

La distinction entre erreurs aléatoire et systématique est importante pour deux raisons: en premier lieu, du fait qu'elles ont des effets différents pour l'utilisation ultérieure des résultats analytiques et en second lieu parce qu'elles ont généralement des origines différentes.

### 3.3.1 Causes d'erreurs aléatoires

Les erreurs aléatoires résultent de variations non contrôlées des conditions du système analytique<sup>3)</sup> pendant différentes analyses. La nature de ces variations comprend par exemple les différences de volume d'échantillon ou de réactif prélevé à divers moments, les fluctuations de température — soit dans le temps, soit pour des positions différentes de l'échantillon dans un bain, un bloc chauffant ou un four, les fluctuations des conditions instrumentales (par exemple, fluctuation de température, de débit des fluides, de tensions et de longueurs d'onde) ainsi que des écarts induits par l'opérateur lors de la lecture des graduations. Les variations d'une série à une autre, dans la mesure où la fonction d'étalonnage représente l'étalonnage vrai pour la série concernée, donneront également lieu à des erreurs aléatoires entre les séries, tandis qu'une erreur d'étalonnage homogène concernant plusieurs séries, donnera lieu à une erreur systématique — voir 3.3.2.

<sup>2)</sup> Ceci peut ne pas être exact lorsque la discrimination du système d'analyse est grossière. Cependant, la concordance apparemment parfaite de résultats répétitifs est dans une telle situation illusoire, car des échantillons ayant des concentrations différentes donneront également les mêmes résultats.

<sup>3)</sup> Le système analytique est la combinaison de tous les facteurs — analyste, équipement, méthode, réactifs etc. utilisés pour la production de résultats analytiques à partir des échantillons.

Alors que la plupart de ces facteurs d'erreurs aléatoires peuvent être contrôlés plus étroitement pour obtenir une meilleure fidélité, ils ne peuvent jamais être totalement éliminés et par conséquent, tous les résultats sont sujets à un certain degré d'erreur aléatoire.

### 3.3.2 Causes d'erreurs systématiques

Il existe cinq sources générales d'erreurs systématiques (si on exclut les erreurs grossières dues à une mauvaise exécution de la méthode écrite par l'analyste et le biais introduit par le prélèvement proprement dit des échantillons).

Ces sources sont les suivantes:

a) Instabilité des échantillons entre le prélèvement et l'analyse

Il s'agit là d'une source d'erreur potentiellement importante dans de nombreux cas et il convient de toujours obtenir — soit à partir de la littérature soit par des essais directs — des preuves permettant de s'assurer que ce facteur n'introduit pas un biais inacceptable. Il existe pour de nombreuses espèces à analyser, des procédures efficaces de stabilisation des échantillons mais celles-ci doivent être compatibles avec le système analytique utilisé et avec le type d'échantillon particulier à analyser.

b) Incapacité à déterminer toutes les formes pertinentes de l'espèce à analyser

Il existe dans l'eau de nombreuses substances, présentes sous des formes physiques et/ou chimiques (ou "espèces") variées. Par exemple, le fer peut exister sous forme dissoute ou sous forme particulaire, et dans chacune de ces catégories physiques, des espèces chimiques variées peuvent être présentes — par exemple, ions libres et complexes y compris dans leurs différents états d'oxydation, en phase dissoute. Si le système analytique n'est pas capable de déterminer certaines des formes à rechercher, les résultats seront biaisés lorsque ces formes seront présentes dans des échantillons.

Certaines espèces à analyser sont des propriétés globales d'un échantillon plutôt qu'une substance particulière — par exemple, la demande biochimique en oxygène (DBO). Ces espèces à analyser sont appelées "non-spécifiques", et doivent être soigneusement définies en spécifiant l'utilisation d'une méthode analytique particulière. Les fractions dites "dissoutes" des métaux traces par exemple sont également non-spécifiques, dans ce sens qu'il convient de spécifier clairement le type et la porosité du filtre à utiliser pour leur détermination.

c) Interférences

Peu de méthodes analytiques sont totalement spécifiques pour les espèces à analyser. La réponse due à une autre substance (par exemple, la réponse du fer lors d'une analyse spectrophotométrique du manganèse par réaction avec la formaldoxine) donnera des résultats biaisés lorsque cette substance est présente dans des échantillons et il est important que les effets de tels interférents susceptibles d'être présents dans des échantillons soient connus avant qu'une nouvelle méthode ne soit appliquée en routine.

Dans certains cas, l'effet d'une autre substance peut modifier l'état chimique de l'espèce à analyser de telle sorte qu'elle n'est pas mesurée par la méthode utilisée — par exemple, la présence de fluorure entraînera la formation de complexes avec aluminium qui, peuvent ne pas être mesurés par une électrode sélective aux ions. Un tel effet peut être considéré comme une interférence pour la détermination de la quantité totale d'aluminium dissous ou comme une impossibilité de récupérer toutes les formes d'aluminium dissous. Même si, à strictement parler, il s'inscrit dans la dernière catégorie, cet effet et autres effets similaires peuvent tout à fait être considérés comme une interférence lorsque des données sur les caractéristiques de performance sont obtenues et consignées (voir article 5 et annexe A);

d) Étalonnage biaisé

La plupart des méthodes nécessitent l'utilisation d'une fonction d'étalonnage (explicite ou implicite) pour convertir la réponse analytique d'un échantillon en une concentration correspondante de l'espèce à analyser. Si les échantillons et les étalons sont traités exactement de la même manière (et à condition que les matériaux utilisés pour préparer les étalons aient la pureté appropriée), l'étalonnage ne devrait pas causer d'erreur

systématique. (Il a été indiqué en 3.3.1 que toute variation dans la correction d'étalonnage d'une série à l'autre se manifesterait par des erreurs aléatoires entre les séries.)

Si, cependant, les échantillons et les étalons sont traités différemment, ceci peut constituer une source d'erreur potentiellement grave. Ainsi, par exemple, une méthode qui prescrit une certaine forme de préconcentration de l'espèce à analyser à partir des échantillons, mais qui utilise un étalonnage direct avec des étalons qui ne sont pas soumis à l'étape de préconcentration, donnera lieu à un biais négatif si le rendement de la préconcentration est inférieur à 100 %. Dans de tels cas, il convient de vérifier l'exactitude de l'étalonnage prescrit ou d'éliminer toute différence de traitement entre échantillons et étalons.

L'impureté du matériau utilisé pour préparer les étalons est bien entendu, une autre source potentielle de résultats biaisés.

e) Essai à blanc biaisé

Les mêmes considérations que ci-dessus s'appliquent aux essais à blanc. Il existe cependant une autre source de biais résultant de la correction du blanc. Si l'eau utilisée pour l'essai à blanc contient l'espèce à analyser, les résultats obtenus pour les échantillons seront biaisés vers le bas, d'une quantité équivalente à moins qu'une correction de la teneur en espèce à analyser de l'eau de l'essai à blanc ne soit appliquée. Cependant, dans l'idéal, il convient que la source d'eau de l'essai à blanc soit telle que la teneur en espèce à analyser soit négligeable par rapport à la concentration des échantillons.

## 4 Le système qualité en analyse de l'eau

### 4.1 Généralités

iTeh STANDARD PREVIEW

Le système qualité est le terme général utilisé pour décrire les aspects destinés à répondre aux exigences des clients. Le contrôle des erreurs analytiques, généralement désigné sous le terme contrôle qualité analytique (AQC), est une composante importante du système qualité. Le présent article résume les principaux points qu'il convient de traiter pour la conception d'un système de qualité.

Pour plus de détails et une prise en compte de l'assurance qualité faisant foi, il est recommandé au lecteur de consulter les normes indiquées à l'article 2 ainsi que la documentation fournie par les divers organismes nationaux d'accréditation.

### 4.2 Système qualité

#### 4.2.1 Objectif et forme du système qualité

Il convient que le laboratoire utilise un système qualité approprié au type, au domaine, à la fidélité et au volume d'essais qu'il effectue. Il est recommandé que le système qualité assure de manière continue la conformité au présent Rapport technique. Il convient de s'assurer que l'ensemble du personnel est sensibilisé et se conforme à la documentation du système qualité.

Le laboratoire doit posséder une déclaration des objectifs et forme générale du système qualité du laboratoire, incluant l'objectif du manuel qualité et la documentation associée.

#### 4.2.2 Manuel qualité

Il est recommandé de formaliser le système qualité dans un manuel qualité qu'il convient d'actualiser et de conserver à jour.

Il convient d'identifier le responsable chargé de l'autorisation et de la compilation du manuel qualité doit être identifié. Il est recommandé d'inclure une liste de diffusion du manuel qualité et l'identification des détenteurs des copies contrôlées du manuel qualité.

Il convient que le manuel qualité contienne par exemple les éléments suivants ou équivalents:

- 1 Domaine d'application
- 2 Références
- 3 Définitions
- 4 Organisation et gestion
- 5 Système qualité, audit et révision
- 6 Personnel
- 7 Locaux et environnement
- 8 Équipement et matériel de référence
- 9 Mesure, traçabilité et étalonnage
- 10 Méthodes d'essai
- 11 Traitement des éléments d'étalonnage et d'essai
- 12 Enregistrements
- 13 Certificats et comptes rendus
- 14 Sous-traitance de l'étalonnage ou des essais
- 15 Services de soutien extérieur et fournitures
- 16 Réclamations

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 13530:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a282f75-90f5-47be-aa5c-fdeb67d60fe1/iso-tr-13530-1997>

#### 4.2.3 Management de la qualité

Le système qualité comprend généralement une déclaration des responsabilités et de l'autorité du directeur technique et du directeur qualité ainsi que de tous suppléants désignés.

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration des dispositions générales de mise en œuvre de chacune des responsabilités du directeur qualité et de son suppléant ainsi que des procédures spécifiques de mise en œuvre de ces responsabilités ou l'identification des documents de laboratoire contenant ces procédures.

#### 4.2.4 Documentation

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration des responsabilités du directeur qualité en terme de contrôle et de suivi de la documentation, y compris le manuel qualité et les procédures spécifiques pour le contrôle, la diffusion, l'amendement, la mise à jour, la récupération, la révision et l'approbation de toute la documentation relative aux travaux d'essai du laboratoire.

Il est recommandé d'indiquer clairement que le personnel du laboratoire doit facilement accéder à l'ensemble de la documentation, y compris le manuel qualité, les procédures d'essai ainsi que toutes les spécifications normalisées pertinentes.

Il convient qu'une instruction interdise toute modification de la documentation du laboratoire, sauf dans les conditions spécifiées par la direction. Il est recommandé que les instructions exigent également que le personnel se conforme à la politique et aux procédures définies par le laboratoire, sauf dans des conditions clairement spécifiées.

Il convient que l'instruction indique clairement les circonstances dans lesquelles les éventuelles dérogations vis-à-vis de la politique et des procédures documentées, ou des spécifications normalisées sont autorisées. Il est également

recommandé d'indiquer que les dérogations doivent être validées par la direction et que leur justification soit incluse dans des enregistrements adaptés.

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration des procédures spécifiques permettant de traiter les situations où le personnel n'a pas suivi la politique documentée, les procédures et les spécifications normalisées conformément aux prescriptions.

### 4.3 Politique qualité

#### 4.3.1 Déclaration de la direction

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration de l'instance dirigeante supérieure quant à la politique du laboratoire en terme de qualité, pour tous les aspects concernant ses travaux.

#### 4.3.2 Systèmes qualité

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration des intentions de la direction du laboratoire pour ce qui concerne la qualité du service.

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration selon laquelle il est de la responsabilité de l'ensemble du personnel de se familiariser avec le contenu du manuel qualité et de se conformer à la politique et aux procédures établies dans le manuel qualité et dans la documentation associée.

Il convient de faire ces déclarations sous l'autorité d'un cadre supérieur qui a des responsabilités de gestion directes pour le laboratoire et qui est situé au niveau de direction le plus haut auquel les décisions sont prises pour la politique et les ressources du laboratoire. Il convient que ces déclarations soient authentifiées par la signature ainsi que par le nom et le grade, écrits lisiblement, de la personne concernée.

Il est recommandé que ces déclarations de politique indiquent:

- le titre de la personne chargée de la mise en œuvre de la politique qualité dans le laboratoire;
- le titre de la personne ayant une responsabilité globale sur le contrôle qualité qui donne des conseils et surveille l'ensemble des aspects qualité dans le laboratoire.

### 4.4 Organisation et gestion

#### 4.4.1 Organisation

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration relative à l'identité et au statut légal du laboratoire (y compris l'appartenance et la situation vis-à-vis d'une éventuelle organisation mère ou groupement de sociétés) ainsi qu'une déclaration du rôle technique du laboratoire (par exemple, indépendant, commercial, étalonnage/essai ou contrôle qualité du produit au service d'un fabricant particulier).

Il est également recommandé d'inclure un résumé concis relatif à l'historique du laboratoire, ainsi qu'un résumé du domaine de fonctionnement et de la gamme d'essais au programme du laboratoire ainsi qu'une liste des essais effectués par le laboratoire.

#### 4.4.2 Organigrammes

Il est recommandé d'utiliser des organigrammes indiquant:

- le directeur technique, le directeur qualité ainsi que d'éventuels suppléants;
- la présentation générale des responsabilités au sein du laboratoire (y compris le rapport entre la direction, les opérations techniques, le contrôle qualité et les services d'assistance);
- les niveaux de responsabilité au sein des sections particulières du laboratoire;
- le rapport entre le laboratoire et d'éventuelles organisations mères ou sœurs.

Il convient que l'organigramme correspondant montre, pour les domaines relatifs à la qualité, que le directeur qualité a un accès direct au niveau de direction le plus élevé auquel les décisions sont prises quant à la politique ou aux ressources du laboratoire ainsi qu'au directeur technique.

#### 4.4.3 Management

Il est recommandé de fournir les détails de description des postes, qualifications, formation et expérience pour:

- le directeur technique;
- le directeur qualité;
- d'autres postes clés de direction et techniques du laboratoire.

Il convient que la description des postes comprenne:

- l'intitulé du poste ainsi qu'un résumé concis de la fonction;
- la personne ou les fonctions auxquelles le titulaire du poste rend compte;
- la personne ou les fonctions qui rendent compte au titulaire du poste;
- les tâches clés effectuées par le titulaire du poste dans le laboratoire;
- les limites d'autorité et de responsabilité.

**Le directeur technique** — Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration indiquant que le titulaire du poste a une responsabilité globale sur le fonctionnement technique du laboratoire et qu'il est chargé de s'assurer que les exigences du système qualité sont remplies.

**Le directeur qualité** — Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration indiquant que le titulaire du poste dispose de l'autorité nécessaire pour s'assurer que les exigences du système qualité sont remplies au jour le jour et que le titulaire du poste a un accès direct au niveau de direction le plus élevé auquel les décisions sont prises sur la politique ou les ressources du laboratoire et au directeur technique.

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration de

- toutes dispositions particulières relatives à la gestion et autres fonctions en cas d'absence du personnel clé;
- la méthode utilisée par le laboratoire pour que le personnel soit conscient de l'étendue et des limites de ses responsabilités;
- la politique du laboratoire vis-à-vis d'influences ou d'incitations qui pourraient affecter de manière préjudiciable le jugement du personnel ou les résultats de ses travaux;
- les mesures à prendre par le personnel lorsqu'il est confronté à de telles influences ou incitations;
- la politique du laboratoire ainsi que les dispositions générales permettant d'assurer la protection des droits de propriété et les informations ainsi que d'autres aspects de la sécurité du site.

#### 4.4.4 Personnel — Qualification et formation

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration des critères généraux du laboratoire relatifs au recrutement du personnel et à son affectation aux fonctions correspondantes et liste les qualifications universitaires et/ou professionnelles pertinentes, la formation et l'expérience du personnel de direction clé, du personnel technique et autre.

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration des procédures du laboratoire définissant par écrit les membres du personnel qui sont autorisés à utiliser l'équipement ou à rédiger les opérations d'étalonnage ou d'essai spécifiques.

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration de la politique du laboratoire relative à l'utilisation du personnel en cours de formation, y compris la supervision de ce personnel.

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration relative à la maintenance, à l'accessibilité et à l'emplacement de toutes les archives concernant la compétence, les qualifications, la formation et l'expérience du personnel.

## 4.5 Environnement d'essai

### 4.5.1 Environnement d'essai en laboratoire

Il convient que les échantillons, les réactifs et les étalons soient stockés de manière à assurer leur conservation. Il est recommandé que le laboratoire les protège contre les dommages, la contamination et la perte d'identité.

Il est peut être nécessaire dans certains laboratoires, par exemple ceux chargés de l'analyse de traces, de prendre des précautions particulières. Dans de tels cas, une séparation physique entre les essais sur les forts et faibles niveaux de concentration devrait être prévue. Lorsque des zones particulières sont mises à part pour analyse de traces, il convient de restreindre l'accès à ces zones et de contrôler soigneusement le type de travaux entrepris.

Il convient que le personnel soit conscient de:

- l'usage prévu d'une zone particulière;
- des restrictions imposées pour le travail dans de telles zones;
- les raisons pour lesquelles ces restrictions sont imposées.

Il est recommandé d'établir des procédures spécifiques pour les conditions ambiantes requises pour des catégories d'essais particuliers, par exemple la nécessité d'air conditionné, ainsi que les dispositions générales du laboratoire permettant d'obtenir de telles conditions et de pallier les dysfonctionnements des conditions de l'environnement du laboratoire.

### 4.5.2 Entretien du laboratoire

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration d'ordre général comportant une instruction destinée au personnel afin que soient maintenues dans le laboratoire des opérations de nettoyage correctes et, le cas échéant, d'adopter à cet égard des procédures spéciales.

### 4.5.3 Aménagements et conditions de travail pour le personnel

Il convient que le système qualité comprenne une déclaration indiquant l'intention du laboratoire de fournir un aménagement et des conditions de travail appropriées pour l'ensemble du personnel afin de leur permettre d'exécuter correctement leurs tâches respectives.

## 4.6 Équipements et matériaux de référence

### 4.6.1 Généralités

Il est recommandé que le système qualité comprenne un programme fonctionnel de maintenance et d'étalonnage de l'équipement utilisé dans le laboratoire.

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration sur l'utilisation des matériaux de référence (un matériau ou une substance stable et homogène ayant une ou plusieurs propriétés suffisamment bien établies pour être utilisées pour l'étalonnage de l'appareillage, pour l'évaluation des méthodes de mesure ou pour l'attribution de valeurs aux matériaux).

#### 4.6.2 Équipement de service général

Il convient que l'entretien des équipements de services généraux soit uniquement effectué par nettoyage et contrôle de sécurité si nécessaire. Les étalonnages ou vérifications des performances seront nécessaires lorsque le réglage pourra affecter de manière déterminante l'essai ou le résultat analytique (par exemple, la température d'un four à moufle ou d'un bain thermostatique).

#### 4.6.3 Équipement volumétrique

L'utilisation correcte des équipements volumétriques est d'une importance primordiale pour les mesures analytiques et il convient de maintenir, étalonner et utiliser ces équipements de manière adaptée à l'exactitude requise des données. Pour obtenir un niveau d'exactitude élevé, les mesures par masse plutôt que par volume peuvent souvent être effectuées. Le type utilisé (verre, polytétrafluoroéthylène, etc.), le nettoyage, le stockage et la séparation des équipements volumétriques sont déterminants pour éviter une contamination, particulièrement en ce qui concerne les analyses de traces, lorsque le relargage et l'adsorption peuvent être significatifs.

#### 4.6.4 Balances et autres instruments de mesures

Il est recommandé de vérifier périodiquement les performances des balances, à des intervalles spécifiés. Il est admis de vérifier les autres instruments (par exemple: leur réponse, stabilité et linéarité des sources, capteurs et détecteurs, l'efficacité de séparation des systèmes chromatographiques, la résolution, l'alignement et l'exactitude de la longueur d'onde des spectromètres, etc.).

Ces contrôles sont d'autant plus importants si les erreurs ne sont pas facilement détectées dans le cadre des opérations de routine du système de contrôle qualité.

#### 4.6.5 Calculateurs et processeurs de données

Il convient de vérifier périodiquement et d'entretenir les systèmes informatiques. Il est recommandé que le logiciel informatique soit pleinement documenté et valide avant utilisation.

#### 4.6.6 Équipements défectueux

Il est recommandé de retirer immédiatement les équipements défectueux des travaux analytiques, de ne pas les remettre en service avant qu'ils ne soient réétalonnés, revalidés et leur utilisation de nouveau autorisée.

### 4.7 Réception et manipulation des échantillons d'essai

#### 4.7.1 Généralités

Des dispositions générales sont nécessaires pour

- la réception, l'enregistrement et la manipulation des éléments soumis à l'essai;
- le transfert des éléments soumis à l'essai vers et en provenance du laboratoire;
- le transfert des éléments soumis à l'essai entre les différents services du laboratoire;
- l'échantillonnage, le transport, la conservation, la fixation et la protection des éléments soumis à l'essai, le cas échéant.

#### 4.7.2 Identification des échantillons d'essai

Il convient de mettre en place un système d'identification des éléments soumis à l'essai et d'éventuels accessoires.

#### 4.7.3 Condition des échantillons d'essai à la réception

Il est recommandé que le système qualité comprenne une déclaration relative à la procédure d'enregistrement de la condition d'un élément à la réception ainsi qu'aux mesures à prendre, en collaboration avec le client, si l'adéquation d'un élément soumis à l'essai est douteuse.