

PROGRAMME D'ACCRÉDITATION DES LABORATOIRES D'ANALYSE



LIGNES DIRECTRICES CONCERNANT LES TRAVAUX ANALYTIQUES EN CHIMIE (DR-12-SCA-01)

Mise à jour 20 mars 2018

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MDDELCC).

Renseignements

Pour tout renseignement complémentaire :

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Ministère du Développement durable, de l'Environnement
et de la Lutte contre les changements climatiques
Complexe scientifique
2700, rue Einstein, bureau E-2-220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301

Télécopieur : 418 528-1091

Courriel : ceaeq@mddelcc.gouv.qc.ca

Pour vous procurer nos documents, veuillez consulter notre site Web au www.mddelcc.gouv.qc.ca, section « CEAEQ » ou au www.ceaeq.gouv.qc.ca.

Référence à citer

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Québec, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2018, 24 p.

Dépôt légal – 2018

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

978-2-550-80757-5 (PDF)

ISBN 978-2-550-55788-3 (PDF), Édition précédente

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec - 2018

AVANT-PROPOS

Ce document s'adresse à tous les laboratoires de chimie accrédités par le ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec. Il précise les lignes directrices auxquelles ces laboratoires doivent se conformer dans le cadre du Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (PALA).

Tous les éléments dont il est question dans ce document sont vérifiés au cours de l'évaluation sur site et font l'objet d'un rapport d'évaluation. Le laboratoire doit, par la suite, soumettre un rapport de correction des éléments non conformes décelés lors de l'évaluation et démontrer l'application de son programme d'assurance et de contrôle de la qualité.

La correspondance entre les sections de ce document et celles du chapitre III du document *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : normes et exigences* (DR-12-PALA)¹ est indiquée entre parenthèses au début de chacune des sections.

TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS.....	3
1 LOCAUX ET ENVIRONNEMENT (SECTION 5.3)	5
1.1 Aménagement	5
1.2 Propreté.....	5
2 MATÉRIEL, RÉACTIFS ET MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE (SECTIONS 4.6 ET 5.9)	6
2.1 Produits chimiques, réactifs, étalons et matériaux de référence	6
2.2 Verrerie.....	8
2.3 Système d'eau déminéralisée ou distillée	8
3 ÉQUIPEMENT (SECTIONS 5.5 ET 5.6).....	8
3.1 Système d'inventaire de l'équipement.....	9
3.2 Étalonnage.....	9
3.3 Entretien et calibrage de l'équipement.....	9
4 MÉTHODES D'ANALYSE (SECTIONS 5.4 ET 5.9)	12
4.1 Vérification des méthodes utilisées.....	12
4.2 Disponibilité des méthodes d'analyse	12
4.3 Validation des méthodes	12
4.4 Incertitude de mesure (section 5.4.6)	13
4.5 Système informationnel	14
5 TRAÇABILITÉ DE L'INFORMATION (SECTIONS 5.8 ET 5.10).....	14
5.1 Échantillonnage et conservation des échantillons (section 5.8)	15
5.2 Demande d'analyse et enregistrement des échantillons au laboratoire	16
5.3 Cahier de laboratoire et feuille de travail.....	16
5.4 Rapport d'essai (section 5.10)	16
6 ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ (SECTIONS 5.6 ET 5.9).....	17
6.1 Activités de contrôle de la qualité des procédures analytiques.....	18
6.2 Éléments du contrôle de la qualité analytique.....	18
6.3 Contrôle minimum à exercer.....	18
6.4 Vérification du contrôle de l'assurance qualité.....	19
RÉFÉRENCES.....	20
BIBLIOGRAPHIE	21
ANNEXE I.....	22
ANNEXE II.....	23
ANNEXE III.....	24

1 LOCAUX ET ENVIRONNEMENT (SECTION 5.3)

1.1 Aménagement

L'aménagement du laboratoire de même que la disposition du matériel et des différents appareils doivent être adéquats pour faciliter le travail des analystes. Les activités de chimie, de microbiologie et de toxicologie doivent être effectuées dans des locaux séparés. De plus, une séparation efficace doit être aménagée entre les zones avoisinantes lorsque des activités incompatibles s'y déroulent.

Les locaux doivent comporter les éléments suivants :

- espace de réception des échantillons;
- espace d'entreposage;
- produits chimiques;
- ventilation pour les solvants organiques et les acides concentrés volatils (un espace de rangement sous une hotte est considéré comme suffisant);
- séparation des produits incompatibles;
- espace de réfrigération;
- hottes d'évacuation en nombre suffisant.

1.1.1 Laboratoire mobile

Un laboratoire mobile doit être identifié par un numéro unique et permanent. Le laboratoire doit avoir un registre de localisation et des déplacements, et ce registre doit être accessible au laboratoire en tout temps.

Une évaluation de l'impact des conditions ambiantes sur les activités d'analyse doit être effectuée. Les conditions susceptibles d'avoir un effet sur les résultats des essais et de l'étalonnage sur site doivent être consignées. De plus, des critères d'opération doivent être établis et disponibles pour consultation au laboratoire mobile.

1.2 Propreté

La propreté de l'équipement, des tables de travail et du laboratoire en général doit être assurée afin de favoriser un travail de qualité. La personne responsable du laboratoire doit s'assurer que des mesures sont prises pour maintenir la propreté requise à la bonne marche des divers travaux de chimie. Les procédures d'entretien appliquées ne doivent pas influencer les résultats.

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

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

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

2.1 Produits chimiques, réactifs, étalons et matériaux de référence

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

Dans le cas où des registres seraient communs à plus d'un laboratoire d'une même organisation, ils doivent être disponibles dans chacun des laboratoires, et de l'information sur la localisation des éléments doit être disponible dans chaque registre.

2.1.1 Registre d'inventaire des réactifs et des produits chimiques

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

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

2.1.2 Registre d'inventaire des étalons et des matériaux de référence

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

- nom du produit ou du matériau;
- numéro de lot;
- nom du fabricant;
- concentration;
- date de réception;
- date d'expiration, le cas échéant;
- **activité initiale (s'applique aux substances nucléaires).**

Les certificats liés à la qualité des lots doivent être disponibles.

2.1.3 Qualité des lots d'étalons et matériaux de référence

Les étalons d'un nouveau lot doivent être vérifiés et être conformes aux critères d'acceptabilité préétablis. Cette vérification de la qualité des nouveaux lots d'étalons doit être retraçable.

La date de péremption des étalons et des matériaux de référence peut être repoussée s'il est démontré qu'ils ont conservé leurs propriétés. Pour ce faire, les matériaux de référence et les étalons concernés doivent être revalidés avant la prolongation de leur utilisation, avec un nouveau lot vérifié, non revalidé. Cette nouvelle validation doit être documentée et enregistrée. Les critères d'acceptabilité doivent être les mêmes que ceux utilisés pour les nouveaux lots. Une nouvelle date de péremption doit être identifiée et justifiée.

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

Dans le cas de substances nucléaires, l'activité doit faire l'objet d'un nouveau calcul, en particulier lorsque les demi-vies des isotopes utilisés sont courtes. Ce calcul doit être documenté et enregistré.

2.1.4 Préparation des solutions

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

Les éléments suivants, entre autres, doivent être indiqués dans le registre :

- identification de la solution;
- concentration de la solution ou code de référence pour une solution multiparamètre;
- masses et/ou volumes utilisés;
- numéro de lot ou autre référence des produits utilisés;
- date de préparation;
- initiales de l'analyste;
- date de péremption.

2.1.5 Identification et conservation des solutions

Les éléments suivants doivent être indiqués sur le contenant de toutes les solutions préparées :

- identification retraçable dans le registre de préparation;
- date de préparation;
- date de péremption ou durée de vie.

Le mode de conservation de chacune des solutions doit être décrit (durée de vie de la solution et température de conservation).

2.2 Verrerie

La verrerie utilisée au laboratoire doit être en bon état et conforme aux besoins pour les analyses à réaliser. Elle doit être décontaminée et dédiée lorsque cela est requis. Les protocoles et instructions de lavage de la verrerie doivent être disponibles pour le personnel responsable du lavage de la verrerie.

2.3 Système d'eau déminéralisée ou distillée

L'eau servant aux analyses et au rinçage doit être de bonne qualité et celle-ci doit être vérifiée régulièrement. L'efficacité du système de purification de l'eau doit être vérifiée à intervalles réguliers et les mesures correctives nécessaires doivent être appliquées et enregistrées. Une instruction et un registre portant sur l'entretien du système de purification de l'eau doivent être disponibles dans le laboratoire.

2.3.1 Le paramètre suivant doit être vérifié à la fréquence indiquée et le résultat doit être enregistré.

PARAMÈTRE	FRÉQUENCE	RÉSULTAT ATTENDU (à 25 °C)
Conductivité ou résistivité	1/semaine	< 2 $\mu\text{mhos/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) ou > 0,5 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$

Si la conductivité ou la résistivité est obtenue à partir de la lecture d'un instrument intégré au système de traitement de l'eau, elle doit être vérifiée à l'aide d'un second instrument au moins une fois par période de six mois.

3 ÉQUIPEMENT (SECTIONS 5.5 ET 5.6)

L'équipement de laboratoire doit être en bon état et conforme aux méthodes d'analyse utilisées. Un registre d'entretien et de réparation doit être tenu pour chaque instrument, et la performance de chacun d'entre eux doit faire l'objet de vérifications périodiques. Toutes les activités d'entretien et de réparation doivent être consignées. De façon générale, tous les instruments doivent être conformes aux spécifications de leur fabricant. Des instructions concernant l'utilisation et l'entretien de l'équipement doivent être disponibles et le personnel doit être formé pour l'utilisation de l'équipement.

Dans le cas d'un laboratoire mobile, l'équipement qui est sensible au transport doit être vérifié ou étalonné chaque jour d'utilisation et après chaque déplacement. Les résultats de la vérification ou de l'étalonnage doivent être conservés. Les instructions liées aux vérifications de l'équipement et le résultat des vérifications doivent être accessibles dans le laboratoire mobile.

3.1 Système d'inventaire de l'équipement

Le registre d'inventaire de l'équipement doit contenir les renseignements suivants :

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

Tout l'équipement nécessitant une vérification ou un étalonnage doit être inscrit dans l'inventaire. Dans le cas où l'inventaire serait commun à plus d'un laboratoire d'une même organisation, il doit être disponible dans chacun des laboratoires, et le site sur lequel l'équipement est présent doit être indiqué dans l'inventaire.

3.2 Étalonnage

Chaque appareil de mesure doit être étalonné selon une fréquence établie, et au moins une fois par année. Lorsque cela est possible, le statut d'étalonnage doit être indiqué sur l'équipement. La courbe d'étalonnage doit être constituée d'un minimum de trois points, et les critères d'acceptabilité de cette courbe doivent être établis et documentés.

Les éléments suivants doivent aussi être disponibles :

- le manuel d'utilisation des appareils de mesure;
- les instructions d'étalonnage de chaque appareil;
- les critères d'acceptabilité pour la courbe d'étalonnage;
- les données d'étalonnage.

3.3 Entretien et calibrage de l'équipement

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

3.3.1 Micropipettes

Les micropipettes doivent être vérifiées ou étalonnées avant leur mise en service et après chaque réparation ou prêt. La procédure d'étalonnage des micropipettes doit définir la fréquence de l'étalonnage et des critères d'acceptabilité qui respectent les exigences des méthodes. Les données d'étalonnage doivent être enregistrées. Les micropipettes ayant une incidence sur le résultat doivent être vérifiées au moins une fois par semaine d'utilisation.

Un registre d'entretien des micropipettes doit contenir les renseignements concernant les dysfonctionnements, les modifications, les réparations, l'entretien, la liste des pièces remplacées ainsi que le responsable de l'entretien.

3.3.2 Réfrigérateurs, congélateurs, étuves et fours

La température de chaque équipement doit être enregistrée chaque jour d'utilisation. Les critères d'acceptabilité doivent être disponibles pour consultation et correspondre à la précision requise dans les méthodes d'analyse. Lorsque ces critères sont dépassés, des actions doivent être entreprises et documentées.

3.3.3 Thermomètres et sondes

La précision des thermomètres et des sondes de température utilisés en laboratoire doit satisfaire aux exigences de l'analyse. Lorsqu'ils ont une incidence sur le protocole analytique auquel ils sont liés, ils doivent être vérifiés annuellement à l'aide d'un thermomètre certifié, et cette vérification doit être enregistrée. Si la vérification du calibrage est effectuée par une firme externe, celle-ci doit être accréditée par un organisme reconnu. Le laboratoire doit définir un critère d'acceptabilité qui respecte les exigences des méthodes d'analyse utilisées.

3.3.3.1 Système d'enregistrement de la température en continu

Un système d'enregistrement de la température en continu peut être utilisé afin d'automatiser la prise des différentes températures. Le laboratoire doit avoir une instruction qui définit l'utilisation, l'entretien et la calibration du système de même que la gestion des critères d'acceptabilité de température. Les sondes devraient être immergées dans un liquide adéquat lorsqu'il est possible de le faire.

Toutes les sondes et tous les lecteurs d'un système d'enregistrement des températures en continu doivent être identifiés. L'inventaire de l'équipement doit indiquer ces éléments et permettre l'association entre le lecteur et la sonde, le cas échéant.

3.3.3.1.1 Enregistrement des températures

L'enregistrement des températures doit être effectué à une fréquence minimale d'une fois toutes les heures. Le laboratoire doit définir un critère

d'acceptabilité qui respecte les exigences des méthodes d'analyse. Tout dépassement de critère pour une période consécutive de quatre heures ou plus dans le cadre d'une utilisation régulière devra être documenté, et des actions devront être entreprises lorsque cela sera requis. Les dépassements enregistrés lors des activités de maintenance doivent être documentés pour chaque événement.

La vérification annuelle des sondes à l'aide du thermomètre certifié doit tenir compte de la sonde et du lecteur associé, le cas échéant. La vérification peut être effectuée par une firme externe, et les données qui en découlent doivent être disponibles.

3.3.4 Balances

Le calibrage de toutes les balances du laboratoire doit être vérifié à l'aide d'un assortiment de poids certifiés, au minimum à une fréquence annuelle et selon une procédure et des critères d'acceptabilité établis. Cette vérification doit être enregistrée. Si la vérification du calibrage est effectuée par une firme externe, celle-ci doit être accréditée par un organisme reconnu. Même si la vérification des balances est effectuée par une firme externe, le laboratoire doit avoir en sa possession un assortiment de poids de référence certifiés. À chaque jour d'utilisation d'une balance, on doit s'assurer qu'elle est au niveau et qu'elle est exempte de poussière. Les balances doivent être placées à l'abri de courants d'air, dans un endroit peu fréquenté du laboratoire et sur une table à l'épreuve des vibrations. On doit s'assurer de la bonne opération de la balance préférablement chaque jour d'utilisation, mais au minimum une fois par semaine d'utilisation, à l'aide de poids de référence. **Le résultat de cette vérification doit être enregistré et des actions entreprises lorsque les critères établis sont dépassés.** Cette vérification hebdomadaire ne peut être effectuée avec l'assortiment de poids certifiés utilisé pour la vérification annuelle de la balance.

Pour un laboratoire mobile, cette vérification doit être effectuée à chaque déplacement du laboratoire.

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

3.3.5 Thermomètres et poids certifiés

Les thermomètres et l'assortiment de poids certifiés, utilisés pour la vérification annuelle, doivent être étalonnés au minimum une fois tous les trois ans par un organisme reconnu. L'organisme doit fournir un certificat d'étalonnage, et ce dernier doit être conservé par le laboratoire. **Le thermomètre certifié doit être étalonné à des températures similaires aux températures requises par les méthodes analytiques utilisées au laboratoire et doit couvrir l'étendue de ces températures. Une étendue de 30 °C est considérée comme acceptable.**

4 MÉTHODES D'ANALYSE (SECTIONS 5.4 ET 5.9)

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

4.1 Vérification des méthodes utilisées

Le laboratoire doit utiliser des méthodes d'analyse reconnues ou normalisées, il doit également utiliser les méthodes appropriées selon la nature des échantillons soumis. Ces méthodes doivent correspondre à celles identifiées lors de la demande d'accréditation. La personne responsable du laboratoire doit faire part au Ministère des modifications apportées aux méthodes faisant l'objet d'une accréditation.

Le document *Lignes directrices sur les principes méthodologiques pour l'analyse des métaux* (DR-12-MÉT)² précise quels sont les principes méthodologiques qui doivent être appliqués par les laboratoires accrédités pour l'analyse des métaux pour chacun des domaines.

4.2 Disponibilité des méthodes d'analyse

Les méthodes d'analyse utilisées au laboratoire doivent être disponibles pour le personnel du laboratoire, comprises et regroupées sur les lieux de travail. Elles peuvent être de format papier ou électronique. Un exemple de calcul relatif à chaque protocole analytique doit être disponible pour l'analyste.

4.3 Validation des méthodes

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

- limite de détection (LDM);
- limite de quantification (LQM);
- sensibilité;
- réplicabilité;
- répétabilité;
- justesse;
- pourcentage de récupération.

La définition de ces éléments est précisée dans le document intitulé *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie* (DR-12-VMC)³.

La limite de quantification d'une méthode doit être égale ou inférieure à la valeur du minimum indiqué dans le document *Critères de variation relatifs* (DR-12-CVR)⁴.

Quelques éléments de validation ne sont pas applicables pour certains paramètres et ne peuvent donc pas être évalués dans des cas spécifiques. Le document *Directives sur la validation des méthodes d'analyse en chimie* (DR-12-VAL)⁵ décrit le type de matériaux qui doit être utilisé pour chacun des éléments de validation.

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

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

4.3.1 Vérification annuelle des données de validation (actualisation)

Les données de validation doivent être vérifiées au minimum une fois par année et mises à jour lorsqu'elles sont significativement différentes. Les éléments de validation suivants, entre autres, doivent être vérifiés :

- LQM

La LQM doit être vérifiée par l'utilisation d'échantillons de contrôle (matériau de référence, matériau de référence certifié ou étalon n'ayant pas servi à la courbe d'étalonnage) à des niveaux de concentration près de la limite de quantification (de trois à dix fois la LQM). Des matériaux de référence, des matériaux de référence certifiés ou des étalons différents de ceux utilisés pour l'étalonnage de l'instrument peuvent être utilisés.

- Justesse

La justesse peut être vérifiée à partir de l'ensemble des résultats obtenus pour les éléments de contrôle de la qualité (matériau de référence validé et matériau de référence certifié). Elle peut aussi être vérifiée avec les données obtenues lors des essais d'aptitude.

- Répétabilité

La répétabilité peut être vérifiée à partir de l'ensemble des résultats obtenus pour les éléments de contrôle de la qualité.

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

4.4 Incertitude de mesure (section 5.4.6)

Le laboratoire doit disposer d'une procédure pour déterminer l'incertitude de mesure pour chacune des méthodes utilisées en chimie. Le document *Guide d'estimation de l'incertitude des mesures pour les analyses chimiques* (DR-12-INC)⁶, présente une approche basée sur l'utilisation des éléments de contrôle de la qualité utilisée dans chacune des séquences d'analyses. Le laboratoire peut utiliser toute autre approche valide qu'il documentera pour la détermination

de l'incertitude. Les données doivent être disponibles en tout temps pour chacune des méthodes et être fournies aux clients qui en font la demande.

4.5 Système informationnel

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

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

Les applications informatiques de transferts de données et les méthodes de calculs automatisés doivent être validées avant leur première utilisation, de même qu'après toute modification.

4.5.1 Gabarits de calcul

Les gabarits de calcul sont souvent utilisés en laboratoire. Conçus principalement pour automatiser des étapes de calcul, ils peuvent être des chiffriers électroniques programmés pour réaliser des calculs répétés ou complexes ou toute autre forme de système automatisant les calculs.

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

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

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

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

5.1 Échantillonnage et conservation des échantillons (section 5.8)

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

5.1.1 Responsabilité

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

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

Le laboratoire doit avoir une instruction pour la préparation des agents de conservation, lorsque cela est applicable, et pour l'utilisation de contenants conformes pour la conservation des échantillons.

5.1.2 Identification des échantillons

Chaque échantillon doit être identifié avec les renseignements suivants :

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

5.1.3 Rejet des échantillons non conformes

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

5.2 Demande d'analyse et enregistrement des échantillons au laboratoire

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

- date du prélèvement;
- identification de l'échantillon;
- identification du préleveur*;
- identification du point de prélèvement*;
- identification du client**;
- nature de l'échantillon;
- **conformité de l'échantillon à la réception;**
- paramètres demandés;
- date de réception;
- numéro de laboratoire (numéro assigné à l'échantillon par le laboratoire);
- nombre de contenants;
- commentaires appropriés.

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

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

5.3 Cahier de laboratoire et feuille de travail

Les cahiers de laboratoire et les feuilles de travail doivent contenir, sans s'y limiter, les renseignements suivants :

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

5.4 Rapport d'essai (section 5.10)

Le rapport d'essai doit contenir, sans s'y limiter, les renseignements suivants :

- un titre (par exemple : rapport d'analyse);
- le nom et l'adresse du laboratoire, ainsi que le lieu où l'analyse a été effectuée, s'il diffère de l'adresse du laboratoire*;
- l'indication unique du rapport d'analyse (tel que le numéro de série) et, sur chaque page, une indication permettant d'assurer que la page est reconnue comme faisant partie du rapport, avec une indication claire de la fin du rapport;
- le nom et l'adresse du client, s'il y a lieu*;

- le numéro de laboratoire ou une description non ambiguë de l'échantillon;
- la nature de l'échantillon;
- la date de réception de l'échantillon;
- la date de l'échantillonnage;
- l'identification du préleveur**;
- l'identification de la méthode employée;
- la date de réalisation des analyses;
- toute divergence, ajout ou suppression par rapport à la méthode d'analyse utilisée;
- les résultats des analyses et les unités de mesure;
- la signature du rapport par le superviseur ou d'un signataire autorisé tel que prévu au DR-12-PER⁷;
- la date d'émission du rapport;
- le pourcentage de récupération des étalons de recouvrement (*surrogates*), s'il y a lieu;
- une indication concernant la correction des résultats analytiques en fonction des récupérations des étalons de recouvrement (*surrogates*), ou traceur, s'il y a lieu;
- une mention claire des travaux réalisés en sous-traitance, s'il y a lieu;
- une identification claire des paramètres accrédités par rapport à ceux pour lequel le laboratoire ne détient pas d'accréditation;
- un avertissement précisant que certificat ou le rapport ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation écrite du laboratoire*.

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

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

Lorsque l'analyse est réalisée dans un laboratoire mobile, le rapport d'analyse doit aussi contenir les renseignements suivants :

- le numéro d'identification du laboratoire mobile;
- la localisation du laboratoire mobile lors de l'analyse;
- les conditions ambiantes (si cela est pertinent);
- la mention claire des travaux réalisés au laboratoire mobile.

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

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

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

6.1 Activités de contrôle de la qualité des procédures analytiques

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

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

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

6.2 Éléments du contrôle de la qualité analytique

Un contrôle de la qualité adéquat doit faire référence aux éléments de contrôle suivants en fonction de la nature et du nombre d'échantillons analysés :

- blanc de méthode analytique;
- réplicat ou duplicata d'échantillon;
- échantillon fortifié;
- étalon d'injection (volumétrique);
- matériau de référence;
- matériau de référence certifié;
- étalon de recouvrement (*surrogate*);
- traceurs.

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

6.3 Contrôle minimum à exercer

Les éléments de contrôle de qualité qui doivent toujours être appliqués lors d'une séquence d'analyses ou d'une série d'analyses, nonobstant le nombre d'échantillons, sont :

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

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

Les fréquences d'insertion pour tous les éléments de contrôle de la qualité, autres que les blancs de méthode analytique, **doivent atteindre un pourcentage d'au moins 10 % du nombre d'échantillons à analyser (voir annexe II)**. Les éléments autres que les matériaux de référence, tels que le duplicata, l'échantillon fortifié et le réplica, doivent préférablement être analysés en alternance. **Les fréquences d'insertion des blancs de méthode analytique et des matériaux de référence doivent être d'au moins 5 % du nombre d'échantillons à analyser dans une même séquence (voir l'annexe II)**.

Les composés analysés selon une méthode donnée doivent être appuyés par les éléments de contrôle de la qualité qui couvrent la totalité des composés de la méthode dans la mesure où ils sont disponibles.

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

Pour l'analyse de substances nucléaires, le choix du traceur doit être fait en fonction du ou des radionucléides analysés.

6.3.1 Contrôle minimal pour les analyses agricoles

En ce qui concerne les échantillons d'origine agricole dont l'analyse n'est pas requise par la Loi sur la qualité de l'environnement (R.L.R.Q., chapitre Q-2), une fréquence minimale d'insertion des éléments de contrôle de la qualité de 5 % est autorisée et exclut les blancs analytiques (voir l'annexe III). La fréquence d'insertion des matériaux de référence pour ces analyses agricoles doit être d'au moins 2 % du nombre d'échantillons à analyser dans une même séquence (voir l'annexe III).

6.4 Vérification du contrôle de l'assurance qualité

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

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

RÉFÉRENCES

1. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : Normes et exigences*, DR-12-PALA, Québec, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 2012, 77 p.
2. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices sur les principes méthodologiques pour l'analyse des métaux*, DR-12-MÉT, Québec, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2016, 10 p.
3. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2015, 29 p.
4. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Critères de variation relatifs*, DR-12-CVR, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2017, 26 p.
5. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Directive sur la validation des méthodes d'analyse en chimie*, DR-12-VAL, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2015, 21 p.
6. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'estimation de l'incertitude des mesures pour les analyses chimiques*, DR-12-INC, Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2016, 14 p.
7. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. *Exigences relatives à la qualification du personnel*, DR-12-PER, Québec, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2018, 13 p.

BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Terminologie recommandée pour l'analyse des métaux*, 4^e éd., Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2012. 15 p.

QUÉBEC. *Loi sur la qualité de l'environnement : R.L.R.Q., chapitre Q-2*, à jour au 1^{er} décembre 2017, [Québec], Éditeur officiel du Québec, 2017.

QUÉBEC. *Règlement sur la qualité de l'eau potable, chapitre Q-2, r. 40*, à jour au 15 novembre 2017, [Québec], Éditeur officiel du Québec, 2017

ANNEXE I

Définitions

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

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

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

Étalon de recouvrement (*surrogate*) : un composé se comportant de façon similaire aux composés analysés et ajouté à l'échantillon avant le processus analytique qui permet d'évaluer le taux de récupération. On emploie aussi le terme étalon d'extraction.

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

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

Matériau de référence certifié : matériau dont les valeurs des propriétés sont certifiées par une procédure techniquement valide, délivré par un organisme de certification et accompagné d'un certificat.

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

Traceur : quantité connue d'un radio-isotope qui est ajoutée à une solution contenant un radio-isotope chimiquement équivalent mais dont la concentration est inconnue. Cet ajout est fait avant le processus analytique et permet d'en mesurer le rendement.

ANNEXE II

Fréquence minimale d'insertion des éléments de contrôle de la qualité

NOMBRE D'ÉCHANTILLONS À ANALYSER DANS UNE MÊME SÉQUENCE	NOMBRE DE BLANCS	NOMBRE DE MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE OU DE MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS	ÉLÉMENTS AUTRES*
de 1 à 10	1	1	0
de 11 à 20	1	1	1
de 21 à 30	2	2	1
de 31 à 40	2	2	2
de 41 à 50	3	3	2
de 51 à 60	3	3	3
de 61 à 70	4	4	3
de 71 à 80	4	4	4
de 81 à 90	5	5	4
de 91 à 100	5	5	5
Plus de 100	5 %	5 %	5 %

*Éléments : duplicata, réplikat et échantillon fortifié, préférablement en alternance.

ANNEXE III

Fréquence minimale d'insertion des éléments de contrôle de la qualité

Analyses en chimie agricole hors réglementation du MDDELCC

NOMBRE D'ÉCHANTILLONS À ANALYSER DANS UNE MÊME SÉQUENCE	NOMBRE DE BLANCS	NOMBRE DE MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE OU DE MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS	ÉLÉMENTS AUTRES*
de 1 à 20	1	1	0
de 21 à 40	1	1	1
de 41 à 60	1	1	2
de 61 à 80	1	2	2
de 81 à 100	1	2	3
Plus de 100	1 %	2 %	3 %

La fréquence d'insertion des blancs : minimum 1 % des échantillons.

La fréquence d'insertion pour tous les éléments de contrôle de la qualité autres que les blancs : minimum 5 % des échantillons.

*Éléments : duplicata, répliat et échantillon fortifié, préférablement en alternance.

**Développement durable,
Environnement et Lutte
contre les changements
climatiques**

Québec 