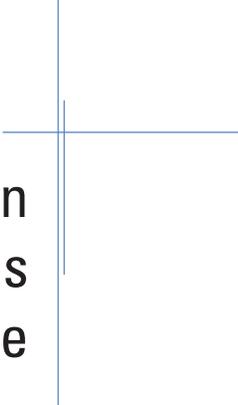




Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada



Lignes directrices pour l'accréditation des laboratoires d'essais d'analyse minérale

CAN-P-1579
décembre 2004

LIGNES DIRECTRICES POUR L'ACCRÉDITATION DES LABORATOIRES D'ESSAIS D'ANALYSE MINÉRALE

GUIDELINES FOR THE ACCREDITATION OF MINERAL ANALYSIS TESTING LABORATORIES

CAN-P-1579

Décembre 2004

**DOMAINE DE SPÉCIALITÉ DE PROGRAMME – ESSAIS D'ANALYSE MINÉRALE
(DSP-EAM)**

Copyright © Conseil canadien des normes, 2004

Tous droits réservés. Aucune partie du présent document ne peut être reproduite, stockée dans un système électronique d'extraction, ni transmise, sous quelque forme que ce soit ni par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'enregistrement ou autrement sans le consentement écrit préalable de l'éditeur :



Le Conseil canadien des normes
270, rue Albert, bureau 200
Ottawa (Ontario)
K1P 6N7
Canada
Téléphone : (613) 238-3222
Télécopieur : (613) 569-7808
Courriel : info@scc.ca

NOTE : English copies of this document can be obtained by writing to:

The Standards Council of Canada
200-270 Albert Street, Ottawa, Ontario, K1P 6N7
Tel.: (613) 238-3222
Fax: (613) 569-7808

Table des matières

AVANT-PROPOS.....	II
PRÉFACE	III
INTRODUCTION	V
EXIGENCES GÉNÉRALES ET SUPPLÉMENTAIRES.....	1
1.0 PORTÉE	1
2.0 RÉFÉRENCE NORMATIVES.....	1
3.0 TERMES ET DÉFINITIONS	4
4.0 EXIGENCES RELATIVES AU MANAGEMENT	9
4.2 <i>Système qualité</i>	9
4.3 <i>Contrôle des documents</i>	9
4.12 <i>Contrôle des dossiers</i>	9
5.0 EXIGENCES TECHNIQUES	11
5.2 <i>Personnel</i>	11
5.3 <i>Accommodation et conditions environnementales</i>	12
5.4 <i>Procédures d'essais et d'étalonnage et validation des procédures</i>	12
5.4.5 <i>Validation des méthodes</i>	13
5.5 <i>Équipement</i>	15
5.6 <i>Traçabilité du mesurage</i>	16
5.7 <i>Échantillonnage</i>	17
5.9 <i>Assurer la qualité de résultats d'essais et d'étalonnages</i>	17
5.10 <i>Comptes rendus des résultats</i>	19
6.0 ÉVALUATION DU RENDEMENT DU LABORATOIRE	19
6.1 <i>Conditions générales de l'essai d'aptitude (EA)</i>	19
6.2 <i>Programme d'essais d'aptitude (EA)</i>	20
6.2.1 <i>Évaluation quantitative</i>	20
6.2.1.1 <i>Établissement de la valeur attribuée</i>	20
6.2.1.2 <i>Calcul et interprétation des scores z</i>	21
6.2.2 <i>Rapport des résultats</i>	22
6.3 <i>Procédures en cas de rendement non satisfaisant du laboratoire</i>	22
ANNEXE A - GROUPE DE TRAVAIL DES LABORATOIRES D'ANALYSE MINÉRALE	24
ANNEXE B - LISTE DE SUBSTANCES À ANALYSER POUR LES ESSAIS D'APTITUDE.....	25
ANNEXE C - CRITÈRES D'ÉVALUATION DU RENDEMENT AUX ESSAIS D'APTITUDE	26
ANNEXE D - LIGNE DIRECTRICE GÉNÉRALE POUR DÉTERMINER L'INCERTITUDE DE LA MESURE	32

AVANT-PROPOS

Le Conseil canadien des normes (le « Conseil ») est une société d'État qui a été constituée en vertu d'une loi adoptée par le Parlement en 1970, modifiée en 1996, pour encourager et promouvoir la normalisation volontaire au Canada. Bien que financé en partie en vertu d'un crédit parlementaire, il est indépendant du gouvernement pour ce qui est de ses politiques et de son fonctionnement. Le Conseil est composé de membres provenant du gouvernement et d'organismes du secteur privé.

Le Conseil a pour mission d'encourager les Canadiens à participer aux activités relatives à la normalisation volontaire; d'encourager la coopération entre les secteurs privé et public en matière de normalisation volontaire au Canada; de coordonner les efforts des personnes et organismes s'occupant du Système national de normes, et de voir à la bonne marche de leurs activités; d'encourager, dans le cadre d'activités relatives à la normalisation, la qualité, la performance et l'innovation technologique en ce qui touche les produits et les services canadiens; d'élaborer des stratégies et de définir des objectifs à long terme en matière de normalisation.

Par essence, le Conseil encourage au Canada une normalisation efficiente et efficace, lorsque celle-ci ne fait l'objet d'aucune mesure législative, en vue de faire progresser l'économie nationale, de contribuer au développement durable, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être des travailleurs et du public, d'aider et de protéger les consommateurs, de faciliter le commerce intérieur et extérieur, et de développer la coopération internationale en matière de normalisation.

En outre, le Conseil est le point de convergence du gouvernement en ce qui a trait à la normalisation volontaire et représente le Canada dans le cadre d'activités internationales de normalisation. Il établit également les politiques et les procédures nécessaires à l'élaboration des Normes nationales du Canada et à l'accréditation des organismes d'élaboration de normes, des organismes de certification, des laboratoires d'essais et d'étalonnages, des organismes d'enregistrement des systèmes de gestion de la qualité et de management environnemental, ainsi que des organismes certifiant les auditeurs de systèmes de gestion de la qualité et de management environnemental et ceux offrant une formation à ces derniers. Enfin, le Conseil défend le principe de reconnaissance de l'accréditation ou de systèmes équivalents en tant que moyen de réduire le nombre d'évaluations et d'audits, au Canada de même qu'entre le Canada et ses partenaires commerciaux.

Le présent document fait partie de ceux qui ont été publiés par le Conseil canadien des normes pour définir les politiques, les projets et les méthodes qu'il a établis pour l'aider à remplir son mandat. Les demandes d'éclaircissement et les recommandations de modification du présent document ou les demandes d'exemplaires supplémentaires doivent être adressées directement à l'éditeur ou au CCN par l'intermédiaire de son site Web à <http://www.ccn.ca>.

PRÉFACE

Les laboratoires d'analyse minérale doivent faire face à une demande sans cesse croissante de résultats analytiques fiables et il leur incombe de démontrer officiellement qu'ils possèdent la compétence nécessaire pour gérer et exécuter ces activités d'essai. Il est important que les données produites par un laboratoire individuel soient fiables et comparables à celles que produisent les autres laboratoires. Cet état de chose s'est traduit par une augmentation de la réglementation et de la surveillance au niveau des Bourses de valeurs du Canada et de beaucoup d'autres pays au sujet des décisions à prendre pour les investissements miniers.

Le Domaine de spécialité de programme – essais d'analyse minérale (DSP-EAM) relève du Programme d'accréditation des laboratoires – Canada (PALCAN) du Conseil canadien des normes (CCN). Le PALCAN respecte les dispositions du Guide ISO/CEI 58. L'assurance qu'un laboratoire d'analyse minérale adhère aux pratiques et normes reconnues peut être obtenue grâce à l'accréditation dispensée par ce programme. L'accréditation en vertu du DSP-EAM constitue la reconnaissance formelle par le CCN qu'un laboratoire d'analyse minérale est en mesure de réaliser ce genre d'activité. Ce n'est pas une garantie que les résultats d'essai seront conformes aux normes ou ententes entre un laboratoire d'essais et ses clients. En effet, les transactions commerciales entre un laboratoire d'essais accrédité et ses clients constituent des rapports juridiques entre les deux parties.

Le Groupe de travail - Laboratoires (GT-Labos) est formé par le Comité consultatif sur l'évaluation de la conformité (CCEC). Le GT-Labos reçoit les demandes d'accréditation des laboratoires, procède à l'évaluation de ces laboratoires, réalise les réévaluations des laboratoires accrédités et, au besoin, formule des recommandations à l'intention du CCEC et du Conseil.

Les exigences particulières concernant les laboratoires d'analyse minérale qui sont énoncées dans ces lignes directrices ont été mises au point par le Groupe de travail des laboratoires d'analyse minérale (GTLAM) formé par le GT-Labos, auquel il se rapporte. Les membres de ce groupe de travail (voir Annexe A) ont contribué, avec le CCN, à faire du présent document un cadre pour l'accréditation des laboratoires d'essais d'analyse minérale au Canada. La base technique s'inspire des principes, pratiques et méthodes publiés qui sont utilisés par des organismes nationaux et internationaux ou dont ces derniers recommandent le recours. Des laboratoires et analystes minéraux canadiens ont ouvert la voie vers la normalisation des protocoles afin d'offrir à l'industrie des résultats de qualité. Le GTLAM est responsable de tous les aspects de l'accréditation des laboratoires d'essais d'analyse minérale, ce qui comprend, le cas échéant, la formulation de recommandations auprès du GT-Labos.

Ce document a été conçu pour répondre aux exigences stipulées dans la norme 17025 de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et de la Commission électrotechnique internationale (CEI). Il ne doit pas être utilisé seul mais en conjonction avec le document CAN-P-4D du CCN, « *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais* », qui correspond à ISO/CEI 17025. Ces lignes directrices sont également fondées sur le

Guide ISO/CEI 43-1:1997(E), *Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison - Partie 1 : Développement et mise en œuvre des systèmes d'essais d'aptitude* et sur les autres documents et références de l'ISO qui sont indiqués ci-dessous. Le comité a également consulté la Publication LAB 12, *The Expression of Uncertainty in Testing* du United Kingdom Accreditation Service (UKAS). Le CCN exprime toute sa gratitude au UKAS pour l'avoir autorisé à utiliser ce document.

L'accréditation par le CCN exige l'évaluation sur place du laboratoire pour démontrer la compétence en fonction des exigences ainsi que la participation préalable et continue au programme d'essais d'aptitude et de rendement satisfaisant décrit dans ce document, ainsi qu'à d'autres, le cas échéant, pour chaque essai accrédité.

La portée des présentes lignes directrices fera l'objet d'une évaluation périodique en fonction des exigences des clients, des laboratoires et de l'accréditation, ainsi que des améliorations faisant état de l'évolution de la science et de la technologie ou de la réglementation.

Cette préface ne fait pas partie intégrante du présent document.

INTRODUCTION

Les exigences générales relatives à la compétence des laboratoires d'essais et d'étalonnages sont décrites dans le document CAN-P-4D (ISO/CEI 17025:1999). Ces exigences sont conçues pour s'appliquer à tous les d'essais objectifs et d'étalonnage, et elles doivent donc être interprétées à la lumière du type d'étalonnage et d'essai concerné et des techniques utilisées.

Ce document DSP-EAM précise les exigences du CAN-P-4D nécessaires pour orienter les laboratoires qui réalisent l'analyse de tous les supports de l'exploration et du traitement miniers. Cela comprend, notamment, les sédiments, roches, minerais, produits métalliques, résidus, l'eau et la végétation. Le programme est conçu pour former un réseau de laboratoires d'essais conformes aux normes minimales de qualité et de fiabilité afin d'assurer un niveau uniforme de compétence attestée parmi ces laboratoires.

Ce document ne reprend pas toutes les dispositions du CAN-P-4D, et on rappelle aux laboratoires le besoin de se conformer à tous les critères pertinents qui s'y trouvent. Les numéros de sections dans le présent document suivent grosso modo ceux du CAN-P-4D, mais comme toutes les sections n'ont pas besoin d'être interprétées, la numérotation des clauses n'est peut-être pas continue. La Clause 6, contenant les exigences spécifiques de l'évaluation du rendement du laboratoire par essais d'aptitude, est unique à ce document.

Pour obtenir l'accréditation initiale par le CCN en vertu du programme DSP-EAM, un laboratoire doit passer avec succès les essais d'aptitude et une évaluation sur place par des spécialistes techniques. Les évaluations seront menées comme suit :

- une évaluation globale du programme sera menée sur place tous les deux ans;
- chaque année intermédiaire entre les évaluations globales, il y aura un contrôle comprenant notamment l'évaluation de la capacité du fournisseur de respecter le manuel qualité ainsi que les résultats des essais d'aptitude.

Pour la première évaluation, avec la documentation de la première demande, le requérant doit remplir et retourner la liste de contrôle *Examen des documents du système qualité* (D92.6 GUIDE DU PALCAN, Appendice D) et placer dans la colonne de droite du *Évaluation – Guide de cotation* (CAN-P-1510D) les références appropriées à son manuel de SQ, à tout autre document qualité et à ses procédures normales d'exploitation (PNE). Les copies des PNE qui sont demandées doivent être fournies au moins deux semaines avant la visite d'évaluation. Pour chaque vis te de réévaluation, le requérant doit remplir et retourner la liste de contrôle *Examen des documents du système qualité*, le document *Évaluation – Guide de cotation* rempli avec, dans la colonne de droite, les références demandées au manuel de SQ et autres documents qualité et PNE, ainsi que les PNE demandées, et ce, au moins deux semaines avant la visite de réévaluation.

L'accréditation conformément aux exigences DSP-EAM constitue la reconnaissance formelle par le CCN de la compétence d'un laboratoire d'analyse minérale à gérer et réaliser ce type d'activité. Ce n'est pas une garantie que les résultats d'essai seront conformes aux normes ou ententes entre un laboratoire d'essais et ses clients. Les transactions commerciales entre un laboratoire d'essais et ses clients sont une question juridique entre les deux parties.

On rappelle également aux laboratoires qu'ils doivent se conformer à toutes les exigences pertinentes de la loi.

Ce document a été approuvé par le Groupe de travail – Laboratoires, Groupe de travail des laboratoires d'analyse minérale (GT-Labos GTLAM) et par le Groupe de travail - Laboratoires du CCN.

EXIGENCES GÉNÉRALES ET SUPPLÉMENTAIRES

Un laboratoire doit répondre à toutes les dispositions du CAN-P-4D *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*, de D92.6 GUIDE DU PALCAN *Exigences du programme applicables aux laboratoires candidats et accrédités*, des présentes Lignes directrices et des appendices pertinents à celles-ci pour se qualifier en vue de l'accréditation en vertu du Domaine de spécialité de programme – Essais d'analyse minérale du CCN. Si un laboratoire d'essai accrédité ne peut pas conserver la conformité à ces exigences, conditions et lignes directrices, il doit cesser toute mention publique du statut accrédité pour l'analyse des sédiments, des roches, des minerais, des produits métalliques, des résidus miniers, d'autres échantillons minéraux, de l'eau et de la végétation et il lui incombe d'en informer le CCN par écrit dans les cinq (5) jours qui suivent. Voir la méthode de suspension et de retrait de l'accréditation dans la version actuelle du CAN-P-15.

1.0 PORTÉE

Compte tenu de la variété des demandes analytiques, ce programme ne peut couvrir tous les aspects des essais d'analyse minérale et doit être considéré comme représentatif de ce domaine d'activité. La portée spécifique décrite ci-dessous a été sélectionnée en raison de la demande sur le marché. Cette portée peut être modifiée en fonction des exigences du marché et de la réglementation.

L'accréditation dans le programme exige une participation continuelle et un rendement satisfaisant aux essais d'aptitude décrits dans ce document et ailleurs pour chaque essai accrédité.

Les laboratoires requérants et les parties intéressées qui demandent ce document recevront la liste à jour des essais d'aptitude.

Les laboratoires accrédités recevoir une liste de tests réalisés par le programme d'essais d'aptitude et devront demander à CCN de modifier leur portée accréditée en conséquence.

Les procédures à plusieurs éléments peuvent être englobées dans la portée, même si tous les éléments ne sont pas inclus dans le programme. On s'attend toutefois à ce qu'une méthode soit validée pour tous les éléments de la série et que cette validation soit documentée.

2.0 RÉFÉRENCE NORMATIVES

Voici une liste exhaustive de références recommandées.

CAN-P-4D, mars 2000. *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-15, mars 2000. *Programmes d'accréditation : Exigences et procédures relatives à la suspension et au retrait, aux plaintes, aux appels et aux audiences*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

D92.6 GUIDE DU PALCAN, édition 3, décembre 2001. Exigences du programme applicables aux laboratoires candidats et accrédités. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1510D, mai 2001. Évaluation – Guide de cotation. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1593, décembre 1999. Lignes directrices pour la reconnaissance des systèmes d'essais d'aptitude. Domaine de spécialité de programme-Essais d'aptitude (DSP-EA). Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

ISO/CEI Norme 17025:1999. Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais. Organisation internationale de normalisation, Genève (Suisse).

ISO/CEI Guide 2:1996. Termes généraux et leurs définitions concernant la normalisation et les activités connexes.

(BIPM) 2^e édition:1993, publié par l'ISO. Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie. (ISBN 92-67-01075-1)

ISO Guide 30:1992. Termes et définitions utilisés en connexion avec les matériaux de référence.

ISO Guide 33:1989. Utilisation de matériaux de référence certifiés.

ISO/CEI Guide 43-1:1997(E). Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison - Part 1 : Développement et mise en œuvre des systèmes d'essais d'aptitude.

ISO/CEI Guide 43-2:1997(E). Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison - Part 2 : Sélection et utilisation des systèmes d'essais d'aptitude par des organismes d'accréditation de laboratoires.

ISO 3534-1:1993(E/F). Statistique – Vocabulaire et symboles - Partie 1 : Probabilité et termes statistiques généraux.

ISO 5725-1:1994(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 1:Principes généraux et définitions.

ISO 5725-2:1994(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 2:Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.

ISO 5725-3:1994(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.

ISO 5725-4:1994(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie 4:Méthode de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée.

ISO 5725-5:1998(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Partie

5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.

ISO 5725-6 :1994(E). Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure -Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude.

ISO 7870:1993. Control charts – General guide and introduction.

ISO 7873:1993. Control charts for arithmetic average with warning limits.

ISO 9000:2000. Quality management systems - Fundamentals and vocabulary.

ISO 13528:2001 draft. Statistical Methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons.

Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. ISO, First Edition, 1993 (revised by ISO/IEC 1995), ISBN 92-67-10188-9

NAMAS NIS 23 Edition 3, March 1991. Documented In-house Methods for Chemical Analysis.

ISO/REMCO n271 Draft 2.1, February 28, 1994, protocol by the IUPAC/ISO/AOAC working party. Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories (Quality Control of Analytical Data Produced in Chemical Laboratories).

Journal of AOAC International, 76, No. 4, 1993, pp.926-940. (ISO/REMCO N280, August 1993, Protocol from the IUPAC/ISO/AOAC working party.) The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories.

CITAC (Guide 1), English Edition 1.0, December 1995. International Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation.

CITAC, 2000. Traceability in Chemical Measurement. (www.vtt.fi/ket/citac)

IUPAC approved 1975. Spectrochim. Acta B 33B, 1978, p.241-245. Nomenclature, symbols, units and their usage in spectrochemical analysis - II. Data Interpretation.

ASTM E178-80. Standard Practice for Dealing with Outlying Observations.

ILAC Committee 3, Working Group 6, 1994. Guideline for validating test methods (2nd draft).

EURACHEM Guide, English Edition 1.0, December 1998. The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics. ISBN 0-948926-12-0.

EURACHEM/CITAC (Guide 2), English Edition 1.0, October 1998. Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis. (CAN-P-1595 July 2001)

EURACHEM/CITAC (Guide 3), Second Edition, 2000 (QUAM:2000.P1). Quantifying

Uncertainty in Analytical Measurement. (www.vtt.fi/ket/citac or www.eurachem.bam.de)

UKAS Publication LAB12, Edition 1, October 2000. The Expression of Uncertainty in Testing. (www.ukas.com/pdfs/LAB12.PDF)

The National Physical Laboratory (UK), March 2001. Measurement Good Practice Guide No. 11(Issue 2): A Beginner's Guide to Uncertainty of Measurement.

NIST Special Publication 260-100:1993. Standard Reference Materials Handbook for SRM Users. John K. Taylor.

John Keenan Taylor, 1987. Quality Assurance of Chemical Measurements. Lewis Publishers, p. 85.

3.0 TERMES et DÉFINITIONS

Toutes les définitions du document CAN-P-4D, ISO 3534, ISO 5725, VIM 2^e éd. [p.ex. laboratoire, laboratoire d'essais, laboratoire d'étalonnages, étalonnage, essai, méthode d'étalonnage, méthode d'essai, vérification, système qualité, manuel qualité, étalon de référence, matériau de référence, traçabilité, essai d'aptitude, (accréditation)] et celles qui sont applicables du document Guide 43-1, ISO 9000 [p.ex. assurance qualité, contrôle de la qualité] sont applicables, et nous en avons reproduit quelques-unes ici pour faciliter la consultation.

Les définitions suivantes sont particulières au présent document :

Valeur de référence acceptée : Valeur servant de référence convenue aux fins de comparaison, et qui est dérivée en tant que :

- a. valeur théorique ou établie selon des principes scientifiques;
- b. valeur attribuée ou certifiée selon le travail expérimental d'un organisme national ou international;
- c. valeur de consensus ou certifiée selon le travail expérimental réalisé en collaboration sous l'égide d'un groupe scientifique ou d'ingénierie;
- d. lorsque a), b) et c) ne sont pas disponibles, la quantité mesurable attendue, c.-à-d. la moyenne d'une population spécifique de mesures. [ISO 3534-1, 3.4]

Exactitude de la mesure : L'étroitesse de l'évaluation entre le résultat d'une mesure et une juste valeur de la mesurande. [VIM :1999, 3.5 amplifié par ISO 5725-1 à 6]

NOTA - Le terme « exactitude », appliqué à un ensemble de résultats d'essai, implique une combinaison de composantes aléatoires et d'une erreur systématique commune ou d'une composante de biais.

- « Exactitude » est un concept qualitatif. Voir la définition de justesse.
- Ne pas confondre « fidélité » et « exactitude ».
- Les laboratoires devraient traiter la notion d'exactitude comme ils l'ont toujours fait. Voir ISO 5725.

Biais : La différence entre les résultats d'essai attendus et une valeur de référence acceptée.

[ISO 3534-1, 3.13]

NOTA – Le biais est l'erreur systématique totale, par opposition à l'erreur aléatoire. On peut avoir une ou plusieurs composantes d'erreur systématique contribuant au biais. Une différence systématique plus importante que valeur de référence acceptée se traduit par une valeur de biais plus importante.

Matériau de référence certifié (MRC) : Matériau de référence, accompagné d'un certificat, dont une ou plusieurs valeurs de propriété sont certifiées par une méthode qui établit sa traçabilité à une réalisation exacte de l'unité dans laquelle les valeurs de la propriété sont exprimées et pour lesquelles chaque valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude à un niveau de confiance déclaré. [ISO/CEI Guide 43-1]

Coefficient de variation : Pour une caractéristique non négative, le ratio de l'écart-type par rapport à la moyenne. [ISO 3534-1, 2.35]

NOTES – Le ratio peut être exprimé sous forme de pourcentage.

- Le terme « écart-type relatif » est parfois utilisé au lieu de « coefficient de variation », mais ce n'est pas un usage recommandé.

Sensibilité transverse : Mesure quantitative de la réponse pour un constituant ou interférent indésirable, par opposition à celle d'un constituant d'intérêt. [NIST 260-100]

Limite de détection : La limite de détection, exprimée sous forme de concentration (ou de quantité), est dérivée de la plus petite mesure qui peut être détectée avec une certitude raisonnable pour une méthode analytique donnée. [IUPAC 1975]

NOTES- Pour faciliter l'analyse, la limite de détection peut prendre la forme d'une estimation de la concentration la plus faible de la substance à analyser dans une matrice d'échantillon réelle pouvant être détectée à l'aide d'une procédure d'essai particulière, comparativement aux crêtes et blancs de matrice connus qui sont transmis par la procédure complète.

- On parle également de limite de détection de méthode. Aux É.-U., l'EPA a défini la LDM comme la concentration minimum d'une substance à analyser pouvant être identifiée, mesurée et rapportée avec 99 % de confiance que la concentration de la substance à analyser est supérieure à zéro. Elle est déterminée à partir des données produites par l'analyse d'un échantillon dans une matrice donnée contenant la substance à analyser. D'après la matrice, la substance à analyser et l'instrumentation, l'EPA a décrit plusieurs méthodes précises pour déterminer MDL dans sa publication « Procedures for the Determination of Metals in Environmental Samples – EPA/600 4-91/010 ».
- Pour le CAN-P-1579, la limite de détection est définie comme la concentration la plus faible de la substance à analyser dans une matrice d'échantillon véritable pouvant être détectée de manière fiable à l'aide d'une méthode analytique spécifique (méthode de test) statistiquement différente de la réponse obtenue d'un réactif blanc ayant passé par la méthode complète (cf. 5.4.5.3 a).

Limite de linéarité : La limite supérieure de concentration ou de quantité de substance pour laquelle des additions incrémentielles produisent des incréments de réponse constants. [NIST 260-100]

Limite de détermination quantitative : La limite la plus basse de concentration ou de quantité de substance qui doit être présente avant qu'une méthode soit considérée comme donnant des résultats quantitatifs. Par convention, $LOQ = 10 s_0$, où s_0 est l'estimation de

l'écart-type au niveau de mesure le plus faible. [NIST 260-100]

Limite de rapport de la procédure : La concentration la plus faible signalée pour une méthode spécifique.

Cas aberrants : Observations dans un échantillon qui sont tellement séparées du reste en termes de valeur qu'il semblerait qu'elles concernent une population différente ou qu'elles soient le résultat d'une erreur de mesure. [ISO 3534-1, 2.64]

NOTA - ISO 5725-2 spécifie les tests statistiques et le niveau de signifiante à utiliser pour identifier les cas aberrants dans les expériences de justesse et de fidélité.

Fidélité : Étroitesse d'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus sous des conditions stipulées. [ISO 3534-1, 3.14 amplifié par ISO 5725-1 to 6]

NOTES- La fidélité dépend uniquement de la distribution des erreurs aléatoires et n'a aucune relation avec la valeur vraie ou spécifiée.

- La mesure de la fidélité est exprimée en termes d'infidélité et est calculée à partir de l'écart-type des résultats d'essais. Une fidélité moindre est reflétée par un plus grand écart-type.
- « Résultats d'essai indépendants » signifie des résultats obtenus d'une façon non influencée par un résultat précédent sur le même matériau d'essai ou similaire. Les mesures quantitatives de la fidélité dépendent de façon critique des conditions stipulées. Les conditions de répétabilité et de reproductibilité sont des ensembles particuliers de conditions extrêmes.

Essais d'aptitude : Détermination du rendement des essais d'un laboratoire grâce à des intercomparaisons entre laboratoires. [ISO/CEI Guide 2]

NOTA – Aux fins de ce Guide 2, le terme « essais d'aptitude » est à prendre dans son sens le plus large et doit inclure notamment :

- a) Systèmes qualitatifs - par exemple, les laboratoires doivent identifier une composante d'un élément d'essai.
- b) Exercices de transformation des données - par exemple, les laboratoires reçoivent des ensembles de données et doivent les manipuler pour en tirer des renseignements.
- c) Essai sur éléments singuliers – un élément singulier est envoyé à plusieurs laboratoires l'un à la suite de l'autre et retourné à l'organisateur par intervalles.
- d) Exercices ponctuels – les laboratoires reçoivent un élément d'essai une seule fois.
- e) Systèmes continus – les laboratoires reçoivent des éléments d'essai à intervalles réguliers de façon continue.
- f) Échantillonnage - par exemple, des particuliers ou organisations doivent prendre des échantillons en vue d'une analyse subséquente.

Plage : La différence entre la valeur observée la plus importante et la plus petite d'une caractéristique quantitative. [ISO 3534-1, 2.30]

NOTA – En termes pratiques, cela signifie que la « plage » correspond aux valeurs de concentration pour lesquelles la méthode validée présente une exactitude, une fidélité, une répétabilité, etc. acceptables. La plage analytique peut être le résultat d'une courbe analytique linéaire ou non linéaire. D'après le guide Eurachem « The Fitness for Purpose of Analytical Procedures... » 6.26, « ... il est nécessaire de déterminer la plage de concentrations ou de valeurs de propriétés de la substance à analyser auxquelles la méthode peut être appliquée. »

Réactif blanc : Un blanc soumis à un traitement identique à celui effectué pour les normes

d'étalonnage. Les résultats de blancs servent à évaluer la contamination et à établir la ligne de base pour l'étalonnage.

Matériau de référence (MR) : Matériau ou substance dont une ou plusieurs propriétés sont suffisamment bien définies pour permettre de l'utiliser pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesurage ou l'attribution de valeurs aux matériaux. [ISO/CEI Guide 43-1]

Répétabilité : Fidélité sous conditions de répétabilité. [ISO 3534-1, 3.15]

NOTA – Ou réplicabilité.

Conditions de répétabilité : Conditions entourant les résultats d'essai indépendants obtenus par la même méthode sur des matériaux d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps. [ISO 3534-1, 3.16]

NOTA - Répétabilité signifie même analyste, même instrument, même laboratoire et même jour. [Eurachem/CITRAC Guide CG2 6.8.5.3]

Limites de répétabilité, r : La valeur inférieure ou égale à la valeur à laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai obtenus sous conditions de répétabilité devrait être présente avec une probabilité de 95 %. [ISO 3534-1, 3.18]

Limite de rapport : La concentration la plus faible ou la plus élevée qui sera déclarée. Ces concentrations doivent être conformes à la plage de concentration validée de la méthode (ex. 1ppm à 1 % de x).

Reproductibilité : Fidélité sous conditions de reproductibilité. [ISO 3534-1, 3.20]

Conditions de reproductibilité : Conditions où les résultats d'essai sont obtenus à l'aide de la même méthode sur des éléments identiques dans différents laboratoires par différents opérateurs qui utilisent un équipement différent. [(ISO 3534-1, 3.21)]

NOTA – La reproductibilité signifie différent analyste, différent instrument, différent laboratoire et différent jour. [Eurachem/CITRAC Guide CG2 6.8.5.3]

Limites de reproductibilité, R : La valeur inférieure ou égale à la valeur à laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai obtenus sous conditions de reproductibilité devrait être présente avec une probabilité de 95 %. [ISO 3534-1, 3.23]

Robustesse : La mesure dans laquelle une méthode ou procédure est protégée de toute variation causée par les paramètres opérationnels, y compris notamment les facteurs environnementaux, les paramètres chimiques, les services électriques et autres et l'activité humaine. [Taylor, 1987]

- Dans toute méthode analytique, le rendement peut être influencé par certaines variables, notamment : interférence de la matrice dans les échantillons; concentrations de réactif; température; etc. La conception expérimentale est généralement utilisée pour décrire les étapes de l'identification des différentes factures qui influencent le résultat d'une expérience, en concevant l'expérience de telle sorte que les effets de ces

facteurs soient minimisés, et en utilisant l'analyse statistique pour distinguer les effets des facteurs en cause. Par exemple, un test de robustesse indique si une méthode peut supporter un usage quotidien en indiquant les aspects qui sont sensibles au changement et doivent être assujettis au contrôle de la qualité. [Eurachem/CITAC Guide CG2 6.7.3.1]

- Les relations fonctionnelles pour les paramètres déterminés sensibles à ces facteurs doivent être connues et leurs effets relatifs sur les valeurs mesurées doivent être documentés. Ces données servent à déterminer les tolérances à conserver pour ces paramètres pour obtenir des résultats conformes aux limites acceptables. La robustesse doit être vérifiée au moment de développer une méthode ou PNE.
- Taylor propose une méthode expérimentale-statistique pour déterminer la robustesse.

Sélectivité : La capacité d'une méthode analytique pour distinguer entre les substances apparentées de façon chimique ou physique.

NOTES- Parfois quantifiée sous forme de sensibilité transverse.

- Ou : spécificité.

Sensibilité : La capacité d'une méthode analytique à distinguer entre échantillons ayant différentes concentrations ou contenant différentes quantités d'une substance à analyser. [NIST 260-100]

NOTA – Pour le CAN-P-1579, la sensibilité de la méthode, définie comme la réponse de détecteur par unité de concentration de la substance à analyser, est indiquée par l'inclinaison de la courbe d'étalonnage.

Chiffres significatifs : Le nombre de chiffres requis pour exprimer une détermination numérique telle que seul le dernier chiffre est incertain, ce qui, dans le contexte de l'analyse minérale, dépend de la fidélité d'une méthode.

NOTA – Pour déterminer le nombre de chiffres significatifs dans une valeur, commencer par le chiffre le plus à gauche qui n'est pas zéro et continuer jusqu'au dernier chiffre, y compris les zéros.

Traçabilité : Une propriété du résultat d'une mesure ou la valeur d'une norme standard par laquelle il peut être relié, avec une incertitude déclarée, à des références déclarées, généralement des normes nationales ou internationales, par une chaîne ininterrompue de comparaisons. [ISO Guide 30]

Justesse : L'étroitesse d'accord entre la valeur moyenne obtenue d'une grande série de résultats d'essai et une valeur de référence acceptée. [ISO 3534-1, 3.12]

NOTES - La mesure de justesse est généralement exprimée en termes de biais.

- La justesse est parfois désignée comme « exactitude de la moyenne », usage qui n'est pas recommandé.

Incertitude : Une estimation reliée à un résultat de test qui caractérise la plage de valeurs au sein de laquelle la juste valeur est censée se trouver. [ISO 3534-1, 3.25]

Incertitude (de mesure) : Paramètre, associé au résultat d'une mesure, qui caractérise la dispersion des valeurs pouvant être raisonnablement attribuée à la mesurande. [Expression d'incertitude, B.2.18; BIPM 3.9]

NOTES- Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple donné de celui-ci), ou la demi-

largeur d'un intervalle ayant un niveau de confiance déclaré.

- L'incertitude de mesure comprend généralement plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesures et peuvent être caractérisées par des écarts-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent également être caractérisées par des écarts-types, sont évaluées à partir de distribution de probabilité assumées en fonction de l'expérience ou d'autres renseignements.
- Il est entendu que le résultat de la mesure est la meilleure estimation de la valeur de la mesurande, et que toutes composantes d'incertitude, y compris celles produites par des effets systématiques, comme les composantes associées aux corrections et normes de référence, contribuent à la dispersion.

4.0 EXIGENCES RELATIVES AU MANAGEMENT

Toutes les exigences énoncées dans la section 4 du CAN-P-4D s'appliquent à tous les laboratoires accrédités. La présente section de ces lignes directrices est utilisée de concert avec le document CAN-P-4D. Elle offre une orientation quant à la forme de retraitement, d'interprétation et/ou d'amplification de certaines clauses du CAN-P-4D pour lesquelles les procédures applicables en particulier aux essais d'analyse minérale seront utilisées. Certains sous-alinéas sont particuliers à cette section.

4.2 Système qualité

4.2.1 Le laboratoire doit mettre en oeuvre un système qualité qui surveille toutes les étapes et phases de fonctionnement du laboratoire.

4.2.2 Le manuel qualité doit contenir des remarques complètes concernant les installations, les compétences du personnel et le processus utilisé.

4.2.3 La documentation sera tenue à jour et devra comprendre ou mentionner les éléments suivants :

- L'ensemble des méthodes d'essai et PNE
- Les protocoles d'élaboration et de validation des méthodes
- Chaîne de garde
- Les dossiers (internes et externes) d'assurance qualité et d'audit ainsi que les essais d'aptitude tels qu'ils sont appliqués à chaque portée d'essai

4.3 Contrôle des documents

4.3.1 Le laboratoire doit établir et maintenir des politiques et méthodes pour documenter la responsabilité pour toutes les procédures réalisées (internes et externes), leur mode de contrôle et les mesures correctives éventuelles.

4.12 Contrôle des dossiers

4.12.1 Tous les dossiers sont gardés pendant la période précisée dans le Manuel qualité et conformément aux besoins et exigences réglementaires des clients.

4.12.2.1 a) Le laboratoire doit avoir des méthodes documentées pour s'assurer qu'il maintient un système coordonné de tenue de dossiers techniques. L'information

devant être incluse doit être documentée et doit comprendre des éléments tels que les comptes rendus de conservations téléphoniques, les reçus de preuves, les descriptions de l'emballage des preuves et de leur mise sous scellé, les assignations, les comptes rendus des observations et des résultats des essais ou examens, la référence aux méthodes utilisées, les diagrammes, copies imprimées, photos, etc. En général, les dossiers requis à l'appui des données techniques doivent être de telle nature qu'en l'absence de l'analyste, un autre analyste compétent pourrait évaluer ce qui a été fait et interpréter les données.

- b) Dans le cas d'analyses instrumentales, les paramètres d'exploitation doivent être enregistrés.
- c) Lorsque c'est approprié, l'ensemble des observations ou résultats d'essai doit être préservé. Les fichiers électroniques, photocopies, tracés ou reproductions manuelles doivent également être préservés (p. ex. copie de sauvegarde sur bande ou CD).
- d) Quand un résultat ou une observation est rejeté, le ou les motifs doivent être notés.
- e) Les résultats d'essais, calculs et transferts de données, y compris ceux qui font partie d'un processus électronique validé, doivent être vérifiés par une deuxième personne. Le dossier doit comprendre une indication des résultats et des actions correctives éventuellement nécessaires, ainsi qu'un relevé des vérifications identifiant leur auteur.
- f) Chaque document du registre doit être traçable à l'analyste et, le cas échéant, au numéro de laboratoire unique. Il doit apparaître clairement qui a exécuté chaque étape de l'analyse ou de l'examen, et à quel moment (p. ex. dates pertinentes).
- g) Les dossiers et rapports d'examen produits par le laboratoire doivent être paginés à l'aide d'un système de numérotation qui permet de connaître le nombre total de pages.
- h) Le laboratoire doit avoir des politiques et méthodes documentées pour l'analyse des dossiers, y compris les rapports d'essais.
- i) Lorsque des vérifications indépendantes de résultats critiques sont confiées à d'autres employés autorisés, les dossiers doivent indiquer la date à laquelle chaque résultat critique a été vérifié et approuvé, et par qui. Il existe différentes façons de consigner ces indications : à côté de chaque résultat, dans un résumé des résultats, etc.

5.0 EXIGENCES TECHNIQUES

Toutes les exigences énoncées dans la section 5 du document CAN-P-4D s'appliquent à tous les laboratoires accrédités. La présente section de ces lignes directrices est utilisée de concert avec le document CAN-P-4D. Elle offre une orientation quant à la forme de retraitement, d'interprétation et/ou d'amplification de certaines clauses du CAN-P-4D pour lesquelles les méthodes applicables en particulier aux essais d'analyse minérale seront utilisées. Certains sous-alinéas sont particuliers à cette section.

5.2 Personnel

5.2.1 Le laboratoire doit avoir une politique définie pour assurer que toutes les personnes qui y travaillent ont la compétence requise pour s'acquitter de leurs fonctions. Le terme « compétence » signifie qu'on a les connaissances, aptitudes et habiletés nécessaires pour exécuter une tâche. La politique du laboratoire doit également comprendre des procédures visant la formation, le recyclage et la préservation des compétences et des connaissances.

Dans le cas de formation spécifique à certains essais ou techniques, les critères d'acceptation doivent être précisés, par exemple l'observation des essais ou analyses pertinents d'un préposé chevronné, le rendement satisfaisant dans l'analyse des échantillons de contrôle de la qualité ou d'assurance de la qualité, la corrélation des résultats à ceux obtenus par des collègues chevronnés.

5.2.2 Le laboratoire doit garder à jour les dossiers et certificats de formation et de qualification de son personnel.

En outre, certaines provinces peuvent avoir des exigences législatives, dont le Manuel qualité doit tenir compte.

5.2.5 Un laboratoire doit avoir des énoncés clairs des compétences requises pour toutes les fonctions, et il doit garder des dossiers permettant de démontrer que tous les membres du personnel ont les compétences requises pour les tâches qui leur sont confiées.

Les laboratoires doivent avoir une politique officielle quant à la formation croisée du personnel afin de pouvoir attribuer chaque tâche à un autre employé en cas d'empêchement de la personne normalement chargée de sa réalisation.

Chaque laboratoire ou section doit maintenir un dossier à jour de la formation reçue par chaque membre du personnel. Ces dossiers doivent comprendre les qualifications universitaires et professionnelles, les cours externes ou internes suivis et la formation pertinente (ou le recyclage, au besoin) reçue pendant le travail au laboratoire.

Les dossiers doivent être assez détaillés pour prouver que les employés qui s'acquittent de telle ou telle tâche ont été formés à cette fin que leur aptitude poursuivie a été officiellement constatée.

5.3 Accommodation et conditions environnementales

5.3.3 Une attention spéciale est nécessaire dans les laboratoires d'essais d'analyse minérale qui participent à l'analyse ou à la détermination de niveaux minimes de minéraux. La séparation physique du travail de haut et de bas niveau est exigée. Si des aires spéciales sont délimitées pour ce genre de travail, l'accès doit en être restreint et le travail contrôlé de près. Des dossiers adéquats doivent être tenus pour démontrer ce contrôle. Il pourrait également s'avérer nécessaire d'effectuer un « contrôle environnemental » de l'équipement, des aires de travail, des vêtements et des articles remplaçables.

5.3.4 L'accès à l'aire opérationnelle du laboratoire (y compris le bureau et les endroits où des dossiers sont classés) doit être contrôlable et limité. Les visiteurs ne doivent pas avoir l'accès illimité aux aires opérationnelles du laboratoire. Il faut garder un compte rendu de tous les visiteurs aux aires opérationnelles du laboratoire.

5.4 Procédures d'essais et d'étalonnage et validation des procédures

5.4.1 Toutes les méthodes doivent être entièrement documentées, y compris les méthodes pour le contrôle de la qualité (ce qui comprend le recours aux matériaux de référence).

5.4.2 a) Toutes les méthodes élaborées ou adoptées par le laboratoire d'analyse minérale doivent être entièrement validées avant leur utilisation sur les échantillons des clients. Cette validation doit être entièrement documentée.

b) Si un laboratoire introduit une nouvelle méthode validée, il doit d'abord démontrer son aptitude à mettre la méthode en œuvre par rapport aux caractéristiques de rendement officielles de celle-ci. Tous les dossiers de validation des méthodes doivent être conservés pour référence future.

c) Les laboratoires doivent adopter une méthode permettant d'identifier les essais ou analyses rarement effectués (c.-à-d. à intervalles de plus de 6 mois). Pour ces tests ou analyses, on a le choix entre deux façons également valables de démontrer la compétence :

- i. l'analyse régulière des échantillons de contrôle et utilisation des tableaux de contrôle même quand ce ne sont pas des véritables échantillons que l'on analyse;
- ii. la revérification avant l'essai ou l'analyse en question sur un échantillon véritable avec au moins l'utilisation d'un matériau de référence approprié, suivie de l'essai ou de l'analyse réitéré du véritable échantillon.

d) La qualité des matériaux et réactifs standard doit être adéquate pour la méthode utilisée. Les lots et numéros de lot des matériaux standard et des réactifs critiques doivent être notés. Tous les réactifs critiques doivent être mis à l'épreuve pour en vérifier la fiabilité. Les matériaux et réactifs standard doivent comporter des étiquettes indiquant :

- le nom;

- la concentration, le cas échéant;
- la date de réception, de préparation, d'expiration (au besoin);
- l'identité du préparateur;
- les conditions d'entreposage, le cas échéant;
- les mises en garde, au besoin.

5.4.5 Validation des méthodes

Nota : Le Guide Eurachem « *Fitness for Purpose of Analytic Procedures - A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics* » est une ressource précieuse sur les validations de méthodes. À part ce guide, voici quelques autres lignes directrices à considérer afin que tous les aspects de la validation soient pris en compte.

5.4.5.1 Toutes les méthodes techniques et de laboratoire utilisées par le laboratoire d'analyse minérale pour la détermination des substances à analyser, qu'il s'agisse d'adaptation de méthodes nationales/internationales (5.4.2) ou de procédures internes (5.4.3, 5.4.4) doivent être validées avant leur mise en oeuvre. (Conformément à la section 5.1 du Guide Eurachem, le rendement des procédures doit faire l'objet d'une évaluation et d'une confirmation constantes au besoin.)

Les méthodes peuvent être validées par comparaison avec d'autres méthodes établies à l'aide de matériaux de référence certifiés (le cas échéant) ou de matériaux dont les caractéristiques sont connues. Pour la validation de méthodes d'essai, les aspects suivants (entre autres) doivent être documentés :

- | | |
|--|---|
| • effets de matrice | • interférences |
| • homogénéité de l'échantillon | • fourchette de concentration |
| • spécificité | • stabilité à long terme des composés mesurés |
| • sensibilité | • sensibilité transverse |
| • limite de détection | • limite de rapport |
| • limite de détermination quantitative | • plage de linéarité |
| • exactitude | • fidélité |
| • répétabilité | • reproductibilité |
| • robustesse | • justesse |
| • biais | • mesure d'incertitude |
| • variations intra laboratoire | • variations inter laboratoires |
| • analyse de matériaux de référence | • études de récupération |

5.4.5.2 a) La preuve des déterminations de substance à analyser, sa séparation des substances interférentes (sensibilité transverse) et l'applicabilité de la méthode pour mesurer la substance à analyser dans la matrice particulière, conformément aux limites de rapport requises, doivent être démontrées. La méthode doit également comprendre la documentation de l'exactitude et de la fidélité.

b) La validation d'une méthode n'est applicable qu'à la méthodologie consignée par écrit, et toute variation de méthode, d'analyste, d'instrumentation ou d'application peut donner lieu à la revalidation. Plusieurs techniques peuvent servir à déterminer la justesse en dehors de la validation de méthode, notamment la comparaison avec une méthode reconnue, l'analyse d'un matériau de référence

certifié (MRC), la comparaison des résultats avec ceux d'un autre laboratoire ou toute autre démonstration fiable de la validité de la méthode qui peut exister.

Nota : Des changements dans des conditions dont l'essai de robustesse a montré qu'elles n'avaient pas d'effet notable sur les résultats d'une méthode (p. ex. différent opérateur ou instrument) peuvent être apportés sans avoir à revalider la méthode. Ces conditions spéciales doivent être clairement identifiées dans la procédure.

- c) La portée des données de validation requises avant d'utiliser une méthode régulièrement dépend du type et des fins de la méthode et de la documentation se rapportant au rendement dont on dispose pour cette méthode. Toutes les exigences doivent être documentées dans le manuel qualité, la procédure ou dans la PNE du laboratoire.
- d) Pour la plupart des méthodes utilisées dans le laboratoire d'analyse minérale, l'absence d'interférences significatives (sensibilité transverse) doit être démontrée par la mise en œuvre des blancs de matrice et de réactif pendant la validation, s'il y a lieu.
- e) Si les analyses du MRC suggèrent un biais, le laboratoire doit vérifier toutes les étapes pour isoler le problème et prendre les mesures correctives qui s'imposent.
- f) Pendant la validation d'une méthode, la plage analytique est évaluée par le biais de normes d'étalonnage couvrant au moins la plage minimum des résultats attendus de l'échantillon, mais de préférence en englobant les ordres de grandeur caractéristiques de l'instrument. La sensibilité de la méthode, définie comme la réponse du détecteur par unité de concentration de la substance à analyser, est indiquée par l'inclinaison de la courbe d'étalonnage. L'examen de cette courbe d'étalonnage démontre le nombre et les concentrations des normes acceptables pour l'analyse de routine. L'acceptabilité dépend des valeurs de linéarité et d'intersection et de la forme générale de la courbe d'étalonnage.

Toutes les méthodes techniques et de laboratoire utilisées par un laboratoire d'analyse minérale pour la détermination de substances à analyser doivent, une fois validées, répondre aux conditions suivantes avant leur mise en œuvre :

- i. Un rapport sommaire de validation de méthode en bonne et due forme, complet et approuvé. Ce document doit comprendre une définition claire de la méthode et de son objectif. Il doit également contenir une liste claire des définitions de validation de la méthode et, au moins, toutes les données résumées pour les articles appropriés ou pertinents dans 5.4.5.1 ci-dessus.
- ii. Toutes les valeurs résultantes obtenues des données de validation doivent être clairement indiquées dans la documentation en rapport.
- iii. Le contrôle de la qualité pour une analyse particulière doit être fondé sur les données de validation de la méthode. (Guide Eurachem, Section 8.)

- 5.4.5.3 a) La limite de détection (LD) est la plus faible concentration de substance à analyser dans une matrice réelle pouvant être détectée de manière fiable à l'aide d'une méthode analytique spécifique (méthode de test) qui est statistiquement différente de la réponse obtenue d'un blanc réactif ayant passé par la méthode au complet. Quand des analyses répétées de blanc réactif donnent une réponse positive pour la substance à analyser, la LD est définie comme : $LD = S_b + 3 \text{ S.D.}$ où S_b est le signal moyen pour les blancs de réactif et S.D. est l'écart-type des blancs. Si les blancs n'ont pas de réponse positive pour la substance à analyser, l'écart-type est obtenu d'une analyse répétée ($n=7$ ou plus) d'un échantillon type traité à un niveau conforme à 2 à 3 fois la LD estimée.
- b) L'amélioration constante de la technologie a permis de disposer de méthodes pouvant analyser des concentrations de plus en plus faibles d'éléments dans différents échantillons. Toutefois, la détection de niveaux très faibles n'est pas toujours essentielle, et il peut être acceptable dans certains cas de définir une limite de rapport empirique d'après les exigences du client et l'utilisation prévue des données analytiques. On pourrait ainsi faciliter la collecte de données tout en réduisant les coûts.

5.5 Équipement

5.5.2 Dans le cadre d'un système qualité, tous les laboratoires doivent mettre sur pied un programme touchant l'entretien et l'étalonnage de leur équipement. L'équipement utilisé dans un laboratoire d'analyse minérale est très diversifié, tenant compte de plusieurs disciplines scientifiques et techniques.

- a) Équipement général n'intervenant pas directement dans le mesurage : plaques chauffantes, agitateurs, verrerie non volumétrique, caméras, réfrigérateurs, cycleurs thermiques

Cet équipement est généralement maintenu par examen visuel, vérifications de sécurité et nettoyage au besoin. L'étalonnage ou les vérifications de rendement ne sont nécessaires que si le réglage de l'équipement peut avoir un effet important sur le résultat de l'essai ou de l'analyse (exemples : plaques chauffantes, réfrigérateurs, température d'un four à moufle ou bain à température constante).

- b) Microscopes, y compris les accessoires, s'il y a lieu

Les microscopes doivent être nettoyés et réparés périodiquement. Il faut s'assurer que les microscopes sont bien configurés et utilisés uniquement par un personnel compétent. Si les microscopes servent au mesurage, ils sont visés par les instructions du paragraphe d).

- c) Équipement volumétrique

L'équipement volumétrique est normalement maintenu par examen et nettoyage visuel, mais l'étalonnage et le rendement devront être contrôlés avant la première

utilisation et à intervalles réguliers selon le type et la fréquence de l'utilisation. En particulier, la verrerie volumétrique utilisée pour arbitrer et contrôler le travail d'analyse doit être calibrée avant a première utilisation et périodiquement par la suite (p. ex. tous les 6 mois).

- d) Instruments de mesure : thermomètres, balances, densitomètres, spectromètres et spectrophotomètres, réfractomètres, autoanalyseurs.

Une utilisation correcte combinée à l'entretien, au nettoyage et à l'étalonnage périodiques ne garantit pas forcément le bon fonctionnement d'un instrument de mesure ou d'un système de détection. Par conséquent, et s'il y a lieu, il faut mener des contrôles périodiques du rendement et attribuer des limites prédéterminées d'acceptabilité. La fréquence des contrôles du rendement doit être déterminée par le besoin, le type et le rendement antérieur de l'équipement.

Il est souvent possible d'intégrer des contrôles de rendement ou d'adaptation du système dans les méthodes d'essai (par ex. systèmes d'absorption atomique, spectrophotomètres couplés par induction, etc.). Ces contrôles doivent être documentés et effectués de manière satisfaisante avant toute acceptation des résultats.

- e) Ordinateurs et processeurs de données

Les logiciels et matériels du système de gestion de l'information des laboratoires (LIMS) doivent être validés avant leur utilisation dans les services de routine. Les changements ou mises à jour du logiciel ou du matériel LIMS entraînent le besoin de réévaluer ou de revalider le système pour assurer l'intégrité des données analytiques et des protocoles.

Les programmes LIMS doivent comporter des méthodes documentées spécifiques pour assurer qu'un numéro unique soit généré pour suivre les données de chaque échantillon et lot d'échantillons et de tout sous-ensemble d'un lot.

Chaque fois qu'on utilise une procédure informatique qui fait appel à des macros et à des programmes de traitement des données, il faut s'assurer de la mise en œuvre des contrôles d'assurance qualité et de validation avant leur utilisation dans le service de routine.

Les stratégies de routine régulières pour la mise à jour et la sauvegarde pour LIMS et les pratiques liées aux programmes de commande des instruments, de contrôle, de production et de compilation des données, doivent être établies, documentées et mises en œuvre.

5.6 Traçabilité du mesurage

Toutes les exigences en matière de mesures traditionnelles et d'équipement d'essai, le cas échéant, doivent être respectées. L'équipement doit faire l'objet d'un étalonnage suffisant et

de la traçabilité valide des mesures.

5.6.1 Les programmes d'étalonnage individuels doivent être documentés et contrôlés pour les exigences spécifiques du travail d'essai ou d'analyse accompli. Il sera normalement nécessaire de vérifier l'étalonnage des instruments après la mise hors service délibérée ou non, et suite à une intervention de service ou autre entretien substantiel. En général, les intervalles d'étalonnage doivent être moins sévères que les recommandations du fabricant.

5.6.3 Les matériaux de référence et les matériaux d'étalonnage dont la pureté est déclarée seront obtenus auprès d'une source fiable. Ces matériaux doivent être traçables à des sources nationales ou internationales. Si de tels matériaux ne sont pas certifiés, le laboratoire élaborera des procédures pour vérifier leur pureté et leur identité.

Les matériaux de référence et d'étalonnage et leur documentation seront entreposés de façon à conserver leur intégrité et ils seront étiquetés avec une étiquette mentionnant le contenu, la date de réception, la date de préparation ou d'ouverture, les initiales de l'analyste et la date limite d'utilisation. Ils seront remplacés à des intervalles appropriés en fonction de leur stabilité et des conditions d'entreposage.

Les matériaux de référence internes peuvent être traçables aux matériaux de référence de contrôle en les traitant simultanément et en documentant les résultats. Cette démarche doit être répétée à une fréquence qui dépend de la stabilité des matériaux de référence. Une incertitude acceptable est documentée dans le manuel qualité, la documentation de la méthode ou la PNE.

La documentation permettant de raccorder toutes les dilutions à l'étalon primaire sera conservée.

5.7 Échantillonnage

5.7 Le laboratoire doit contrôler la fiabilité de l'échantillonnage des échantillons soumis pour assurer que tout sous-échantillon pris (p. ex. d'un éclat de pierre concassée) est représentant, de manière fiable et démontrable, de l'échantillon soumis à l'origine. Il en sera fait état dans la documentation qualité, et les limites acceptables seront définies, contrôles et maintenues.

5.9 Assurer la qualité de résultats d'essais et d'étalonnages

5.9 L'accréditation par le CCN présuppose que le laboratoire démontre sa compétence par rapport à ces exigences grâce à la participation continue et au rendement satisfaisant à un programme d'essais d'aptitude décrits dans la clause 6 de ce document, ainsi qu'à d'autres programmes d'essais d'aptitude appropriés, pour chaque essai accrédité.

5.9.1 Les enregistrements d'étalonnage des instruments et les paramètres de rendement doivent être conservés. Les dossiers doivent clairement indiquer les données d'étalonnage qui sont associés aux échantillons spécifiques analysés.

5.9.2 Chaque fois que c'est possible dans le système de contrôle de la qualité, la conformité au contrôle statistique doit être surveillée à l'aide de techniques comme les cartes de contrôle. Les résultats des analyses de contrôle de la qualité (p.ex. matériaux de référence de contrôle et répliqués) sont des indicateurs du rendement du système analytique et leur interprétation dépend partiellement du concept du contrôle statistique. Le contrôle statistique correspond à la stabilité du fonctionnement. En particulier, il sous-entend que les résultats du contrôle de la qualité peuvent être interprétés comme découlant d'une population normale avec une moyenne μ et une variance σ^2 .

La plage d'activités de contrôle de la qualité devant être intégrée aux protocoles d'un laboratoire d'analyse minérale de façon régulière comprend :

- des collections de référence d'échantillons analysés ou de matériaux de référence;
- des matériaux de référence certifiés et des matériaux de référence internes;
- des témoins positifs et négatifs;
- des cartes des résultats du contrôle des matériaux de référence;
- des essais réitérés;
- des cartes de contrôle de résultats réitérés;
- essais répétés;
- contrôles indépendants par d'autres préposés autorisés;
- contrôles indépendants sur les solutions d'étalonnage commerciales;
- participation à des programmes d'essais d'aptitude.

5.9.3 Chaque lot analytique doit être accompagné de mesures de contrôle de la qualité qui démontrent le statut de contrôle du système analytique (p. ex. déterminations, contrôle de la qualité échantillons, eau qualité, balance tolérances, températures de four). Les ISO/REMCO n271 et ISO 7870 et 7873 comprennent des informations sur la conception et la mise en œuvre des cartes de contrôle.

5.9.4 À titre de ligne directrice générale, des blancs de réactifs seront passés avec chaque ensemble d'échantillons ou ils doivent représenter au moins 10 % des échantillons analysés. Cependant, dans les cas où un grand nombre d'échantillons d'un produit nécessitent l'analyse, la fréquence des blancs de matrice peut être fort réduite si, après analyse d'un certain nombre d'échantillons, la plupart (plus de 90 %) sont négatifs. Dans ces circonstances, les échantillons servent de blancs.

5.9.5 À titre de ligne directrice générale, il faut surveiller la qualité des réactifs. Il faut acheter les réactifs, où possible, chez des fournisseurs certifiés ISO 9000 qui fournissent des réactifs de la qualité requise. Les laboratoires doivent procéder à l'essai de chaque lot et comparer les résultats à ceux de l'analyse précédente. Des dossiers doivent être conservés en y donnant l'identité des échantillons analysés dans chaque lot. Les certificats de réactifs sont conservés pendant la même période que les certificats des clients.

5.9.6 L'eau de qualité réactif de laboratoire doit être mise à l'essai, surveillée et contrôlée, et les résultats documentés. Un lien doit être établi entre chaque ensemble de données

recueillies et les données appropriées sur la qualité de l'eau pour la période visée par les certificats pour répondre aux exigences de traçabilité.

5.10 Comptes rendus des résultats

5.10.2 Les certificats d'analyse doivent être signés par le personnel autorisé comme décrit dans le manuel qualité.

Les certificats d'analyse sont souvent utilisés à des fins juridiques. En conséquence, les renseignements que renferment ces rapports doivent être conformes aux lois pertinentes en vigueur au pays.

6.0 ÉVALUATION DU RENDEMENT DU LABORATOIRE

Toutes les exigences de CAN-P-4D s'appliquent à tous les laboratoires accrédités. Cette section des Lignes directrices contient des exigences particulières touchant l'évaluation du rendement du laboratoire d'analyse minérale par essais d'aptitude. Elle est unique à ce document et contient des directives sous forme d'interprétation et/ou d'amplification de certaines clauses de CAN-P-4D pour lesquelles les méthodes d'essais d'aptitude spécifiquement applicables à l'analyse minérale seront utilisées.

6.1 Conditions générales de l'essai d'aptitude (EA)

- 6.1.1 Le fournisseur de programme d'essais d'aptitude CAN-P-1579 doit mettre à la disposition des laboratoires candidats ou participants, à leur demande, un document décrivant le programme, son fonctionnement et ses exigences, par exemple, les délais de soumission des résultats par les participants, l'émission de rapports d'aptitude, les éléments et fourchettes de concentration, etc.
- 6.1.2 Le GT-Labos - Groupe de travail des laboratoires d'analyse minérale (GT-Labos-GTLAM), en consultation avec le CCN, a sélectionné CANMET pour gérer le programme d'essais d'aptitude (EA) CAN-P-1579 (programme EA) conformément à CAN-P-1593 Lignes directrices du CCN, à ISO/CEI Guide 43 et à ces lignes directrices. L'organisme responsable des essais d'aptitude recommandera un coordinateur au GT-Labos-GTLAM. Le GT-Labos-GTLAM recommandera le Coordonnateur des essais d'aptitude au GT-Labos.
- 6.1.3 Les laboratoires sont libres d'utiliser la méthode de leur choix validée conformément aux critères décrits dans la section 5.4.5.
- 6.1.4 Toutes les procédures se rapportant à la manipulation et à l'essai des échantillons de l'essai d'aptitude par le laboratoire seront exécutées dans la plus grande mesure du possible d'une façon identique à celle appliquée aux échantillons du client.
- 6.1.5 Avant d'être accrédité, un laboratoire doit achever avec succès trois cycles d'essais d'aptitude. L'analyse doit être achevée et les résultats doivent être rapportés dans les délais précisés par le Coordonnateur des essais d'aptitude suivant la réception de

chaque cycle d'échantillons d'essais d'aptitude au laboratoire. Un laboratoire qui échoue au premier cycle peut recevoir un autre ensemble initial, après avoir pris les mesures correctives. Si le deuxième ensemble n'est pas analysé de façon satisfaisante, des mesures correctives complémentaires peuvent être prises, mais un troisième ensemble initial d'échantillons ne sera pas envoyé avant au moins 6 mois.

6.1.6 Pour rester accrédité, le laboratoire accrédité doit achever avec succès, comme prévu, deux (2) cycles annuels ou plus d'essais d'aptitude pour chaque essai accrédité.

Nota : Les laboratoires sont encouragés à participer de façon active aux autres programmes d'EA acceptables d'autres fournisseurs éventuels. En général, ces programmes EA programmes sont conformes aux principes du Guide 43.

6.1.7 Pour passer avec succès l'analyse quantitative d'un ensemble d'échantillons de l'essai d'aptitude, le laboratoire doit rapporter correctement la concentration du métal conformément aux prescriptions définies actuellement par GT-Labos-GTLAM du CCN.

6.1.8 Les résultats des échantillons d'essais d'aptitude doivent être remis dans le temps spécifié par le Coordonnateur des essais d'aptitude après la réception des échantillons d'essai d'aptitude au laboratoire. Les laboratoires qui ne rapportent pas les résultats à temps seront assujettis à la procédure de suspension décrite dans la sous-section 6.3 (Procédures en cas de rendement insatisfaisant).

6.1.9 Les résultats seront remis aux participants par le coordonnateur du programme EA dans le temps précisé par le Coordonnateur des essais d'aptitude qui suivent la réception de tous les rapports décrits dans 6.2.2, avec tout autre renseignement pertinent pour chaque échantillon conformément au GT-Labos-GTLAM du CCN.

6.1.10 Tout appel par un laboratoire participant concernant l'évaluation des résultats rapportés par le coordonnateur du programme EA sera administré par le CCN par le biais du GT-Labos-GTLAM, conformément au document CAN-P-15.

6.2 Programme d'essais d'aptitude (EA)

6.2.1 Évaluation quantitative

6.2.1.1 Établissement de la valeur attribuée

a) À condition qu'il y ait au moins 10 laboratoires après l'élimination des cas aberrants décrits par le Coordonnateur des essais d'aptitude, la valeur moyenne de tous les laboratoires restant dans une suite d'essais particulière sera utilisée comme valeur attribuée. Les laboratoires participants doivent rapporter les résultats avec au moins 2 chiffres significatifs.

NOTA – La méthode utilisée pour le retrait des cas aberrants suivie par le Coordonnateur des essais d'aptitude doit être approuvée par GT-Labos GTLAM. La ou les méthodes sont conformes à ISO 5725-2 et peuvent employer les essais appropriés comme Grubbs ou le test T standard (ASTM

E178-80).

- b) Lorsqu'il y a moins de 10 laboratoires après l'élimination des cas aberrants, l'une des autres techniques du Guide 43 de l'ISO/CEI sera utilisée pour déterminer la valeur attribuée. Cela sera documenté par le coordonnateur des essais d'aptitude.

6.2.1.2 Calcul et interprétation des scores z

- a) Pour le rendement de chaque résultat relatif à un seul métal, le score z sera calculé comme suit :

$$z_i = \frac{(\text{Résultat}_i - \text{Consensus}_i)}{\sigma_i}$$

où :

i = le métal analysé

Résultat_i = le résultat rapporté (c.-à-d. résultat « x » du participant)

Consensus_i = consensus de la moyenne des essais d'aptitude (c.-à-d. valeur attribuée « X »)

σ_i = l'écart-type (c.-à-d. estimation/mesure de variabilité « s »)

- b) Le score z de chaque minéral individuel peut être interprété comme suit :

z ≤ 2	Satisfaisant
2 < z < 3	Douteux
z ≥ 3	Non satisfaisant

6.2.1.3 Combinaison des scores z et des critères d'acceptabilité

- a) Les scores z de chaque laboratoire seront combinés au sein de chaque cycle d'essai d'aptitude pour produire une somme pondérée des scores (RSZ) et une somme des carrés des scores z (SSZ), qui sont toutes deux des indicatrices du rendement global du laboratoire. La RSZ calculée selon la formule $\sum z / \sqrt{n}$ (n = nombre de scores combinés), utilise les signes de scores z pour détecter la constance du biais dans un système analytique. La SSZ, calculée comme : z^2 , ne tient pas compte des signes des scores z et détecte les écarts anormalement élevés entre les valeurs provenant de la même population.
- b) Les RSZ et SSZ sont des scores complémentaires et il faut que les deux soient acceptables pour qu'un laboratoire passe l'évaluation quantitative d'une série d'essais d'aptitude. Les critères d'acceptabilité spécifiques utilisés pour évaluer le rendement global des essais d'aptitude de chaque laboratoire sont énoncés à l'annexe C et ont été approuvés par le GT-Labos GTLAM du CCN.

Nota : En règle générale, les responsabilités du laboratoire doivent comprendre celles-ci :

- i identifier la méthodologie utilisée pour chaque substance à analyser;
- ii déclarer un résultat sur la substance à analyser par échantillon et méthode pour une nouvelle accréditation ou le renouvellement de celle-ci;
- iii chaque méthode (s'il y en a plus d'une) doit donner son propre résultat pour

- chaque substance à analyser;
 - iv les pertes de perles pour essai ne doivent pas dépasser une par période de trois ans; si la fréquence des pertes est plus élevée, le processus de suspension se met en branle jusqu'à ce qu'une action corrective soit examinée et mise en œuvre;
 - v soumettre un minimum de 4-5 résultats pour 2 cycles - c.-à-d. 4-5 résultats sur la substance à analyser ou pour la méthode pendant 2 cycles ou une année de 12 mois.
- c) Pour éviter de mettre l'accent excessif sur un mauvais résultat isolé, les scores z supérieurs à +3 ou inférieurs à -3 se verront attribuer des valeurs de +3 et -3 respectivement.

6.2.2 Rapport des résultats

6.2.2.1 Des rapports seront remis aux participants par le coordonnateur des essais d'aptitude au moment indiqué par le Coordonnateur des essais d'aptitude suivant la réception de tous les rapports de laboratoire et ils contiendront les renseignements minimaux ci-après :

- a) valeur rapportée
- b) valeur attribuée
- c) écart-type
- d) variation de coefficient
- e) score z et critères

6.2.2.2 Les scores RSZ et SSZ globaux avec leurs critères ainsi que le résultat de l'évaluation de la validation quantitative seront rapportés pour chaque laboratoire.

6.3 Procédures en cas de rendement non satisfaisant du laboratoire

6.3.1 L'omission de tout laboratoire de se conformer à l'une quelconque des exigences d'accréditation, y compris celles des présentes lignes directrices, peut entraîner la suspension ou le retrait de l'accréditation conformément à la procédure de retrait documentée dans le document CAN-P-15. En outre, le laboratoire sera assujéti aux procédures de suspension énoncées ci-après lorsque le rendement des essais d'analyse minérale n'est pas conforme aux critères de rendement spécifiés.

Tous les cas de retrait d'accréditation sont publiés par le CCN. Quand une suspension a été ordonnée, les clients actuels et potentiels et le public sont avisés par la publication d'un avis de suspension sur le site Web du CCN. Dans le cas de laboratoires accrédités, cet avis prend la forme d'une portée d'accréditation modifiée.

6.3.2 Le CCN tiendra compte de plusieurs facteurs pour déterminer si la suspension d'un essai de la portée d'un laboratoire candidat ou le retrait de l'accréditation d'un laboratoire accrédité est nécessaire :

- a) rendement non satisfaisant ou omission de participer à un essai d'aptitude;
- b) omission de prendre des mesures correctives pour les identifications qui ne sont pas exactes.

- 6.3.3 L'omission de participer à un cycle d'essais d'aptitude entraînera la suspension immédiate du laboratoire.
- 6.3.4 La détermination quantitative inexacte est inacceptable pour toute substance à analyser pour laquelle un laboratoire offre des services pour lesquels il est accrédité et entraînera des mesures conformes aux clauses 6.3.5 à 6.3.7. Il faudra aussi que le laboratoire fasse l'audit du processus effectué sur l'échantillon et qu'il envoie une réponse écrite complète au coordonnateur du programme des essais d'aptitude en y indiquant le résultat de la ou des mesures correctives, avec un exemplaire supplémentaire envoyé au GT-Labos-GTLAM du CCN, dans les 10 jours ouvrables suivant la réception de l'avis des résultats non satisfaisants du laboratoire.
- 6.3.5 a) La non fourniture de la réponse écrite exigée conformément à la section 6.3.4 à la suite d'un rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude entraînera la suspension ou le retrait de l'accréditation. La production de la preuve de ce que le problème a été identifié et corrigé peut nécessiter que le laboratoire analyse des échantillons d'aptitude additionnels ou qu'il y ait une visite sur place du CCN, ou les deux.
- b) Lorsqu'il y a un deuxième cas de rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude (p. ex. lorsque, au sein d'un cycle quelconque d'essais d'aptitude, les échantillons d'essai additionnels ne sont pas analysés de façon exacte) le coordonnateur des essais d'aptitude avisera le CCN dans les 10 jours ouvrables de ce que le rendement n'est toujours pas satisfaisant. Le CCN procédera à la suspension immédiate du laboratoire et ce dernier n'aura pas son statut rétabli tant que le coordonnateur des essais d'aptitude n'aura pas confirmé le rendement satisfaisant aux essais de rendement.
- c) Après trois (3) cas de rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude au cours de toute période de deux (2) ans, le CCN entamera le retrait conformément à la procédure énoncée dans le document CAN-P-15.
- 6.3.6 La quantification inexacte de tout échantillon de client(s) est inacceptable. Le laboratoire est obligé d'avertir le client et de mettre en oeuvre toute mesure corrective conformément au document CAN-P-4D (ISO 17025 :1999).
- 6.3.7 Si le CCN lance une mesure en vue de suspendre l'accréditation du laboratoire, le statut officiel du laboratoire sera celui de laboratoire « suspendu » jusqu'au moment où la suspension est levée.
- 6.3.8 Un laboratoire dont l'accréditation a été retirée peut déposer une nouvelle demande selon le protocole du CCN.

ANNEXE A - GROUPE DE TRAVAIL DES LABORATOIRES D'ANALYSE MINÉRALE

Les membres du Groupe de travail des laboratoires d'analyse minérale constitué sous l'égide du Groupe de travail - Laboratoires du Conseil canadien des normes sont :

Convocateur : Robert J. Audette, Ph.D., FCIC, P. Chem., NQI-CA
Audette Consulting, St. Albert, AB

Co-convocateur : Wesley M. Johnson, Ph.D., FCIC
Quality Analysis Consultants, Victoria, BC

Membres : Jean M. Richardson, Ph.D., C.Chem.
Lakefield Research Ltd., Lakefield, ON

Henry F. Steger, Ph.D.
NRCan CANMET – Minerals, Ottawa, ON

M.L. Jane Weitzel, B.Sc. (Honors)
Cangene Corporation, Winnipeg, MB

Louis Gendreau, chimiste, M.Sc. DA
Iron Ore Company of Canada, Sept-Îles, QC

Représentant du personnel, secrétaire :

M. Rassoulou Diallo,
Agent principal de programme, Division de l'évaluation de la conformité
Conseil canadien des normes, Ottawa, ON

**ANNEXE B - LISTE DE SUBSTANCES À ANALYSER POUR LES ESSAIS
D'APTITUDE
(informative)**

Date d'émission	2001-09-01	
Métal	Plage de concentration	Plage de concentration (unités de remplacement)
Or	100 milliardièmes à 15 g/tonne métrique	100 µg/kg à 15 mg/kg
Argent	100 milliardièmes à 1000 ppm	100 µg/kg à 1000 mg/kg
Cuivre	100 milliardièmes à 1 %	100 µg/kg à 1 %M/M
Plomb	100 milliardièmes à 1 %	100 µg/kg à 1 %M/M
Zinc	100 milliardièmes à 1 %	100 µg/kg à 1 %M/M
Cobalt	100 milliardièmes à 0,1 %	100 µg/kg à 0,1 %M/M
Nickel	100 milliardièmes à 0,5 %	100 µg/kg à 0,5 %M/M
Palladium	100 milliardièmes à 3 ppm	100 µg/kg à 3 mg/kg
Platine	100 milliardièmes à 3 ppm	100 µg/kg à 3 mg/kg

NOTA : Le Projet canadien de matériaux de référence certifiés (CCRMP) - CANMET est actuellement l'organisme désigné pour ce programme d'essais d'aptitude. Cette liste de minéraux et de plages de concentration peut être modifiée de temps à autre par convention entre CANMET et le GTLAM. Les modifications peuvent être obtenues, sur demande, du GT-Labos GTLAM du CCN ou de la documentation fournie par CANMET pour le programme EA en cours.

ANNEXE C - CRITÈRES D'ÉVALUATION DU RENDEMENT AUX ESSAIS D'APTITUDE

Date d'émission : 1999-11-24

Date de révision : 2004-11-10

1. Résumé des critères d'évaluation pour chaque cycle EA et année EA :

a) Responsabilités du laboratoire :

- identifier la méthodologie utilisée pour chaque substance à analyser;
- déclarer un résultat sur chacune des substances à analyser par échantillon et méthode pour une nouvelle accréditation ou le renouvellement de celle-ci;
- chaque méthode (s'il y en a plus d'une) doit donner son résultat pertinent pour chaque substance à analyser dans un ensemble d'échantillons;
- ne peut perdre qu'un seul échantillon par période de trois ans - si la fréquence des pertes est plus élevée, le processus de suspension se met en branle jusqu'à ce qu'une mesure corrective soit examinée et mise en œuvre;
- doit soumettre un minimum de 4 résultats pour 2 cycles - c.-à-d. 4 résultats pour la substance à analyser ou pour la méthode pendant 2 cycles ou une année de 12 mois;
- doit, dès réception de chaque « rapport de rendement du cycle EA », prendre immédiatement la ou les mesures correctives se rapportant à tout résultat non satisfaisant – en faisant référence à toutes les exigences et responsabilités énumérées ci-dessous.

b) Le sous-comité EA du GT-Labos GTLAM utilise les critères d'évaluation générale suivants pour examiner les données et déterminer les mesures à prendre :

- emploi des données individuelles z, RSZ, SSZ pour évaluer le rendement du laboratoire;
- les valeurs cibles utilisées pour évaluer le rendement du laboratoire sont les suivantes :

Table 1 : Scores Z (Résultat de test sur substance à analyser **individuel** pour chaque échantillon) :

score z	Cotation qualitative
$ z \leq 2$	Satisfaisant (S)
$2 < z < 3$	Douteux (Q)
$ z \geq 3$	Non satisfaisant (U)

Table 2 : Valeurs absolues sur une série de scores z : (pour chaque ensemble de cycles EA) :

scores z absolus	Cotation qualitative
Tous scores $z < 2$	Bon
Tous scores $z < 3$	Satisfaisant (S)
Seulement un score $z \geq 3$	Douteux (Q)
Deux ou more scores $z \geq 3$	Non satisfaisant (U)

Table 3 : Sommes des scores z (RSZ) mis à l'échelle (pour chaque ensemble de cycles EA) :

Plage RSZ	Cotation qualitative
$RSZ \leq 2$	Bon
$2 < RSZ \leq 3$	Satisfaisant (S)
$3 < RSZ < 4$	Douteux (Q)
$RSZ \geq 4$	Non satisfaisant (U)

Table 4 : Somme des scores z (SSZ) au carré (pour chaque ensemble de cycles EA) :

Limite de confiance	Cotation qualitative
95 %	Satisfaisant (S)
99 %	Douteux (Q)
> 99 %	Non satisfaisant (U)

Table 5 : Table de Chia au carré contre intervalle de confiance (pour chaque cycle EA – utilisé pour le tableau 4 ci-dessus)

Limite de confiance	N=2	N=3	N=4	N=5	N=6
95 %	$x \leq 5,99$	$x \leq 7,82$	$x \leq 9,49$	$x \leq 11,07$	$x \leq 12,59$
99 %	$5,99 < x \leq 9,21$	$7,82 < x \leq 11,34$	$9,49 < x \leq 13,28$	$11,07 < x \leq 15,09$	$12,59 < x \leq 16,81$
> 99 %	$x > 9,21$	$x > 11,34$	$x > 13,28$	$x > 15,09$	$> 16,81$

2. Résumé des critères de cotation pour l'évaluation du rendement pour chaque cycle EA et chaque année EA :

Le sous-comité EA du GT-Labos GTLAM applique les critères suivants pour évaluer les exigences du laboratoire au regard de la mesure ou des mesures correctives consécutives à un rendement non satisfaisant :

- deux (2) cotations douteuses (Q) ou plus pour toute substance à analyser dans un cycle et une (1) cotation douteuse (Q) ou plus dans l'autre cycle pour la même substance à analyser (surtout les scores z) amènent le sous-comité EA du GT-Labos GTLAM à surveiller de près le rendement de cette substance. Des résultats invariablement douteux sur plusieurs cycles d'essai peuvent justifier de faire appel à la clause 6.3.4.;
- deux (2) cotations non satisfaisantes (U) dans un cycle (par ex. scores z non satisfaisants par deux fois pour la même substance à analyser dans des échantillons différents OU deux substances différentes) ou bien deux (2) cotations individuelles non satisfaisantes (U) dans deux cycles (pour une substance à analyser donnée ou des substances différentes) amènent le sous-comité à se prévaloir des clauses 6.3.4 et 6.3.5 a) et b) et à déterminer la suspension du statut d'accréditation pour des méthodes et substances à analyser particulières dans l'attente de recevoir confirmation de la ou des mesures correctives qui, dans la quasi-totalité des cas, donnent des résultats satisfaisants des EA sur les échantillons des contre-essais – voir la NOTA 1, ci-dessous;
- trois (3) cotations non satisfaisantes (U) (pour la même substance à analyser dans des échantillons différents, des substances différentes dans un même échantillon OU toute combinaison de ces résultats dans tout cycle sur une période de deux ans) justifient

d'invoquer la clause 6.3.5 c) et déterminent un retrait défini du statut d'accréditation relatif à cette méthode et substance(s) à analyser dans l'attente de l'investigation et de la mesure ou des mesures correctives du laboratoire.

NOTA 1 : Les précisions ci-dessous élucident les exigences et les procédures décrites dans la clause 6.3.4.

La «réception de l'avis » par le laboratoire de tout résultat non satisfaisant (c.-à-d. d'une cotation U afférente aux scores z, RSZ ou SSZ), que le coordonnateur du programme EA lui fait parvenir relativement au cycle d'essais d'aptitude, place d'emblée le laboratoire dans l'obligation de prendre immédiatement la mesure ou les mesures correctives qui s'imposent. Le « rapport de rendement du cycle EA » préliminaire du CANMET (et non le « rapport sommaire de cycle » final du CANMET) constitue la « réception de l'avis » des résultats de l'EA (tout comme le « rapport du rendement du cycle EA » émis par le coordonnateur du programme EA constitue la « réception de l'avis donné par le laboratoire »). Le coordonnateur EA envoie à l'animateur et au secrétaire du GTLAM une copie du « rapport de rendement du cycle EA » en indiquant la date de livraison.

Il incombe dès lors au laboratoire d'envoyer dans les dix (10) jours au secrétaire du GT-Labos GTLAM du CCN un rapport d'actions correctives (RAC) indiquant clairement la mesure ou les mesures correctives mises en œuvre dans le respect des dispositions énoncées à la clause 6.3. Ainsi que le prévoit la clause 6.3.5 a), ce RAC peut comprendre la demande d'un ensemble d'échantillons pour « contre-essai » (c.-à-d. un ensemble de 4 échantillons qui diffèrent de ceux du cycle de l'EA courant), adressée par le laboratoire au coordonnateur du programme EA PEC-LAM de CANMET. Si le « contre-essai » d'un ensemble d'échantillons est exigé par CANMET, le laboratoire doit, dès réception, analyser ces échantillons promptement et communiquer les résultats au coordonnateur du programme EA. Ce dernier évalue les résultats selon les procédures PEC-LAM courantes et fait parvenir au laboratoire, ainsi qu'à l'animateur et au secrétaire du GTLAM, le « rapport de rendement du contre-essai EA » en indiquant la date de livraison. Le laboratoire est alors tenu de répondre au secrétaire du GT-Labos GTLAM du CCN dans les dix (10) jours ouvrables et de rendre compte du statut final du RAC en indiquant clairement la ou les mesures correctives prises. Le comité EA GTLAM du CCN évalue subséquemment les résultats de ce RAC afin de déterminer si le rendement en matière d'EA est satisfaisant.

NOTA 2 : Le coordonnateur EA du PEA-LAM CANMET n'est pas chargé de surveiller le rendement des EA du laboratoire lié au maintien de l'accréditation du CCN. Cette responsabilité relève uniquement du comité EA GTLAM du CCN.

- a) **Dans chaque cycle EA individuel** pour l'évaluation et le traçage du statut d'accréditation provisoire on utilise les symboles \checkmark (satisfaisant), ? (douteux) et x (non satisfaisant), comme suit :
- \checkmark indique que les scores z, z absolus, RSZ et SSZ sont TOUS satisfaisants (S) c.-à-d. pas de scores $z > 2$, de scores absolus $z \leq 3$, $RSZ \leq 3$ et $SSZ \leq 95\%$.
 - ? indique que certains scores z, z absolus, RSZ et SSZ sont douteux (Q), mais qu'aucun n'est non satisfaisant (U).
 - x indique que certains scores z, scores z absolus, RSZ et SSZ sont non satisfaisants (U).

Le sous-comité EA du GT-Labos GTLAM utilise un tableur pour suivre le rendement de chaque laboratoire accrédité et candidat. Ce tableur contient des colonnes qui indiquent le statut d'accréditation temporaire (SAT). Ce SAT est utilisé conjointement avec les critères d'évaluation du rendement ci-dessus pour évaluer l'ensemble complet des échantillons dans ce cycle et déterminer la ou les mesures correctives requises (en vertu de la clause 6.3.4 – 6.3.5 du CAN-P-1579), de sorte que :

- \checkmark = le laboratoire conserve son accréditation.
- ? = le laboratoire conserve son accréditation.

- ?? = le laboratoire conserve son accréditation. L'animateur du GTLAM du CCN vérifie le rendement et consulte le sous-comité EA pour déterminer si le laboratoire doit prendre des mesures correctives.
- x = pour conserver son accréditation, le laboratoire doit faire parvenir un RAC au secrétaire du GTLAM du CCN dans les dix (10) jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA.
- xx = le laboratoire doit faire parvenir un RAC au secrétaire du GTLAM du CCN dans les dix (10) jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA. Suspension du statut d'accréditation pour la méthode ou substance(s) définie(s) dans l'attente de recevoir confirmation des mesures correctives qui, dans la quasi-totalité des cas, donnent des résultats satisfaisants des EA sur les échantillons des contre-essais – voir NOTA 1, ci-dessus.
- xxx = le laboratoire doit faire parvenir un RAC au secrétaire du GTLAM du CCN dans les dix (10) jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA. Retrait du statut d'accréditation pour la méthode et les substances définies, jusqu'à ce que soit confirmé le rendement satisfaisant du contre-essai des échantillons de l'EA.

- b) Maintien de l'accréditation pendant les **deux cycles EA** de l'année, évalué comme suit :
Nota : le laboratoire est tenu de surveiller son rendement tout au long de ces deux cycles EA et de prendre la ou les mesures correctives qui s'imposent sans autre avis de la part du coordonnateur du programme EA- GTLAM du CCN.

<u>Cycle 1 PAS</u>	<u>Cycle 2 PAS</u>	<u>Action</u>
tous √	tous √	Maintien de l'accréditation
tous √ 1?	1? tous √	Maintien de l'accréditation
? ?? √ ?? ?	? ?? ? ??	Maintien de l'accréditation. L'animateur du GTLAM du CCN vérifie les résultats et consulte le sous-comité EA pour déterminer si le laboratoire doit prendre des mesures correctives.
√ x	x x	Mesure(s) corrective(s) communiquée(s) par le laboratoire au secrétaire du GTLAM du CCN dans les 10 jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA en vue du maintien de l'accréditation.
x xx √	x xx	Mesure(s) corrective(s) communiquée(s) par le laboratoire au secrétaire du GTLAM du CCN dans les 10 jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA. Suspension du statut d'accréditation pour la méthode ou substance(s) à analyser, dans l'attente de

recevoir confirmation des mesures correctives qui, dans la quasi-totalité des cas, donnent des résultats satisfaisants des EA sur les échantillons des contre-essais.

xx	x	Mesure(s) corrective(s) communiquée(s) par le laboratoire au secrétaire du GTLAM du CCN dans les 10 jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA. Retrait du statut d'accréditation pour la méthode et substance(s) à analyser, jusqu'à ce que soit confirmé le rendement satisfaisant du contre-essai des échantillons de l'EA.
x	xx	
xxx		
√	xxx	

- c) Maintien de l'accréditation pour **une période de deux ans** - Évalué comme suit :
Nota : le laboratoire est tenu de surveiller son rendement tout au long de ces deux cycles EA et de prendre la ou les mesures correctives qui s'imposent sans autre avis de la part du coordonnateur du programme EA du GTLAM du CCN.

Cycle 1 PAS	Cycle 2 PAS	Cycle 3 PAS	Cycle 1 PAS	Action
x	x	x		Mesure(s) corrective(s) communiquées par le laboratoire au secrétaire du GTLAM du CCN dans les 10 jours ouvrables de la réception du rapport de rendement du cycle EA. Retrait du statut de la méthode et substance(s) à analyser jusqu'à confirmation du rendement satisfaisant EA du contre-essai des échantillons.
√	x	x	x	
x	√	x	x	
x	x	√	x	
xx	x	x	x	
x	xx	x	xx	
etc.				

Toute correspondance concernant les plans d'action corrective et toutes les demandes de renseignements relatives au statut d'accréditation doivent être adressées au secrétaire du Groupe de travail – Laboratoires d'analyse minérale du Conseil canadien des normes :

Rassoulou Diallo
 Agent principal de programme – PALCAN
 Division de l'Évaluation de la conformité
 Conseil canadien des normes
 270, rue Albert, bureau 200
 Ottawa (Ontario) K1P 6N7
 Tél. : (613) 238-3222, poste 437 / Téléc. : (613) 569-7808
 Courriel : rdiallo@scc.ca

Les demandes d'échantillons pour « contre-essai » (essais d'aptitude) du PEC-LAM de CANMET doivent être adressées au :

Coordonnateur, PEC-LAM
Ressources naturelles Canada,
555, rue Booth, Ottawa (Ont.) K1A 0G4
Tél. : (613) 992-3893 / Téléc. : (613) 996-9673
Courriel : clsmith@NRCan.gc.ca

ANNEXE D - LIGNE DIRECTRICE GÉNÉRALE POUR DÉTERMINER L'INCERTITUDE DE LA MESURE (informative)

NOTA : - Les clauses applicables de CAN-P-4D (ISO/CEI 17025:1999) sur l'incertitude de la mesure pour
LES laboratoires d'essais se trouvent dans les sections 5.4.6.2 et 5.4.6.3.

1. Introduction

Il est avéré que l'incertitude entache toute analyse. Il incombe donc au laboratoire (à l'analyste) de s'assurer que les données dérivées de l'analyse sont adaptées aux fins prévues. Les données sont-elles conformes aux exigences d'exactitude et de fidélité pour être utilisées en toute confiance? Le laboratoire (l'analyste) doit estimer l'envergure du biais et de l'écart-type associés à tout processus analytique pour assurer la conformité du résultat. Pour le biais, on utilise les normes et matériaux de référence. Pour l'écart-type, il faut procéder à une estimation, car tout biais inférieur à la plage d'incertitude est impossible à identifier.

Après l'évaluation de chaque source d'incertitude, on en trouve certaines qui ont un effet notable, et d'autres un effet limité sur le degré d'incertitude globale.

Les composantes d'incertitude sont classées en deux catégories : « Type A » (évaluation statistique) et « Type B » (autre évaluation).

2. Approche pratique pour les laboratoires d'analyse minérale

L'évaluation de Type A est une façon d'estimer l'incertitude au moyen des données de fidélité obtenues pendant le processus de développement de la méthode et de mesurage de routine. Ces données peuvent provenir de plusieurs sources :

- l'inclusion de répliquats à certaines étapes de la procédure,
- les répliquats utilisés pour prouver une méthode par le biais de l'essai de robustesse,
- l'écart-type calculé à partir de données provenant de l'inclusion routinière de matériaux de référence dans les processus analytiques.

Tous ces éléments se combinent pour produire une information capable de donner une mesure générale de l'envergure de l'incertitude du résultat analytique.

La variance globale du résultat d'une méthode analytique est la somme de toutes les variances introduites à chaque étape du processus. Cela comprend des variances d'échantillonnage et de sous-échantillonnage de matériaux bruts et broyés, la pondération de portions analytiques, l'efficacité de digestion, la dilution et les mesures instrumentales. L'introduction de répliquats à une étape permet de mesurer la somme de toutes les sources de variance de cette étape et de toutes les étapes subséquentes du processus. Par conséquent, si on introduit des répliquats dès la première manipulation des échantillons (au moment du concassage, par ex.), on peut produire une estimation de la variance globale pour tout le processus. L'introduction de répliquats à des étapes subséquentes de l'analyse permet d'isoler

la variance qui apparaît à différentes étapes et d'évaluer la principale source d'incertitude.

Emploi de la variance de l'introduction de répliquats :

Il n'est pas possible de répéter chaque mesurage plusieurs fois. Toutefois, il n'est pas nécessaire de le faire : dans bien des cas, il suffit d'avoir 1 duplication sur 10, 1 sur 20 ou même 1 sur 40 si suffisamment d'échantillons sont traités. Avec assez de données réitérées (généralement > 40-50 mesures), une estimation fiable de la variance (et de son carré, l'écart-type) de la mesure, et donc de sa fidélité, peut être calculée. Voici comment :

$$\text{Variance } v = s^2 = \sum R^2 / 2N$$

R = différence entre répliquats

N = nombre de paires.

Trois conditions doivent être présentes pour assurer la fiabilité de l'écart-type « s » :

- 1) N doit être au moins 20, de préférence 40-50.
- 2) Les concentrations des échantillons d'où proviennent les répliquats ne doivent pas être d'un ordre de magnitude différent (10 ppm à 500 ppm, par exemple, est probablement une plage de concentration trop large – calculer la variance pour deux plages - dans ce cas : <100 ppm et > 100 to 500 ppm).
- 3) Les répliquats ne doivent pas présenter de biais entre les ensembles de répliquats – la somme des différences entre les paires individuelles (compte tenu du signe) doit être proche de zéro, comme l'indique un test de signification, le test T à paires.

Après cela, on aura une mesure de l'incertitude associée aux résultats analytiques, y compris une erreur de sous-échantillonnage si les répliquats sont introduits à une étape où le sous-échantillonnage est fait. Si l'incertitude des données est trop importante, et donc, que les données ne sont pas utiles, le laboratoire (l'analyste) devra identifier la principale source d'erreur aléatoire (incertitude) et modifier le processus pour réduire l'incertitude de cette source.

Il faut mentionner que le laboratoire (l'analyste) ne doit s'occuper que des sources ayant un écart-type supérieur au 1/3 de l'écart-type de la source la plus importante (pas le total).

Le Type B est l'analyse causale de type métrologique permettant d'identifier toutes les sources d'incertitude et d'estimer leur envergure. Par exemple, le jugement de pair fondé sur les données dans les certificats d'étalonnage, les données précédentes et l'expérience du comportement d'un instrument, les spécifications de fabricants et toute autre information pertinente comme la pondération, la dilution, etc. Les écarts-types individuels sont combinés par le biais de la propagation des règles d'erreur pour générer une incertitude globale associée à l'analyse. C'est un exercice valable qui force les concepteurs ou adaptateurs de méthodes analytiques à envisager l'ensemble de la procédure pour cerner les sources de problèmes possibles. L'inconvénient, c'est qu'il est « mathématique » et prend du temps.

Le Type A ne doit pas être utilisé pour éliminer le Type B. Cela peut simplifier le processus, car toute source d'incertitude potentielle peut être ignorée si les mesures de réplicats ont montré qu'elle est trop petite pour grandement contribuer à l'incertitude globale, et si la variabilité due à cette source est incluse dans la variabilité mesurée par la réplication expérimentale des échantillons ou matériaux de référence.

3. Ligne directrice générale pour déterminer l'estimation et déclarer l'incertitude d'essais

NOTA : Le GT-Labos GTLAM du CCN remercie UKAS d'avoir consenti à la reproduction des sections suivantes du « UKAS Publication LAB 12, *The Expression of Uncertainty in Testing* ». C'est une ressource excellente sur les aspects pratiques de l'évaluation de l'incertitude, et les Laboratoires d'analyse minérale devraient en avoir un exemplaire à leurs dossiers.

3.1 Sources d'incertitude (UKAS section 6)

3.1.1 Il existe plusieurs sources d'incertitude possibles dans les essais, y compris :

- (a) définition incomplète de l'essai; les exigences ne sont pas clairement définies, par ex. « température ambiante »;
- (b) réalisations imparfaites de la méthode; même quand les conditions sont bien définies, il n'est pas toujours possible de les produire;
- (c) échantillonnage : échantillon qui n'est pas entièrement représentatif;
- (d) mauvaise connaissance des effets de conditions environnementales, ou mesure imparfaite des conditions environnementales;
- (e) biais personnel dans la lecture d'instruments analogiques;
- (f) résolution de l'instrument ou du seuil de discrimination, erreurs de graduation;
- (g) valeurs attribuées aux normes de mesurage (de référence et de travail) et aux matériaux de référence;
- (h) modification des caractéristiques ou du rendement d'un instrument depuis le dernier étalonnage;
- (i) valeurs de constantes et autres paramètres utilisés dans l'évaluation;
- (j) approximations et hypothèses intégrées dans la méthode;
- (k) variations dans les observations répétées sous conditions apparemment identiques - par exemple : brèves fluctuations de l'environnement comme la température, l'humidité et la pression atmosphérique; variabilité du rendement de l'appareil.

3.1.2 Ces sources ne sont pas forcément indépendantes et les effets systématiques non reconnus ne peuvent pas toujours être identifiés mais contribuent tout de même à

l'erreur. (L'existence de ces effets peut ressortir de l'examen des résultats d'intercomparaisons.)

3.2 Résumé des étapes dans l'estimation de l'incertitude (UKAS section 8)

3.2.1 Voici un bref résumé de la méthode générale à suivre pour l'évaluation de l'incertitude, applicable dans la plupart des circonstances. L'identification des sources d'incertitude est la plus importante dans le processus. La quantification de l'incertitude nécessite généralement une large estimation de composante de Type B. Par conséquent, il faut avoir un personnel compétent qui fait preuve d'esprit critique et fonde ses estimations sur des données quantitatives dans la mesure du possible.

3.2.2 Étapes à suivre :

- (a) dresser la liste de tous les facteurs pouvant influencer les valeurs mesurées;
- (b) produire une estimation préliminaire des valeurs des composantes d'incertitude, et éliminer celles qui sont insignifiantes;
- (c) estimer les valeurs attribuées à chaque incertitude significative, en les exprimant de la même façon que l'écart-type (voir UKAS article 7.1.4 et alinéa 7.2);
- (d) considérer les composantes et décider s'il y en a qui sont interdépendantes ou qui dominant;
- (e) ajouter des composantes interdépendantes de manière algébrique, c.-à-d. en se demandant s'il agissent en harmonie ou en opposition et tirer une valeur nette (cf. UKAS alinéa 7.3);
- (f) prendre les composantes indépendantes et les valeurs de toute composante dérivée nette et, en l'absence de dominante, calculer la racine carrée de la somme des racines carrées pour produire une incertitude combinée standard (cf. UKAS alinéa 7.3);
- (g) sauf quand seulement l'incertitude standard (un écart-type) est requise, multiplier l'incertitude combinée standard par un facteur de couverture k , sélectionné en fonction du niveau de confiance requis, pour produire incertitude étendue. En l'absence de niveau de confiance particulier spécifié dans la norme standard ou par le client, ce facteur est de 2, ce qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % (cf. UKAS sous-alinéa 7.4).

3.3 Rapport des résultats (UKAS section 9)

APPROCHE GÉNÉRALE

3.3.1 La portée de l'information donnée avec les résultats de tests et l'incertitude doit être en fonction des exigences du client, de la spécification et de l'utilisation prévue du

résultat. La méthode utilisée pour calculer le résultat et son incertitude doit être établie dans le report ou dans le dossier de test, y compris:

- (a) documentation des étapes et calculs de l'analyse pour permettre de répéter le calcul au besoin;
- (b) corrections et constantes utilisées, et leurs sources;
- (c) documentation du calcul de l'incertitude.

3.3.2 Dans le compte rendu du résultat et de l'incertitude, éviter les nombres excessifs de chiffres. Dans la plupart des cas, l'incertitude peut être exprimée par un maximum de deux chiffres significatifs (mais au moins trois pendant les étapes d'estimation et de combinaison des composantes d'incertitude pour minimiser les erreurs d'arrondi).

3.3.3 Sauf indication contraire, le résultat de la mesure doit être signalé avec l'incertitude étendue appropriée au niveau de confiance 95 %, comme suit :

Valeur mesurée	100,1 (unités)
Mesure de l'incertitude	$\pm 0,1$ (unités)

L'incertitude étendue est calculée d'après une incertitude standard multipliée par un facteur de couverture de $k=2$, ce qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.