

# Contrôle interne de la qualité

Patricia MOULIN

Christian HARTMANN



**GLOSOLAN**  
training sessions

2021

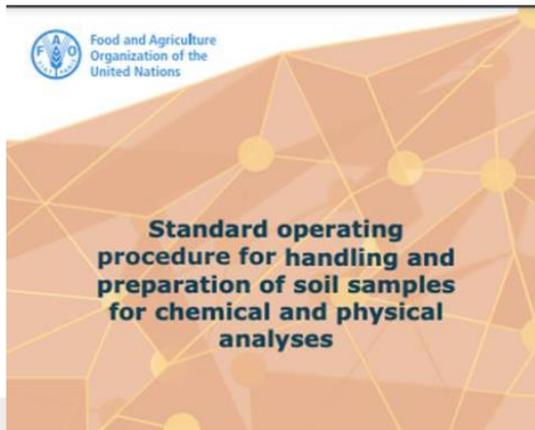
# Points abordés

- Quelques définitions générales
- Comment préparer un échantillon de référence interne
- Comment suivre la qualité interne
- Interprétation des résultats de qualité interne

# CONTROLE DE LA QUALITE DANS UN LABORATOIRE D'ANALYSE

Le contrôle de qualité permet **d'évaluer**, de **corriger** et de **valider** le processus aboutissant aux résultats d'analyse. Les différents contrôles de qualité permettent au laboratoire de prouver que les valeurs d'analyse ont été obtenues avec une grande fiabilité.

Certaines étapes de pré- ou de post-analytiques concernant les échantillons ne sont pas couvertes par les contrôles de qualité et doivent faire l'objet de surveillances /procédures spécifiques.



Prélèvement, étiquetages, stockage des échantillons : consulter la formation dédiée « **SESSION 5b: Webinaire sur la mise en œuvre de la procédure opérationnelle standard pour la manipulation et la préparation des échantillons de sol pour les analyses chimiques et physiques** » ainsi que la SOP

# CONTROLE DE LA QUALITE DANS UN LABORATOIRE D'ANALYSE

Dans un sens large, le contrôle de qualité peut se définir comme un ensemble de moyens pour assurer **la fiabilité des résultats jour après jour et sur une longue période de temps**. Il s'applique à tous les types de méthodes, soit quantitatifs, semi-quantitatifs ou qualitatifs. Il est constitué du contrôle interne et externe de qualité. Selon le type de la méthode et la catégorie de matériaux de contrôle utilisés, il renseigne sur les indicateurs de performance tels que l'exactitude en se référant à la fidélité et la justesse.

# Quelques rappels

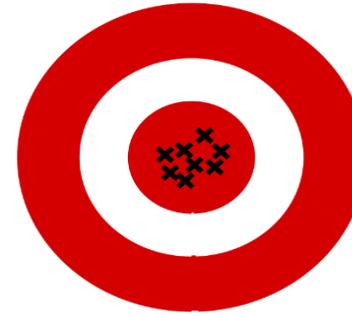
FIDELE MAIS PAS  
JUSTE



JUSTE MAIS PAS  
FIDELE



JUSTE ET FIDELE



Deux termes «**justesse**» et «**fidélité**» pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» se réfère à l'étroitesse de l'accord entre la moyenne arithmétique d'un grand nombre de résultats d'essai et la valeur de référence vraie ou acceptée. La «fidélité» se réfère à l'étroitesse de l'accord entre les résultats d'essai.

La **fidélité** est quelquefois désignée par le terme **précision**.

La fiabilité des résultats d'analyse est déterminée par leur fidélité et leur justesse

Le terme général exactitude est utilisé en référence à la fois à la justesse et à la fidélité.

# CONTROLE DE LA QUALITE DANS UN LABORATOIRE D'ANALYSE

## INTERNE (CQI)

- Autocontrôle utilisant les résultats d'un seul laboratoire.
- Validation des résultats **en continu** (détecter et corriger les erreurs **immédiatement**).

**Objectif** : Il permet de vérifier la reproductibilité et la précision des résultats et de valider la calibration du test

## EXTERNE (CQE)

- Contrôle par un organisme externe des laboratoires analysant tous le même échantillon avec le même système analytique.
- Surveillance **ponctuelle** de la qualité, détection d'une dérive ou d'erreurs à **posteriori**

**Objectif** : Il permet de vérifier l'exactitude des résultats et facilite la comparaison des performances des différents instruments.

# Préparer son/ses échantillon(s) de sol pour un suivi de la qualité interne



Food and Agriculture  
Organization of the  
United Nations

## **Global Soil Laboratory Network:**

***Basic guidelines on how to  
produce a soil sample for  
proficiency testing***

<https://www.fao.org/3/ca7522en/ca7522en.pdf>

**GLOSOLAN**  
training sessions  
2021



# CHOIX et UTILISATION D'UN ECHANTILLON DE CONTROLE INTERNE - CQI

## Choix de l'échantillon de CQI :

- Il ne doit jamais être l'étalon ou le calibrant de votre série d'analyse, il doit avoir une autre origine.
- Il doit avoir une composition et un comportement les plus semblables possibles aux échantillons analysés
- Il doit avoir une teneur proche des échantillons analysés

## Utilisation /réalisation de CQI :

Il s'agit d'une étape qui consiste à introduire dans une série d'analyses un ou plusieurs échantillons de contrôle de concentration différente et connue.

Il doit être traité de la même façon que les échantillons « inconnus »

La valeur trouvée est confrontée à une valeur cible et doit se situer dans les limites acceptables annoncées par le fabricant du contrôle ou établies par le laboratoire selon les besoins.

Il permet de valider ou de rejeter la série d'analyses. Le CQI n'a de sens que s'il est réalisé fréquemment, afin de détecter au plus vite un problème analytique lié au réactif ou à l'instrument

# En pratique

## POURQUOI?

- Permet d'avoir un échantillon de sol similaire à nos échantillons traités habituellement
- Moindre coût et en grande quantité
- Tester nos résultats en continu

## COMMENT?

Profiter d'une opportunité

Environ 30 kg de sol

Pelle, brouette

Bien homogénéiser

**Attention à la sédimentation naturelle...**



## Quels moyens....



Séchage à l'air



Tamisage à 2 mm

Mise en boîte de environ 1 kg / une fraction de chacune des boîtes est broyée à 0.2 mm pour certaines analyses



mélange

## Réalisation des mesures

- ✓ Une répétition par boîte / voir deux pour BE/CEC, granulométrie
- ✓ prise en compte d'un maximum de paramètre pouvant influencer :
  - jours
  - opérateurs
  - gamme /étalonnage
  - différentes boites
  - Etc.....



SOL	Si nécessaire étalonner le pH mètre avec les solutions tampons
pH H <sub>2</sub> O/KCl	peser 20g d'échantillon de sol tamisé à 2mm dans un flacon en plastique
série N° :356	ajouter 50ml d'eau distillée et agiter avec l'agitateur va et vient pendant 1 heure étalonner le pHmètre et mesurer le pH H <sub>2</sub> O ajouter 3.8 g de KCl et agiter pendant 15mn mesurer le pH KCl

imprimé le	05/10/2020	Pente : 99.8%	Protocole Ph
dosé le	02/07/2020		
par	JHD puis MPT	Remarques:	
contrôlé par	PM	SM 5/19, SM 6/19, PR 08/20	

N° série	Dossiers	Référence échantillon	pH H <sub>2</sub> O	pH KCl
1	Echantillon Interne	Boite 1	5.55	5.20
2		Boite 2	5.56	5.30
3		Boite 3	5.50	5.22
4		Boite 4	5.62	5.47
5		Boite 5	5.56	5.39
6		Boite 6	5.70	5.54
7		Boite 7	5.40	5.21
8		Boite 8	5.68	5.34
9		Boite 9	5.53	5.41
10		Boite 10	5.45	5.31
21	Témoin	T1	6.51	5.20

JOUR 1

N° série	Dossiers	Référence échantillon	pH H <sub>2</sub> O	pH KCl
1	Echantillon Interne	Boite 11	5.58	5.22
2		Boite 12	5.45	5.15
3		Boite 13	5.55	5.32
4		Boite 14	5.66	5.37
5		Boite 15	5.58	5.25
6		Boite 16	5.62	5.24
7		Boite 17	5.45	5.21
8		Boite 18	5.68	5.32
9		Boite 19	5.52	5.43
10		Boite 20	5.42	5.21
21	Témoin	T1	6.54	5.25

JOUR 2

MOYENNE :	5.55	5.31
ECART TYPE :	0.090	0.10

## Réalisation des mesures

- ✓ Calcul des moyennes  $\bar{X}$  et écart type s
- ✓ Regard critique sur ces résultats
- ✓ Si besoin augmenter le nombre de répétition
- ✓ Nous avons notre échantillon de contrôle interne inclus dans chaque série

Valeur pH eau : 5.55  
Ecart type : 0.09

**VOUS AVEZ VOTRE ECHANTILLON DE CONTRÔLE INTERNE**

# Comment utiliser les données du contrôle interne?

Utilisation du Zscore

$$Zscore = \frac{Xi - \bar{X}}{\sigma}$$

Cela permet de comparer la valeur trouvée par rapport à la moyenne des répétitions et leur écart type

Exemple du pH

Valeur moyenne pH eau : 5.55  
Ecart type : 0.09

Valeur trouvée 5.25

$$Zscore = \frac{5.45 - 5.55}{0.09} = 1.11$$

Quelle décision prendre?

# Détermination des seuils d'avertissement et d'alarme

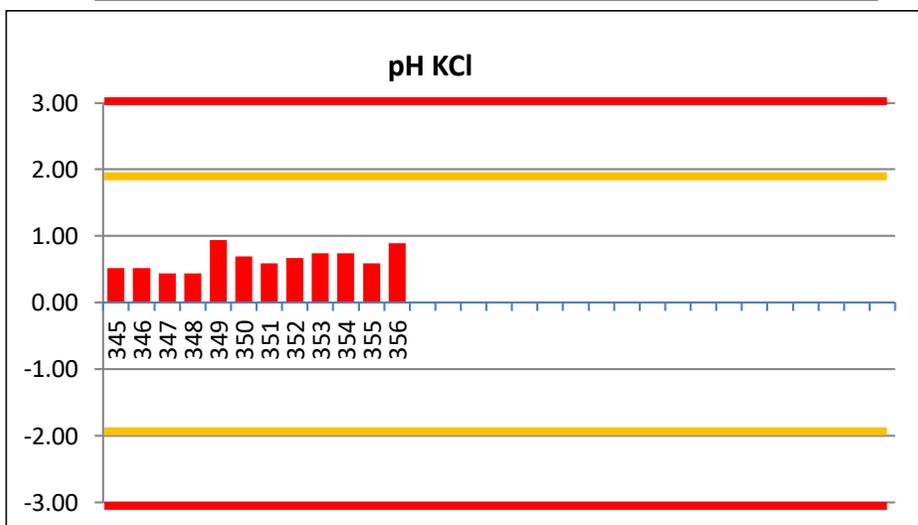
MOYENNE ( $\bar{X}$ ) ET ECART TYPE (S) SONT NECESSAIRES : calcul du Zscore S

- Si échantillons du commerce, elles sont données par le fournisseur
- Si échantillon de fabrication interne, la moyenne et l'écart type sont réalisés sur les 20 premiers résultats du contrôle

- **seuil inférieur d'avertissement** = valeur moyenne moins 2 s ( $\bar{X} - 2s$ )
- **seuil supérieur d'avertissement** = valeur moyenne plus 2 s ( $\bar{X} + 2s$ )

- **seuil inférieur d'alarme** = valeur moyenne moins 3 s ( $\bar{X} - 3s$ )
- **seuil supérieur d'alarme** = valeur moyenne plus 3 s ( $\bar{X} + 3s$ )

La fiche du CQ peut maintenant être préparée.



**Lorsqu'un résultat se trouve au-delà de la limite des 3s ou lorsque 2 résultats successifs se trouvent en dehors de la limite 2s, une alarme doit être déclenchée.**

# SUIVI DES CARTES DE CONTROLE

## Exemple d'une carte de contrôle conforme

Définition : le résultat du contrôle se situe à l'intérieur du seuil d'avertissement (c'est-à-dire à l'intérieur de  $\bar{x} \pm 2s$ ).

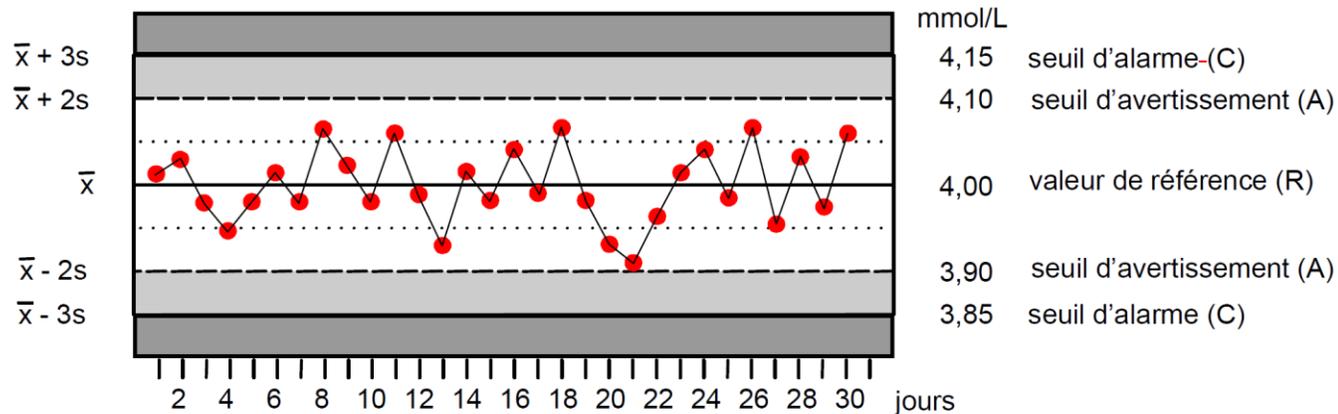


Figure 1 : Les résultats du CQ sont conformes

Toutes les valeurs de contrôle se situent à l'intérieur du seuil d'avertissement de  $\bar{x} \pm 2s$ , c'est-à-dire l'exactitude et la précision suffisent aux exigences.

**Les résultats sont utilisables**

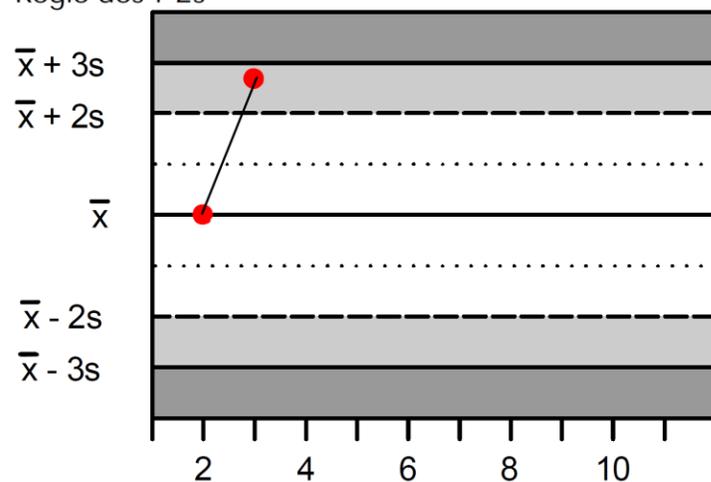
**Mais attention : a-t-on bien défini les erreurs standards?**

**La dispersion est-elle normale par rapport au type d'analyse?**

# SUIVI DES CARTES DE CONTROLE

## ALERTE ET MESURE A RENDRE

Règle des 1-2s



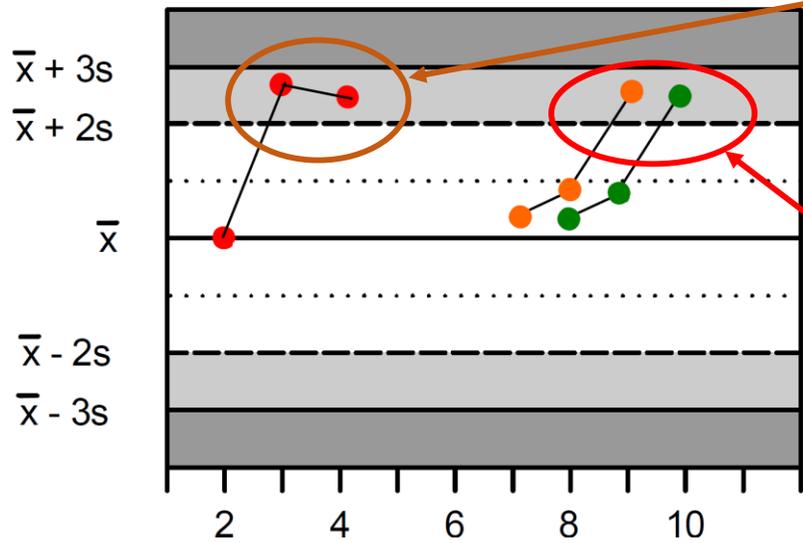
**On est en dehors du seuil d'avertissement mais dans le seuil d'alarme.**

**Les résultats peuvent être utilisés mais on reste vigilant**

# SUIVI DES CARTES DE CONTROLE

ALERTE ET MESURE A PRENDRE

**NON CONFORME**



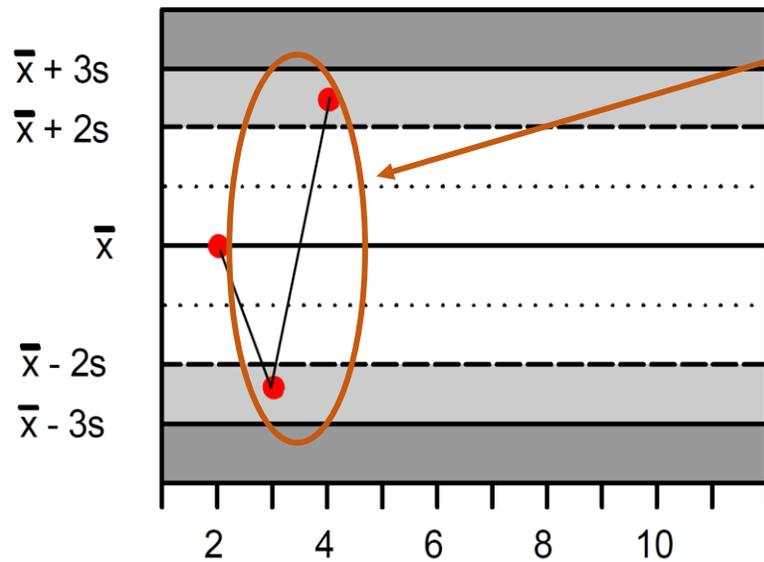
Deux résultats de suite d'un même contrôle au delà du seuil d'avertissement

Résultats de deux contrôles différents passés simultanément non au delà du seuil d'avertissement

# SUIVI DES CARTES DE CONTROLE

EXEMPLE :

**NON CONFORME**

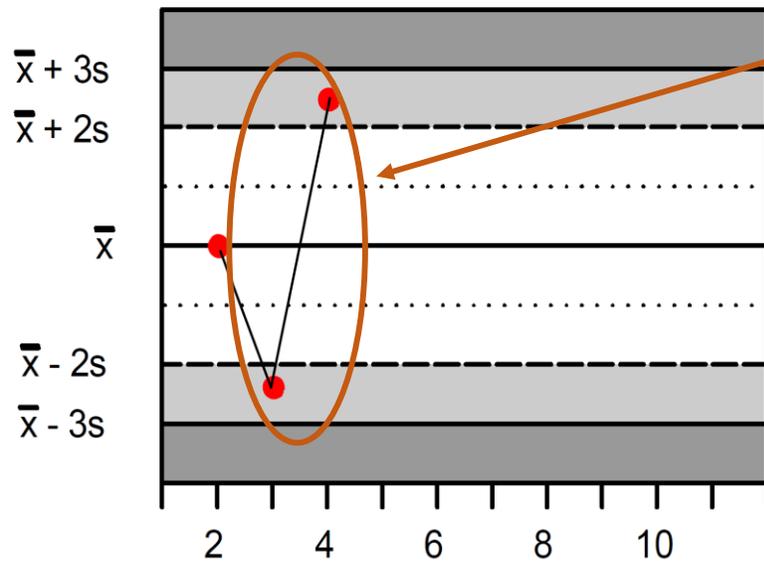


Deux résultats de suite d'un même contrôle au delà du seuil d'avertissement de part et d'autre, soit 4s!

# SUIVI DES CARTES DE CONTROLE

EXEMPLE :

**NON CONFORME**



Deux résultats de suite d'un même contrôle au delà du seuil d'avertissement de part et d'autre, soit 4s!

## MESURE A PRENDRE EN CAS D'ALARME

Le système analytique doit être **stoppé** et aucun résultat ne doit être rendu jusqu'à ce que le problème soit réglé.

En premier lieu, les erreurs les plus probables du système analytique doivent être recherchées.

Dès que tous les problèmes ont été résolus, un échantillon de CQI doit être analysé.

Si le résultat de la mesure se situe dans la limite des 2s, les analyses peuvent reprendre.

Toutes les valeurs obtenues entre le moment où le seuil d'alarme a été atteint et le dernier contrôle accepté doivent faire l'objet d'une nouvelle validation/analyse.

## MESURE A PRENDRE EN CAS D'ALARME

Le système analytique doit être **stoppé** et aucun résultat ne doit être rendu jusqu'à ce que le problème soit réglé.

En premier lieu, les erreurs les plus probables du système analytique doivent être recherchées.

Dès que tous les problèmes ont été résolus, un échantillon de CQI doit être analysé.

Si le résultat de la mesure se situe dans la limite des 2s, les analyses peuvent reprendre.

Toutes les valeurs obtenues entre le moment où le seuil d'alarme a été atteint et le dernier contrôle accepté doivent faire l'objet d'une nouvelle validation/analyse.

## Types de contrôle interne

- Echantillon de sol « fait maison »
- blanc analytique : dans chaque série d'analyses insérer un « blanc » : Tous les réactifs sont présents mais pas d'échantillons
- Calibration interne des balances
- Ect....

# Exemple de séries d'analyses et de ses contrôles

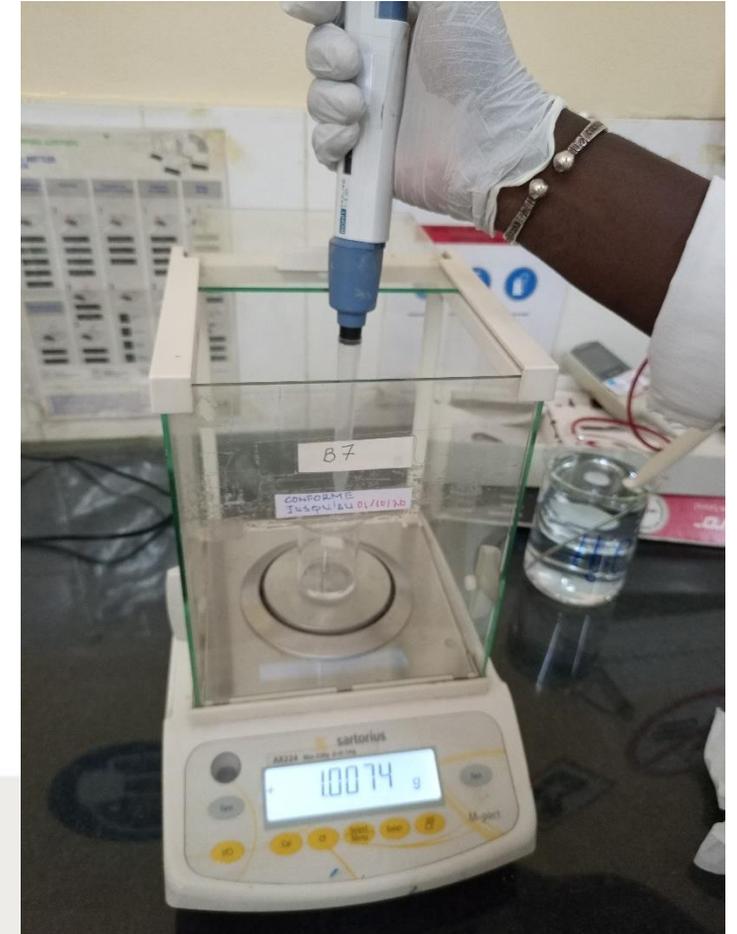
Feuille de travail exportée depuis : C:\Users\IRD\Documents\Agilent\MP Expert\My Results\BT 47 Ca 1.mpws

Nom	Type	Date heure	Elément	Données non ajusté	Concentration	Unité
Blanc	Blc	22/11/2021 14:40:41	Ca 396.847	0	0	mg/L
Etalon 1	STD	22/11/2021 14:42:52	Ca 396.847	1	1	mg/L
Etalon 2	STD	22/11/2021 14:45:03	Ca 396.847	--	--	mg/L
Etalon 3	STD	22/11/2021 14:47:14	Ca 396.847	5	5	mg/L
Etalon 4	STD	22/11/2021 14:49:26	Ca 396.847	10	10	mg/L
Etalon 5	STD	22/11/2021 14:51:38	Ca 396.847	20	20	mg/L
Blanc	Echantillon	22/11/2021 14:53:45	Ca 396.847	-0.01	-0.01	mg/L
Blanc	Echantillon	22/11/2021 14:56:00	Ca 396.847	0	0	mg/L
Vérification d'étalonnage continu	QC	22/11/2021 14:58:12	Ca 396.847	11.51	11.51	mg/L
Blanc	Echantillon	22/11/2021 15:00:23	Ca 396.847	0.01	0.01	mg/L
Echantillon 1	Echantillon	22/11/2021 14:14:55	Ca 396.847	10.76	10.76	mg/L
Echantillon 2	Echantillon	22/11/2021 14:17:07	Ca 396.847	11.93	23.86	mg/L
Echantillon 3	Echantillon	22/11/2021 14:19:15	Ca 396.847	10.71	21.43	mg/L
Echantillon 4	Echantillon	22/11/2021 14:21:31	Ca 396.847	12.11	24.23	mg/L
Echantillon 5	Echantillon	22/11/2021 14:23:42	Ca 396.847	19.3	19.3	mg/L
Echantillon 6	Echantillon	22/11/2021 14:25:54	Ca 396.847	19.29	19.29	mg/L
Echantillon 7	Echantillon	22/11/2021 14:28:06	Ca 396.847	24.77	24.77	mg/L
Echantillon 8	Echantillon	22/11/2021 14:30:18	Ca 396.847	25.48	25.48	mg/L
Repentage Blanc	Blc	22/11/2021 14:32:29	Ca 396.847	0	0	mg/L
Repentage Etalon 4	STD	22/11/2021 14:34:40	Ca 396.847	10	10	mg/L
Echantillon 9	Echantillon	22/11/2021 15:02:34	Ca 396.847	13.89	27.77	mg/L
Echantillon 10	Echantillon	22/11/2021 15:04:46	Ca 396.847	32.23	32.23	mg/L
Echantillon 11	Echantillon	22/11/2021 15:06:58	Ca 396.847	23.5	23.5	mg/L
Echantillon 12	Echantillon	22/11/2021 15:09:11	Ca 396.847	14.75	29.5	mg/L
Echantillon 13	Echantillon	22/11/2021 15:11:23	Ca 396.847	10.77	10.77	mg/L
Echantillon 14	Echantillon	22/11/2021 15:13:35	Ca 396.847	28.09	28.09	mg/L
Echantillon 7	Echantillon	22/11/2021 15:15:47	Ca 396.847	12.81	25.62	mg/L
Echantillon 8	Echantillon	22/11/2021 15:17:59	Ca 396.847	11.24	22.49	mg/L
Echantillon 10	Echantillon	22/11/2021 15:20:10	Ca 396.847	14.22	28.43	mg/L
Echantillon 11	Echantillon	22/11/2021 15:24:34	Ca 396.847	10	20	mg/L
TEMOIN INTERNE	Echantillon	22/11/2021 15:26:46	Ca 396.847	12.9	25.8	mg/L
Vérification d'étalonnage continu	QC	22/11/2021 15:22:22	Ca 396.847	12.11	12.11	mg/L
BLANC	Echantillon	22/11/2021 15:28:57	Ca 396.847	0.02	0.02	mg/L
BLANC	Echantillon	22/11/2021 15:31:08	Ca 396.847	0.02	0.02	mg/L
BLANC	Echantillon	22/11/2021 15:33:19	Ca 396.847	0.03	0.03	mg/L

SOL Carbone , Azote		- dosage avec l'appareil Thermo finnigann Flash EA1112 - étalonnage avec le sol témoin							
série N° : 989		Protocole							
imprimé le		09/12/21		Remarques:					
dosé le		04/05/21							
par		BM		Nom du fichier :					
contrôlé par		PM		Indications appareil			Résultats		
N° série	Dossiers	Référence échantillon	N° passeur	poids mg	AZOTE %	CARBONE %	AZOTE %	CARBONE %	C/N molaire
1		ATROPINE	1		0.0000	0.0000	0.000	0.000	#####
2		BLANC	2	0.000	0.0000	0.0000	0.000	0.000	#####
3		STD1	3	60.160	0.2100	2.2900	0.210	2.290	12.7
4		STD2	4	40.090	0.2100	2.2900	0.210	2.290	12.7
5		STD3	5	20.140	0.2100	2.2900	0.210	2.290	12.7
6		STD4	6	10.320	0.2100	2.2900	0.210	2.290	12.7
7		STD5	7	5.190	0.2100	2.2900	0.210	2.290	12.7
8		STD BL	8	1.000	0.0000	0.0000	0.000	0.000	#####
9	TEMOIN	864	9	30.340	0.1932	2.8710	0.193	2.871	17.3
10	1100	218	10	50.590	0.0385	0.4847	0.039	0.485	14.7
11		219	11	50.360	0.0354	0.4597	0.035	0.460	15.1
27		235	27	50.640	0.0405	0.5118	0.040	0.512	14.8
28		236	28	50.680	0.0281	0.3519	0.028	0.352	14.6
29		237	29	50.810	0.0263	0.3218	0.026	0.322	14.3
30		238	30	50.520	0.0304	0.3788	0.030	0.379	14.5
31	TEMOIN	864	31	30.850	0.1850	2.7840	0.185	2.784	17.5

# La métrologie : un impact important sur la qualité des résultats

- Suivi des balances « calibration interne »
- Suivi des pipettes : pesée de volume d'eau
- Suivi des étalons
- Contrôle de dérive en cours de journée
- Poids de contrôle raccordé au SI
- Solutions mères certifiées



**MERCI!**



Food and Agriculture  
Organization of the  
United Nations

**QUESTIONS?**

# **GLOSOLAN** training sessions

2021

