

## Chapitre 3 : Qualification des instruments de mesure et étalonnage

### Objectifs de la Qualification d'Équipement

La Qualification d'Équipement est un processus nécessaire:

- Pour garantir la fiabilité des résultats de mesure obtenus.
- Elle fournit l'assurance qu'un équipement fonctionne correctement indépendamment de l'application ou de la méthode utilisée.

#### 1. La Qualification d'Équipement (QE)

Représente l'ensemble des opérations, tests et résultats qui servent à vérifier ces performances.

C'est un processus formel qui fournit la preuve documentée qu'un équipement de mesure:

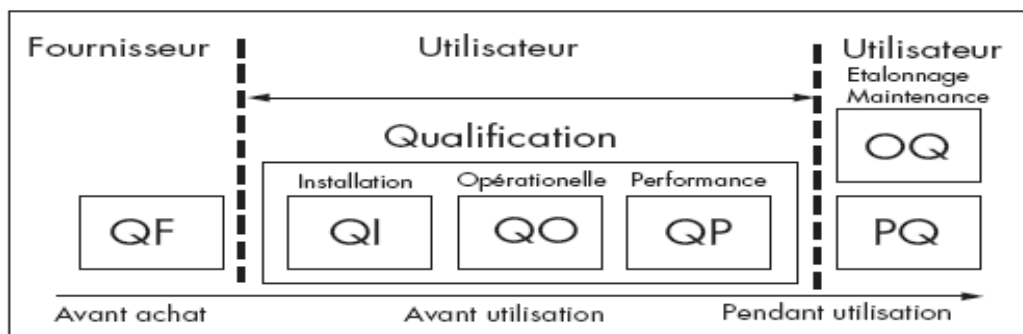
- Est approprié à l'utilisation à laquelle il est destiné.
- qu'il est maintenu à un niveau de performance adéquat pour cette utilisation grâce à un suivi métrologique.

#### La métrologie: (Science des mesures)

Elle définit les principes et les méthodes permettant de garantir et maintenir la confiance envers des mesures quantitatives

Le processus de Qualification d'Équipement est divisé en 4 étapes:

- Qualification Fonctionnelle (QF): (ou de conception QC)
- Qualification d'Installation (QI):
- Qualification Opérationnelle (QO):
- Qualification de Performance (QP):



Étapes de la Qualification d'Équipement

### **1.1. Qualification Fonctionnelle (QF) (ou de conception QC):**

Cette qualification traduit les exigences de l'utilisateur en termes de spécifications. Programmée avant acquisition. Cette première partie est utilisée le cas échéant par l'acquéreur pour sélectionner un équipement chez un fournisseur durant un processus d'achat (lors d'un appel d'offre).

### **1.2. Qualification d'Installation (QI) :**

Cette qualification est conduite sur site au moment de l'installation. Vérification de la présence des pièces, manuel...; connexions fluides + électriques....etc

Elle documente tous les aspects de l'installation conformément aux spécifications du constructeur, aux codes produits et aux exigences de sécurité et de conception.

**Prouver que l'équipement est installé correctement, conformément aux spécifications du fabricant.**

Exemple UV : spectrophotomètre installé dans une salle conforme, tension correcte, logiciel installé, cuves adaptées.

### **1.3. Qualification Opérationnelle (QO) :**

Cette qualification est effectuée à la suite de l'installation et doit être répétée suivant un intervalle de temps demandé par le constructeur ou spécifié par l'utilisateur.

Elle vérifie que tous les modules de l'équipement fonctionnent correctement sur les plages d'utilisation spécifiées par le constructeur. (répétabilité, justesse, linéarité,....)

**Démontrer que l'équipement fonctionne correctement dans les conditions prévues.**

Exemple UV : Exactitude de la longueur d'onde, précision photométrique, bruit de fond, dérive

### **1.4. Qualification de Performance (QP) :**

Cette qualification permet d'établir que l'équipement est approprié aux types de mesures analytiques envisagées et doit être réalisée par l'utilisateur.

Elle permet de vérifier les performances dans des conditions proches de celles de l'utilisation en routine.

**Démontrer que l'équipement donne des performances satisfaisantes en conditions réelles d'utilisation.**

*Exemple UV* : Répétabilité des absorbances lors d'un dosage réel avec une méthode validée.

### 1.5. Tableau comparatif

Étape	Porte sur	Objectif	Exemple
IQ	Installation	Conformité	Local, alimentation
OQ	Fonctionnement	Bon fonctionnement	$\lambda$ , photométrie
PQ	Utilisation réelle	Performance	Résultats reproductibles

Une fois l'équipement installé et après une période d'utilisation définie, certains organismes de régulation exigent

Des opérations de maintenance programmées avec suivi métrologique.

Cette étape est par fois appelée **Qualification de Maintenance (QM)**.

**Qualification de Maintenance (QM): (QO + QP)**

### 2. Notion de traçabilité métrologique

La traçabilité métrologique est la propriété d'un résultat de mesure par laquelle ce résultat peut être relié à une référence par une chaîne de traçabilité et documentée d'étalonnages, chaque étalonnage contribuant à l'incertitude de mesure.

#### 2.1. Chaîne de traçabilité

1. Laboratoire accrédité
- ↓
- 2.Étalon de référence
- ↓
- 3.Étalon de travail
- ↓
- 4.Appareil du laboratoire
- ↓
- 5.Résultat de mesure
- ↓
- 6.Unités du SI

### 3. Étalonnage

L'étalonnage est l'opération qui consiste à **établir la relation entre la valeur mesurée par l'appareil et une valeur de référence connue.**

## 2.1. Objectifs de l'étalonnage

- Assurer la **traçabilité métrologique**
- Connaître le **biais** de l'instrument
- Estimer l'**incertitude de mesure**
- Garantir la **comparabilité des résultats**
- Répondre aux exigences **ISO 17025**

### Biais

**Définition :** Différence systématique entre la valeur moyenne mesurée et une valeur de référence acceptée.

$$\text{Biais} = \bar{x} - x_{\text{réf}}$$

## 2.3. Méthodes d'étalonnage

### 1. Étalonnage externe : Comparaison avec un étalon indépendant

Exemple : masses étalons (balance)

### 2. Étalonnage interne : Utilisation d'un étalon interne ajouté à l'échantillon

### 3. Étalonnage multipoint : Plusieurs points couvrant le domaine de mesure

Exemple : droite d'étalonnage  $\text{Abs} = f(C)$

## 2.4. Intervalles d'étalonnage

□ Période entre deux étalonnages successifs.

### Ils dépendent de :

- stabilité de l'instrument
- fréquence d'utilisation
- criticité des mesures
- historique des dérives

□ Exemples courants :

- balance analytique : 6–12 mois
- UV-Visible : 12 mois

## 3. Exemples d'étalonnage des appareils de mesure

### 3.1. Étalonnage d'une balance analytique

- **Objectif**

Vérifier l'exactitude de la masse mesurée par la balance par rapport à des **masses étalons certifiées**.

- **Principe**

Comparer la masse indiquée par la balance à la **valeur vraie conventionnelle** de masses étalons.

- **Exemple**

- Utilisation de masses étalons (ex. 10 g, 50 g, 100 g)
- Mesure répétée de chaque masse
- Calcul de l'erreur :

$$\text{Erreur} = m_{\text{mesurée}} - m_{\text{référence}}$$

### 3.2. Étalonage d'un spectrophotomètre UV-Visible

- **Objectif**

Vérifier la **réponse photométrique** et/ou la **justesse en longueur d'onde**.

- **Principe**

Comparer l'absorbance mesurée à celle de **solutions étalons** ou de **filtres certifiés**.

- **Exemple photométrique**

- Préparer des solutions étalons de concentration connue
- Mesurer l'absorbance à une longueur d'onde donnée
- Tracer la droite  $A = f(C)$

### 3.3. Étalonage d'un pH-mètre

- **Objectif**

Garantir l'exactitude de la mesure du pH.

- **Principe**

Ajuster la réponse de l'électrode à l'aide de **solutions tampons de pH connu**.

- **Procédure (exemple)**

- Utilisation de tampons pH 4,00 – 7,00 – 10,00
- Réglage du zéro (pH 7)
- Réglage de la pente (pH 4 et/ou 10)

## Tableau récapitulatif

Appareil	Référence utilisée	Grandeur étalonnée
Balance	Masses étalons	Masse
UV-Visible	Solutions / filtres	Absorbance
pH-mètre	Solutions tampons	pH
Conductimètre	Solutions étalons	Conductivité

### 4. Incertitude de mesure liée à l'étalonnage $U_{\text{étal}}$ :

**Définition :** C'est la part de l'incertitude totale **qui provient du** certificat d'étalonnage **de l'instrument.**

*La valeur vraie de l'étalon ou de l'instrument n'est jamais connue exactement.*

### Comment l'exprimer ?

Sur un certificat, on trouve souvent :

- **Incertitude élargie U**
- avec un **facteur de couverture k** (souvent  $k = 2$ )

Pour le calcul, on utilise l'**incertitude-type** :

$$u_{\text{étal}} = \frac{U}{k}$$

### Exemple simple

Certificat d'étalonnage d'une balance :

- Masse étalon : 100,000 g
- Incertitude élargie :  $U = \pm 0,02$  g
- Facteur :  $k = 2$

Incertitude-type liée à l'étalonnage :

$$u_{\text{étal}} = \frac{0,02}{2} = 0,01 \text{ g}$$

**4.2. Incertitude de répétabilité = Écart-type de répétabilité  $U_{\text{rép}}$**

**4.3. Incertitude de résolution**

$$u_{\text{rés}} = \frac{r}{\sqrt{12}}$$

r : résolution

**4.4. Incertitude composée**

$$U_C = \sqrt{U^2_{\text{étal}} + U^2_{\text{rép}} + U^2_{\text{rés}}}$$