

# LES PETITS DEJEUNERS DU CT2M

## Métrologie en Chimie : Comment assurer la traçabilité ?



Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

1

- 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »
- 2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »
- 3. Tour de table : quelles difficultés rencontrez-vous ?
- Présentation du Laboratoire d'étalonnage de la Compagnie Pétrochimique de Berre



Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010



2

1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »

3. Tour de table : quelles difficultés rencontrez-vous ?

Présentation du Laboratoire d'étalonnage de la Compagnie Pétrochimique de Berre



Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

3

1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

➤ Etalonnage (VIM) : Opération qui, dans des conditions spécifiées, établit :

- En une première étape, une relation entre les valeurs [...] fournies par des étalons et les indications correspondantes [...]
- Puis utilise, en une seconde étape, cette information pour établir une relation permettant d'obtenir un résultat de mesure à partir d'une indication.

Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

4



## 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

- Les valeurs indiquées par un appareil de mesure peuvent être :
  - densité optique (absorption atomique ou moléculaire)
  - intensité du courant (spectrophotomètre en émission de flamme ou plasma)
  - nombre de comptages des rayons émis en fluorescence X ou analyse pas activation
  - intégrale d'un pic en unité arbitraire (chromatographie gazeuse ou liquide)



## 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »



- Le signal n'étant souvent pas directement rapportable par le calcul à la concentration de l'entité dosée,
- On établit une relation entre les valeurs d'indication et la la grandeur recherchée en utilisant des matériaux de référence certifiés.

**LA QUALITE DE VOTRE ANALYSE  
REPOSE AVANT TOUT  
SUR LE CHOIX DU  
MATERIAU DE REFERENCE**



**LE CHOIX DU FOURNISSEUR EST CAPITAL**



### 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

**Matériau de référence, MR (VIM) :** « Matériau suffisamment homogène et stable, en ce qui concerne des propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue pour un mesurage ou pour l'examen de propriétés qualitatives. »

NOTE 2 : Des matériaux de référence avec ou sans valeurs assignées peuvent servir à contrôler la fidélité de mesure, tandis que seuls des matériaux à valeurs assignées peuvent servir à l'étalonnage ou au contrôle de la justesse de mesure.

Exemple



## 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

**Matériau de référence certifié, MRC ou SRM (VIM) :**  
« Matériau de référence accompagné d'une documentation délivrée par un organisme faisant autorité et fournissant une ou plusieurs valeurs de propriétés spécifiées, avec les incertitudes et les traçabilités associées, en utilisant des procédures valables. »

Note 1 : La documentation mentionnée est délivrée sous la forme d'un « certificat » (Guide ISO 31:2000)

Note 2 : Des procédures valides pour la production et la certification de matériaux de référence certifiés sont donnés, par exemple, dans les guides ISO 34 et 35

### Exemples

Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

9



## 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

Ces matériaux MR et MRC sont notamment commercialisés par :

- l'«Institute for reference materials and measurement », IRMM : <http://irmm.jrc.ec.europa.eu>
- le « National Institute of Standards and Technology », NIST : [www.nist.gov](http://www.nist.gov)
- « Joint Committee for Traceability in Laboratory Medicine », JCTML : [www.bipm.org/jctml](http://www.bipm.org/jctml)

Pour plus de précision sur le développement des MR et MRC, se reporter à la norme NF EN ISO 17511.

Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

10

1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »

2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »

3. Tour de table : quelles difficultés rencontrez-vous ?

Présentation du Laboratoire d'étalonnage de la Compagnie Pétrochimique de Berre



Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

11

2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »



Trouver des Matériaux de Référence adaptés à des coûts acceptables ?

Comment exploiter les certificats fournis ?

Qu'est-ce qui est acceptable pour un auditeur ou pour assurer la qualité des résultats ?

CTM

Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

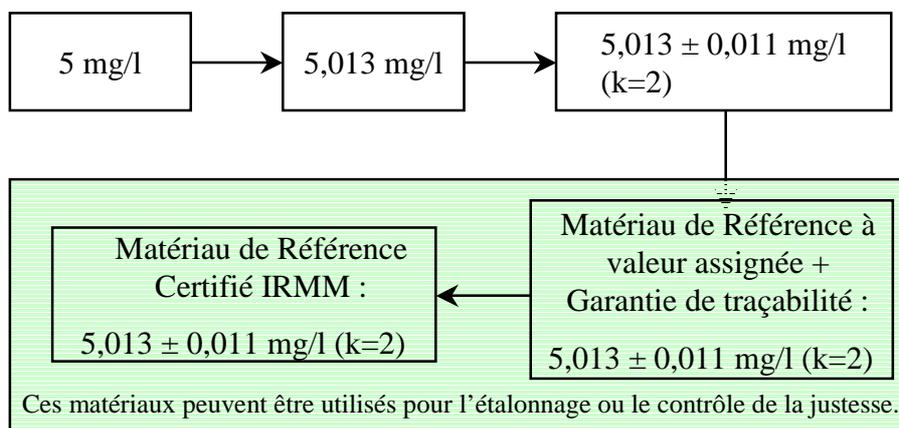
12



## 2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »

### RESUME :

(« qualité » croissante du matériau selon la documentation qui l'accompagne)



## 2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »

➤ La « qualité » du Matériau de Référence est donc le critère N°1 pour assurer la traçabilité en chimie :

- incertitude indiquée et documentée dans le certificat ou rapport d'analyse
- fournisseur accrédité pour sa production par un système d'accréditation compétent



## 2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »

- L'adéquation du Matériau de Référence avec le besoin du laboratoire est le critère N°2 :
  - incertitude compatible avec le besoin du laboratoire (capabilité)
  - bonne similitude entre l'échantillon et le MR (effet de matrice)



## Capabilité

En première approche, il est possible d'utiliser les critères suivants pour choisir un matériau de référence adapté :

- Utilisation de la capabilité définie ici comme le rapport entre la contribution de l'incertitude due au MR ( $U_{MRC}$ ) sur l'incertitude totale d'analyse visée ( $U_{MAX}$ )
  - $U_{MAX} / U_{MRC} \geq 10 \rightarrow$  très satisfaisant
  - $4 < U_{MAX} / U_{MRC} < 10 \rightarrow$  satisfaisant



Bien définir son besoin permettra de choisir un matériau de référence adapté



## Effet de matrice

- Une erreur systématique (biais) peut parfois provenir d'un problème de similitude entre l'échantillon et le MR
  - Biais faible si
    - détecteur « robuste » vis à vis de la matrice
    - traitement approprié des échantillons avant analyse
  - Si biais fort, il sera nécessaire de réaliser une étude expérimentale du biais.



## Effet de matrice (biais fort)

- Les points suivants pourront être considérés :
  - étudier expérimentalement le(s) facteur(s) influent(s) pour réduire ce biais, comme par exemple adapter la méthode de préparation de l'échantillon à analyser
  - Comparer avec une autre méthode réduisant ces différences
  - Participer à des circuits inter laboratoires
  - Utiliser d'autres MR



## Utilisation des MR

- Afin de conserver l'exactitude de la valeur certifiée du MR, il faut s'assurer que :
  - le MR ne se dégrade pas par vieillissement
    - oxydation, biodégradation, sédimentation,...
  - Il n'est pas dégradé par l'usage :
    - pollution, évaporation, dilution
  - lorsque le MR est périmé, il est préférable
    - de ne pas le ré étalonner
    - mais de le remplacer par un neuf



## Utilisation des MR

- Le MR peut être régulièrement comparé à
    - un MR interne ou un matériau « tare »
    - vérifier sa stabilité si les risques d'instabilité sont significatifs
  - Il est indispensable de bien définir une date de péremption (si ce n'est pas fait), des conditions de stockage, d'utilisation,...
- Pour cela une procédure pourra être nécessaire.

- 1. La traçabilité métrologique en Chimie « en théorie »
- 2. La traçabilité métrologique en Chimie « en pratique »
- 3. Tour de table : quelles difficultés rencontrez-vous ?

Présentation du Laboratoire d'étalonnage de la Compagnie Pétrochimique de Berre



Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

21

- 3. Tour de table



Quelles difficultés rencontrez-vous ?

Dans quels cas êtes-vous ?

Petit Déjeuner 6 du 26 mars 2010

CTM

22



**Pour en savoir plus :**

**Email : [ct2m@ct2m.fr](mailto:ct2m@ct2m.fr)**

**Site internet : [www.ct2m.fr](http://www.ct2m.fr)**