



---

# LES INSTRUMENTS D'ANALYSE ET LEUR QUALIFICATION

**PUBLIC CONCERNÉ : MASTER TOUTES SPÉCIALITÉS**

**Année 2020/2021**

**Prof. GBASSI Komenan Gildas**

Professeur Titulaire de Chimie Physique (UFR SPB)

Chef du Laboratoire de Contrôle des Aliments (LNSP)

# **PLAN DU COURS**

## **I. INTRODUCTION**

- I-1. Terminologie (définition de termes)
- I-2. Exigences réglementaires et métrologiques

## **II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT**

- II-1. Étapes de la qualification
- II-2. Démarches d'établissement des tests de qualification
- II-3. Maintenance et étalonnage
- II-4. Documentation
- II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

## **III. CAS PRATIQUE : TESTS DE QUALIFICATION**

- III-1. Balance
- III-2. Thermomètre
- III-3. Hygromètre
- III-4. Autres appareillages

## **IV. CONCLUSION**

# I. INTRODUCTION

**Pourquoi faut-il qualifier les instruments (équipements, appareils, matériels ...) d'analyse ?**

# I. INTRODUCTION

## I-1. Terminologie

**Qualifier ? : Faire ce pourquoi il a été conçu,  
Être adapté à l'usage.**

**Qualification ? : Processus qui vise à démontrer  
de façon tangible et documentée qu'un  
instrument est capable de répondre aux  
exigences spécifiées.**

# **I. INTRODUCTION**

## **I-1. Terminologie**

**Démontrer ? : prouver, apporter la preuve de quelque chose,**

**Tangible ? : indiscutable, incontestable, concret, véridique, manifeste ....**

**Documentée ? : écrit, tout ce qui n'est pas écrit n'existe pas,**

**Exigences spécifiées ? : en rapport avec la réglementation.**

# **I. INTRODUCTION**

## **I-2. Exigences réglementaires**

**Que disent les textes ?**

# **I. INTRODUCTION**

## **I-2. Exigences réglementaires**

- **ISO 9001:2015 - Systèmes de management de la qualité,**
- **ISO 17025:2017 - Laboratoires d'essais et d'étalonnage,**
- **ISO 15189:2012 - Biologie Médicale,**
- **BPF ligne directrice 13 - Pharmacie,**
- **FDA,**
- **ICH,**
- **ANSM (ex. AFSAPS) ...**

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### ISO 9001:2015 (Maîtrise des dispositifs de laboratoire)

"Les équipements de mesure doivent être étalonnés ou vérifiés à intervalles spécifiés par rapport à des étalons internationaux, réglés, identifiés, protégés contre des réglages susceptibles d'invalider les résultats de mesure, protégés contre tout dommage"



# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### ISO 17025:2017 -Extrait sur les équipements de laboratoire

"Le personnel autorisé devra procéder à une identification des équipements: numéro de série, nom du fabricant, vérification de conformité, instructions du fabricant, plan de maintenance, dates et copies des rapports, étalonnage, ajustage, critères d'acceptation, certificats d'étalonnage"

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### BPF ligne 13–Qualification et validation

"Le matériel de mesure , de pesée, d'enregistrement, de contrôle doit être étalonné et vérifié à intervalles définis et par des méthodes appropriées. Les comptes rendus de ces contrôles doivent être conservés"

**Science des mesures = METROLOGIE (Norme NF X 07-001/AFNOR)**

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### ANSM-Qualification et validation

"Établissement de la preuve, en conformité avec les principes des bonnes pratiques de fabrication, que la mise en œuvre ou l'utilisation de tout processus, procédure, matériel, matière première, article de conditionnement ou produit, activité ou système, permet réellement d'atteindre les résultats escomptés"

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### FDA-Validation

"La validation établit la preuve documentée avec un haut degré d'assurance qu'un procédé scientifique produira régulièrement les résultats escomptés en terme de qualité et de spécifications"

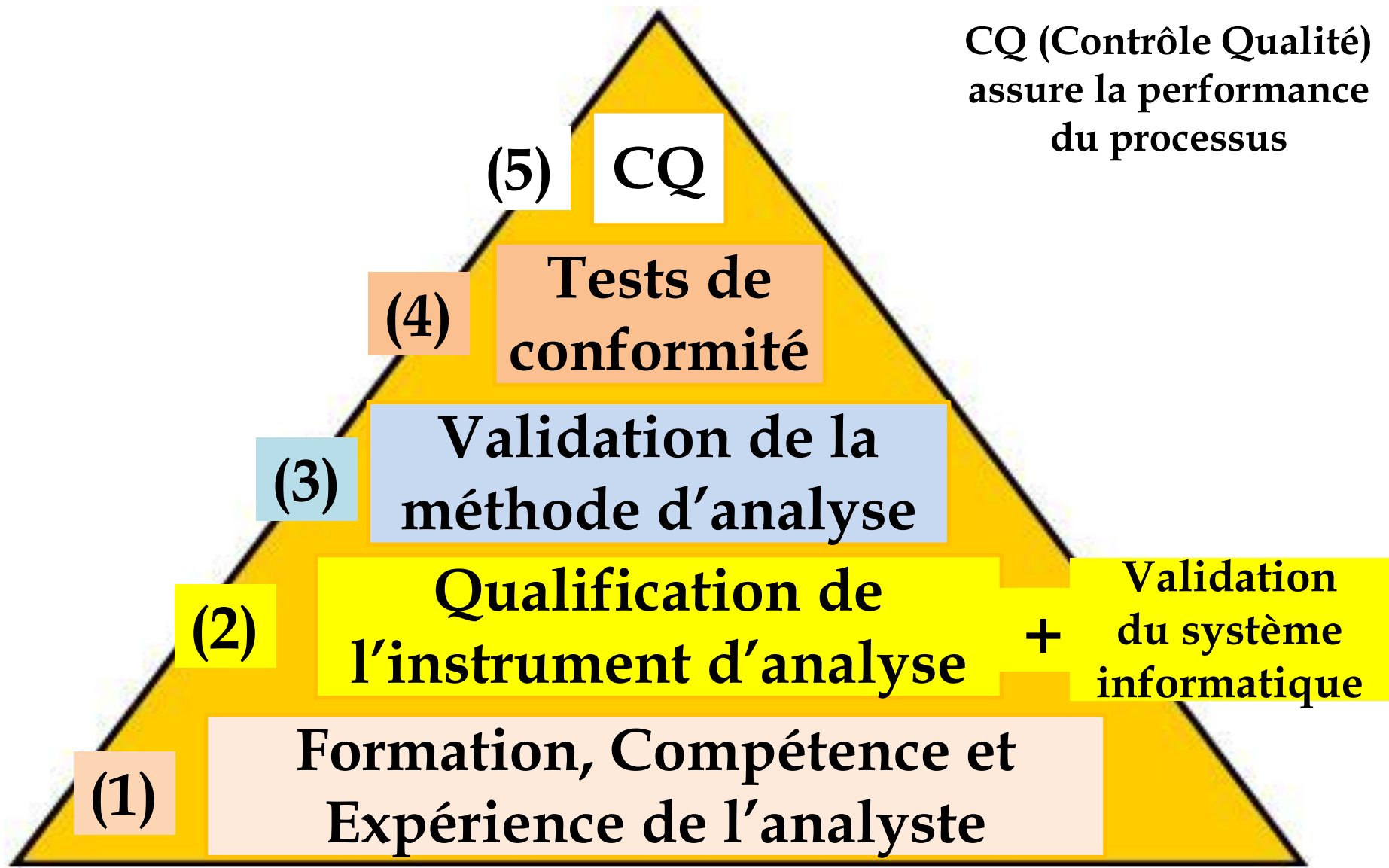


Figure 1. Triangle de la qualité des résultats d'analyse

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

**Qualification et Validation : Que doit on savoir?**

**Qualification** : démontre que l'appareil est adapté à son usage, et est entretenu et étalonné de façon appropriée.

**Validation** : démontre que la **méthode** est adaptée à son usage.

**Tests de conformité** : démontre que le **systeme** (appareil plus méthode) correspond aux exigences fixées pour réaliser l'analyse.

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

Qualification et Validation : Que doit on savoir?

On **QUALIFIE** un équipement, une installation, une ligne de production, un outil de production.

On **VALIDE** une démarche, un procédé, une méthode, une manière de faire.

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?

- Un équipement de mesure génère des valeurs de mesure et des erreurs potentielles sur ces valeurs,
- Ces erreurs ne doivent en aucun cas dépasser des valeurs limites admissibles appelées classiquement EMT (Erreurs Maximales Tolérées) ou MPE (Maximal Permissive Errors),
- L'étalonnage et/ou la vérification sont un des critères permettant d'assurer la qualité et la fiabilité de la mesure,



# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?

#### DEFINITION DE TERMES

- **Erreur de mesure** : *Différence entre la valeur mesurée d'une grandeur et une valeur de référence,*
- **Correction** : *Compensation d'un effet systématique connu par divers moyens (addition ou soustraction d'une valeur, multiplication ou division par un facteur, déduction par une table),*
- **Erreur maximale tolérée** : *Valeur extrême de l'erreur de mesure, par rapport à une valeur de référence connue, qui est tolérée par les spécifications pour un mesurage ou un instrument de mesure*

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?

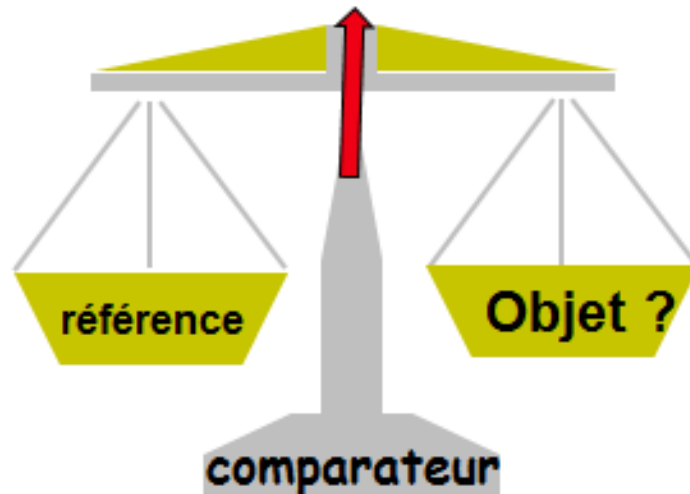
#### DEFINITION DE TERMES

- **Traçabilité métrologique** : *Propriété d'un résultat de mesure selon laquelle ce résultat peut être relié à une référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue et documentée d'étalonnages dont chacun contribue à l'incertitude de mesure,*
- **Chaîne de traçabilité métrologique** : *Succession d'étalons et d'étalonnages qui est utilisée pour relier un résultat de mesure à une référence,*

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?



Construction d'un système de référence admis par tous, en lien avec les unités de base et les unités dérivées du SI, permettant d'identifier l'ensemble des grandeurs

# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?



➤ Instaurer la confiance / Rassurer

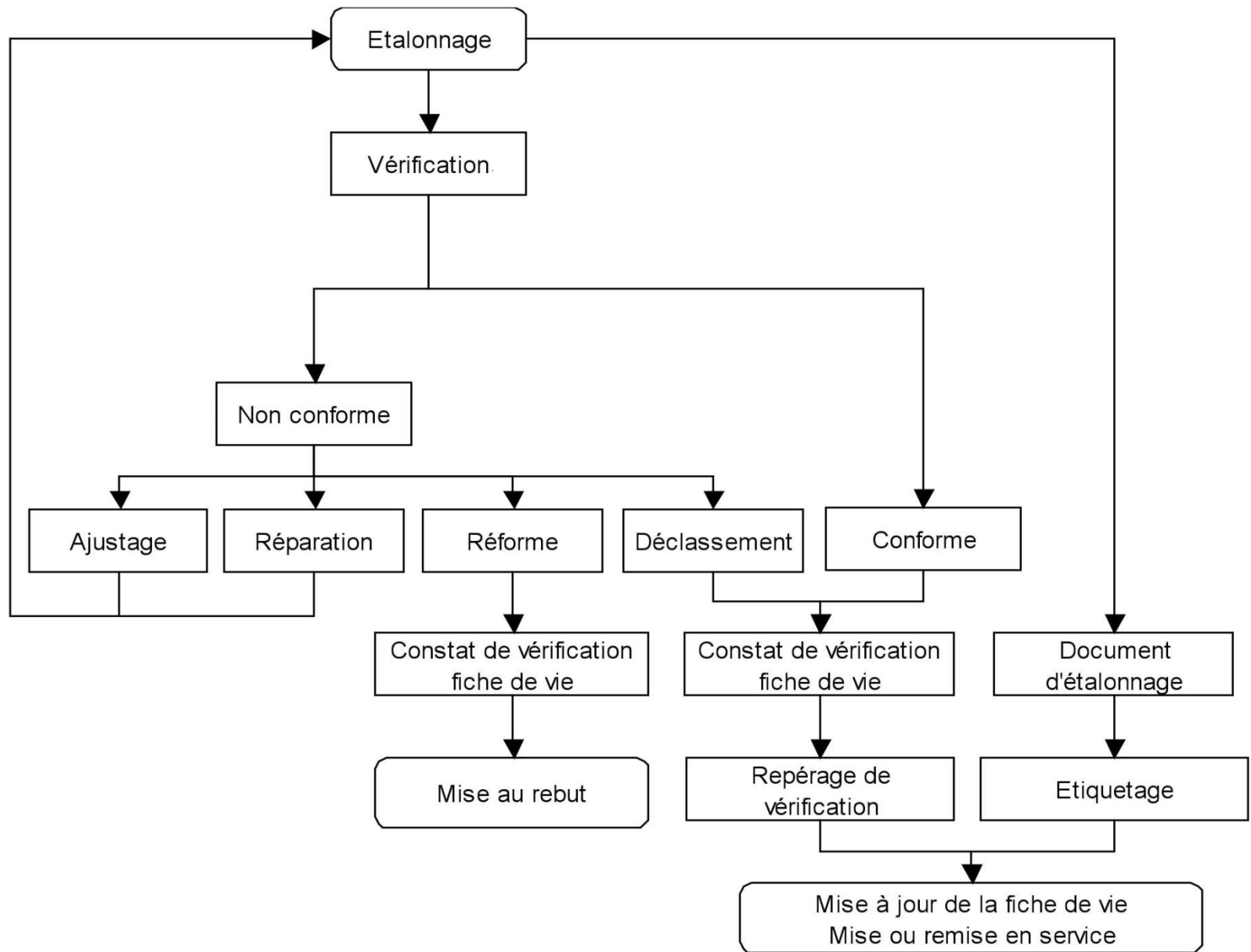
# I. INTRODUCTION

## I-2. Exigences réglementaires

### Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?

#### DEFINITION DE TERMES

- **Étalonnage** : *Opération qui établit en une première étape une relation entre les valeurs mesurées et les incertitudes associées fournies par des étalons, puis en une seconde étape utilise cette information pour établir une relation permettant d'obtenir un résultat de mesure à partir d'une indication,*
- **Vérification** : *Fourniture de preuves tangibles qu'une entité donnée satisfait à des exigences spécifiées.*



*Remarque : une vérification nécessite un étalonnage préalable des moyens de mesure.*

# Étalonnage et Vérification : Que doit on savoir?

- L'étalonnage permet d'estimer l'erreur de l'instrument, et en cas de défaut de justesse, de la compenser en appliquant une correction.
- La vérification permet de confirmer que l'erreur de mesure reste plus petite qu'une erreur appelée erreur maximale tolérée.
- L'erreur maximale tolérée est définie par l'utilisateur comme étant la plus grande erreur qu'il est prêt à accepter.
- L'étalonnage est du domaine de la connaissance (on connaît certaines caractéristiques de l'instrument) et la vérification est du domaine de la confiance (on sait que l'instrument a une erreur plus faible qu'une valeur définie a priori).
- L'étalonnage conduit à l'émission d'un certificat d'étalonnage, et la vérification à l'émission d'un constat de vérification.

# I. INTRODUCTION

**Pourquoi faut-il qualifier (étalonner/vérifier) les instruments d'analyse ?**

- 1) Garantir la fiabilité des résultats,**
- 2) Répondre aux exigences réglementaires,**
- 3) Répondre aux exigences métrologiques.**



# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### QUATRE ÉTAPES :

1) Avant l'achat de l'instrument

2) Après l'achat de l'instrument


# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

**AVANT L'ACHAT :**

### **Qualification de la Conception (QC):**

Vérification documentée que les installations, systèmes et équipements conviennent aux usages auxquels ils seront destinés.

 Justifier l'acquisition des équipements au regard des besoins exprimés d'une part et des spécifications techniques d'autre part.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### Qualification de la Conception (QC):

- La conception d'un appareil à commercialiser incombe au fabricant,
- Le rôle de l'utilisateur dans cette étape est de :
  - Identifier les besoins du laboratoire ;
  - Etablir les spécifications opérationnelles et fonctionnelles (facilité d'utilisation, formation du personnel, maintenance, étalonnage, documentation, période de garantie, etc.) ;
  - Justifier le choix du fournisseur;
  - Valider le budget prévisionnel requis pour l'achat

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### APRÈS L'ACHAT :

#### 1) Qualification à l'Installation (QI):

Vérification documentée que les installations, systèmes et équipements, tels qu'ils ont été installés ou modifiés, sont conformes à la conception approuvée et aux recommandations du fabricant.

 Adéquation entre ce qui doit être installé et ce qui a été réellement livré.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### 1) Qualification à l'Installation (QI):

Dans cette phase, vérifier que :

- l'appareillage est conforme à la commande et livré sans dommage physique ;
- l'appareillage est accompagné de la documentation requise ;
- l'appareillage est installé dans un environnement qui convient à son utilisation ;
- l'appareillage s'allume correctement ;
- le logiciel et les composants du système communiquent entre eux de façon satisfaisante.

*NB: À l'installation, une étiquette est apposée avec numéro d'identification et numéro de série de l'appareil.*

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### APRÈS L'ACHAT :

#### 2) Qualification Opérationnelle (QO):

Vérification documentée que les installations, systèmes et équipements, tels qu'ils ont été installés ou modifiés, fonctionnent comme prévu selon les spécifications définies, sur toute la gamme d'exploitation dans l'environnement.

 **Réalisation du test modulaire ou holistique.**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### 2) Qualification Opérationnelle (QO):

Les tests sont formels, généralement établis par le fournisseur, mais peuvent aussi être proposés par l'utilisateur.

Ils sont réalisés après étalonnage de l'appareil et exécutés avec des étalons chimiques reconnus ou internationalement acceptés.

Quand l'appareil a été déplacé, modifié, n'a pas été utilisé pendant une longue période, a fait l'objet d'une maintenance curative, une requalification des tests de la QO est effectuée.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### APRÈS L'ACHAT :

#### 3) Qualification des Performances (QP):

Vérification documentée que les installations, systèmes et équipements, tels qu'ils ont été agencés, sont en mesure de fonctionner de manière efficace et reproductible dans des conditions réelles d'analyse ou de production.

 **Confirmer que l'appareil continue à fonctionner régulièrement comme prévu.**



# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

### 3) Qualification des Performances (QP):

Les spécifications peuvent être celles de la QO ou des spécifications élargies plus appropriées à l'usage de routine.

Les aspects de la QP sont en partie couverts par les tests de conformité.

La QP est en général faite par l'utilisateur et est sous sa responsabilité.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-1. Étapes de la qualification

**Types de qualification concernée en routine :**

- **Qualification Opérationnelle (QO):**
- **Qualification des Performances (QP):**

# **II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT**

## **II-2. Démarche d'établissement des tests de QO/QP**

- 1) Étudier l'appareillage : modules, mode de fonctionnement, spécifications,**
- 2) Consulter la littérature existante,**
- 3) Définir l'usage de l'appareil,**
- 4) Définir les caractéristiques à évaluer,**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-2. Démarche d'établissement des tests de QO/QP

- 5) Définir les paramètres à tester,
- 6) Étudier les facteurs d'influence,
- 7) Rédiger une procédure détaillée du test,
- 8) Établir des spécifications,

# **II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT**

## **II-2. Démarche d'établissement des tests de QO/QP**

- 9) Réaliser des tests d'habilitation du personnel,**
- 10) Analyser les résultats des tests,**
- 11) Rédiger un rapport.**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-3. Maintenance et étalonnage

Tout appareil doit faire l'objet d'un programme planifié de maintenance et d'étalonnage.

**Étalonnage** : Ajustement de la déviation de l'appareil à l'aide de matériaux de références certifiés.

**Maintenance** : Entretien planifié de l'appareil avec des points de contrôle et des pièces à remplacer.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-3. Maintenance et étalonnage

### Fréquence des vérifications :

- Suivant appareillage
- Suivant application
- Suivant utilisation

### Étiquette de qualification :

- État du système (étiquette verte, orange ou rouge)
- Date de la dernière intervention
- Nom de l'intervenant
- Date de la prochaine intervention programmée

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-4. Documentation

**« Tout ce qui n'est pas écrit n'existe pas ».**

- **ÉCRIRE CE QUE L'ON DOIT FAIRE**

- **FAIRE CE QUE L'ON A ÉCRIT**

- **ÉCRIRE CE QUE L'ON A FAIT**



# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-4. Documentation

**Document** : support d'information et l'information qu'il contient.

**Documentation** : ensemble de documents.

Les documents de qualification de chaque appareil sont conservés à proximité de l'appareil.

Tout changement apporté à l'appareillage doit faire l'objet d'un document additionnel.

Ces documents constituent un support pour les audits internes et externes.

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-4. Documentation relative à l'appareillage

- **Instructions d'utilisation**
- **Rapports de maintenance**
- **Certificats d'étalonnage**
- **Protocoles de vérification**
- **Rapports de vérification**
- **Planning de vérification**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-4. Documentation relative à la qualification

- **Identification unique de l'appareil**
- **Protocole détaillé des tests :**
  - *Critères d'acceptation*
  - *Nature des étalons et des MRC*
  - *Fréquence des tests*
  - *Niveau de responsabilité de l'opérateur*
- **Rapport d'activités : date, résultats, conclusion**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

Rappel des fonctions des instruments de mesure :

- Surveillance des processus et des opérations
- Contrôle des processus et des opérations
- Analyse technique expérimentale

**Processus : ensemble des opérations détaillées d'élaboration d'un produit fini selon un procédé déterminé.**

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

- Les appareils de mesure
- La méthode de mesure (ex. des volumes à mesurer)

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

- Le milieu ambiant (température, pression, humidité ...)
- L'expérimentateur (habileté, reflexe, concentration)

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

**DEUX GRANDES CATÉGORIES D'ERREURS :**

- Erreurs systématiques
- Erreurs fortuites

# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

### Erreurs systématiques :

- Défaut de fabrication de l'appareil,
- Défaut d'étalonnage,
- Mauvaise utilisation de l'appareil,
- Maladresse de l'expérimentateur.

NB: Les erreurs systématiques peuvent être éliminées à partir du moment où on les a décelées.



# II. QUALIFICATION D'UN INSTRUMENT

## II-5. Causes d'erreur des mesures instrumentales

### Erreurs fortuites :

- **Instabilité des appareils de mesure,**
- **Fluctuation des conditions ambiantes,**
- **Erreur de lecture,**
- **Imprécision de la grandeur à mesurer.**

NB: Les erreurs fortuites nécessitent une évaluation statistique par le calcul d'une incertitude.

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance



**Caractéristiques à évaluer : MASSE**

**Paramètres à tester : Fidélité, Justesse et Excentration**

**MRC : Masse étalon certifiée (1 mg à 50 Kg)**

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance



### PRINCIPE

La méthode consiste à **lire** l'indication de la balance, après dépôt d'un poids étalon sur le plateau, **relever** la valeur lue et **comparer** les erreurs pour chaque essai à l'erreur maximale tolérée (emt) correspondante afin de **s'assurer** que ces erreurs restent dans la limite des emt.

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance

### OPERATIONS PRELIMINAIRES

- s'assurer de l'identification de la balance ;
- s'assurer de l'absence de défauts évidents ;
- s'assurer de la propreté et du bon état du plateau de la balance ;
- s'assurer que la balance est dans une position d'ajustage adéquate (mise de niveau) pour son fonctionnement ;
- mettre la balance sous tension avant le début des essais ;
- régler le zéro si nécessaire au début de chaque essai ;
- s'assurer d'une stabilité de l'environnement des essais (température, humidité).



# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance

### REALISATION DES ESSAIS



La vérification complète consiste à soumettre la balance aux principaux essais suivants : **fidélité, justesse, excentration.**

Le protocole décrit provient

- des protocoles de STP PHARMA PRATIQUE,
- du protocole technique du LANEMA ,

lesquels protocoles ont été tirés

- de la norme EN45501
- de la recommandation OIML R76

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance



### Vérification de la fidélité :

- 6 pesées successives,
- 2 masses différentes (max/2 et max),
- Erreur = écart entre la plus petite et la plus grande valeur,
- Erreur < EMT (Erreur Maximale Tolérée).

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance



### Vérification de la justesse :

- Pesées en charges croissantes ou décroissantes,
- 5 masses (max, max $3/4$ , max $/2$ , max $/4$ , min),
- Erreur = valeur lue - valeur vraie,
- Erreur < EMT.

# III. CAS PRATIQUE

## III-1. Qualification d'une balance

### Vérification de l'excentration :



- 1 masse (1/3 de la portée maximale),
- Erreur = valeur lue - valeur vraie,
- Erreur < EMT.

**NB:** *Il n'est pas recommandé de tester les charges excentrées à la portée maximale car cela risque d'endommager la balance. Tester les charges excentrées à une charge inférieure à Max/3 ne permet pas de mettre en évidence une erreur significative.*



# III. CAS PRATIQUE

## III-2. Qualification d'un thermomètre



**Caractéristiques à évaluer : TEMPÉRATURE**

**Paramètres à tester : Homogénéité et Stabilité**

**MRC : Sonde étalon certifiée**

# III. CAS PRATIQUE

## III-2. Qualification d'un thermomètre



### Opérations de vérification :

- 3 températures (min, max, 0 °C),
- 4 relevés pour chaque température,
- Comparaison des écarts entre les indications de l'instrument à vérifier et celles de l'instrument étalon,
- Erreur < EMT.

# III. CAS PRATIQUE

## III-3. Qualification d'un hygromètre



**Caractéristiques à évaluer : HUMIDITÉ RELATIVE**

**Paramètres à tester : Homogénéité et Stabilité**

# III. CAS PRATIQUE

## III-3. Qualification d'un hygromètre



### Opérations de vérification :

- 3 valeurs d'humidité (min, 50%, max),
- Série de 10 relevés,
- Comparaison des écarts entre les indications de l'instrument à vérifier et celles de l'instrument étalon,
- Erreur < EMT.

# III. CAS PRATIQUE

## III-4. Autres appareillages

### III-4-1. pH-mètre



Équation de Nernst :  $E = E_0 + 2,3 \frac{RT}{nF} \log(aH_3O^+)$

*Pente = 59,16 mV/unité de pH (25 oC)*

Évaluer l'effet de la température sur la réponse de l'électrode

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-1. pH-mètre



### Opérations de vérification :

- Utilisation de solutions tampons,
- Etalonner avec pH 7, ajuster le potentiel à 0,
- Noter le potentiel donné par 4 tampons entre pH=2 et pH= 10,
- Tracer la courbe potentiel = f(pH),
- Calculer la pente (95%-105% de la valeur théorique).

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### Opérations de vérification :

- Contrôle de la lumière parasite,
- Contrôle des absorbances,
- Contrôle des longueurs d'onde,
- Contrôle de la résolution,
- Contrôle du bruit de fond et de la dérive

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### CONTRÔLE DE LA LUMIERE PARASITE :

- KCl
- Absorbance  $> 2$



# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### CONTRÔLE DES ABSORBANCES :

- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( 60 mg/L dans  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 M)
- 4 longueurs d'onde différentes
- Calcul de  $A = \varepsilon \times C \times l$

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### CONTRÔLE DES LONGUEURS D'ONDE :

- $\text{Cl}_3\text{HoO}_{12}$  (perchlorure d'holmium)
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (dichromate de potassium)
- $\lambda$  max : 235 nm, 257 nm, 313 nm, 350 nm, 430 nm

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### CONTRÔLE DE LA RESOLUTION :

- Toluène 0,02 %

- 
$$R = \frac{A_{269 \text{ nm}}}{A_{266 \text{ nm}}}$$

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-2. Spectrophotomètre

### BRUIT ET DERIVE :

- Enregistrement pendant 1 heure
- Bruit en UA, Dérive en UA/heure
- Spécifications (constructeur ou en interne)

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### Opérations de vérification :

- Pompe,
- Injecteur,
- Enceinte thermostatée,
- Détecteur.

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### Matériels et conditions opératoires :

- Chronomètres, sonde de température
- Verrerie, colonne C<sub>18</sub> courte
- Phase mobile : méthanol/eau (60/40; v/v),
- Solution test : caféine

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### POMPE

- Exactitude du débit :

3 débits différents

2 mesures de volume par débit sur chaque vanne,

Tolérance =  $\pm 5\%$

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### POMPE

- Régularité du débit :

6 injections par vanne

$CV < 1\%$  pour un temps de rétention donné,



# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### POMPE

- Fonctionnement des électrovannes :

Identification des voies

Linéarité du gradient,

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### INJECTEUR

- Répétabilité de l'injection :

6 injections de la même solution test

CV % aire < 2 %,

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### INJECTEUR

- Effet mémoire :

Injection d'un blanc

Critère d'acceptation :  $CV < 0,01 \%$ ,

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### ENCEINTE THERMOSTATÉE

- Vérification de la température :

Exactitude (Norme  $\pm 2$  °C),

Stabilité (relevé toutes les 5 min pendant 1 h)

(Étendue  $\leq 0,05$  °C),

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### DÉTECTEUR UV

- Exactitude des longueurs d'onde (Norme  $\pm 2$  nm)
- Linéarité des absorbances ,

5 solutions tests de concentration différente

Tracer de la réponse =  $f(\text{concentration})$ ,  $R^2 \geq 0,99$

# III. CAS PRATIQUE

## III-4-3. Chromatographe liquide

### DÉTECTEUR UV

- **Bruit et dérive (idem qu'en Spectro. UV-Visible)**

# IV. CONCLUSION

- La qualité des résultats d'analyse, outre la formation et la compétence des analystes, repose sur la validité des méthodes et la **fiabilité de l'appareillage**.
- La qualification de l'appareillage est un prérequis avant l'étape de la validation d'une méthode.
- Le maintien de la performance du système nécessite l'usage des tests de conformité et/ou des échantillons de contrôle de qualité.

## IV. CONCLUSION

- A toutes les étapes du processus, il faut démontrer, c'est-à-dire apporter des preuves documentées.

**Tout ce qui n'est pas écrit n'existe pas, TOUJOURS :**

- **ÉCRIRE CE QUE L'ON DOIT FAIRE**
- **FAIRE CE QUE L'ON A ÉCRIT**
- **ÉCRIRE CE QUE L'ON A FAIT**





**TRAVAUX DIRIGÉS**

**Relier la nature des actions  
au type de qualification  
concerné**

<b>NATURE DE L'ACTION</b>	<b>TYPE DE QUALIFICATION</b>
Choix de l'équipement	
Mise en marche de l'équipement	
Calibration initiale	
Formation des utilisateurs	

<b>NATURE DE L'ACTION</b>	<b>TYPE DE QUALIFICATION</b>
Description attendue de l'équipement	
Vérification de la conformité de l'équipement	
Tests d'aptitude de l'équipement	
Tests de routine de l'équipement	

**NATURE DE L'ACTION****TYPE DE QUALIFICATION**

Reconnaissance et expérience  
du fabricant

Contrôle de l'environnement

Entretien de l'équipement

Requalification périodique de  
l'équipement



# **Rapport de vérification d'une balance à interpréter**

**CONSTAT DE VERIFICATION SANS INCERTITUDE  
BALANCES ELECTRONIQUES**

CV N° 013

Page 3/3

IDENTIFICATION DE LA BALANCE		DETENTEUR	
Marque:	SHIMADZU	Entreprise:	UFR-SPB/Lab TOXICOLOGIE
Modèle:	AUX320	Adresse:	BPV 34
N° de série:	D449610135	Pays:	COTE D'IVOIRE
N° d'identification	SHI TOX 13	Tél :	41 02 44 11
Portée Max:	320g	Fax :	22 00 35 10
Portée Min:	10mg		
Classe de précision:	I		
Echelon e:	0,001g		
Echelon d:	0,0001g		

**CONTRÔLES METROLOGIQUES**

**Contrôle de fidélité:** Fidélité correcte: Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/2: 150 g

EMT à Max/2 0,002 g

Max/2	Indication relevée	Ecart maximal
Pesée 1	150,0044	0,0007
Pesée 2	150,0043	
Pesée 3	150,0043	
Pesée 4	150,0037	
Pesée 5	150,0039	
Pesée 6	150,0039	

Les pesées 4,5 et 6 sont à faire pour les balance de classes I et II

**Conformité pour essai de fidélité** **Conforme**

**Contrôle de Justesse:** Justesse correcte Oui  Non

	Valeur Nominale (g)	Indication relevée (g)	Erreur (g)	Erreur max tolérée (EMT) (g)	Jugement
Portée min.	0,01	0,0096	0,0004	0,001	Conforme
1/4 Portée max.	100	100,0993	0,0993	0,002	Non conforme
1/2 Portée max.	150	150,0438	0,0438	0,002	Non conforme
3/4 Portée max.	200	200,058	0,0580	0,002	Non conforme
Portée max.	300	300,0867	0,0867	0,003	Non conforme

**Conformité pour essai de justesse** **Non conforme**

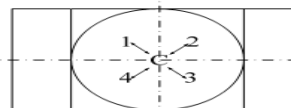
**Contrôle d'excentration:** Excentration correcte: Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/3: 100 g

EMT à Max/3 0,002 g

N° de position	1	2	3	4	5
Indication relevée	100,0285	100,0292	100,0297	100,0288	100,0298
erreur	0,0285	0,0292	0,0297	0,0288	0,0298

Croquis du récepteur et positions de la charge



**Conformité pour essai de l'Excentration** **Non Conforme**



**CONSTAT DE VERIFICATION SANS INCERTITUDE  
BALANCES ELECTRONIQUES**

CV N° 014

Page 3/3

IDENTIFICATION DE LA BALANCE		DETENTEUR	
Marque:	DENVER INSTRUMENT	Entreprise:	UFR-SPB/Lab TOXICOLOGIE
Modèle:	SI-403	Adresse:	BPV 34
N° de série:	28208807	Pays:	COTE D'IVOIRE
N° d'identification	DEN TOX 14	Tél :	41 02 44 11
Portée Max:	400g	Fax :	22 00 35 10
Portée Min:	200mg		
Classe de précision:	II		
Echelon e:	0,01g		
Echelon d:	0,001g		

**CONTRÔLES METROLOGIQUES**

**Contrôle de fidélité:** Fidélité correcte: Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/2:		200 g
EMT à Max/2	0,02 g	
Max/2	Indication relevée	Ecart maximal
Pesée 1	200,01	0,003
Pesée 2	200,013	
Pesée 3	200,01	
Pesée 4	200,013	
Pesée 5	200,01	
Pesée 6	200,013	

Les pesées 4,5 et 6 sont à faire pour les balance de classes I et II

**Conformité pour essai de fidélité** **Conforme**

**Contrôle de Justesse:** Justesse correcte: Oui  Non

	Valeur Nominale (g)	Indication rélevée (g)	Erreur (g)	Erreur max tolérée (EMT) (g)	Jugement
Portée min.	0,2	0,1990	0,0010	0,01	Conforme
1/4 Portée max.	100	100,013	0,0130	0,02	Conforme
1/2 Portée max.	200	200,022	0,0220	0,02	Non conforme
3/4 Portée max.	300	300,034	0,0340	0,03	Non conforme
Portée max.	400	400,04	0,0400	0,03	Non conforme

**Conformité pour essai de justesse** **Non conforme**

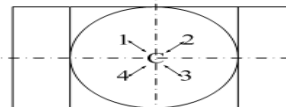
**Contrôle d'excentration:** Excentration correcte: Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/3: 120 g  
EMT à Max/3 0,02 g

N° de position	1	2	3	4	5
Indication relevée	120,012	120,009	120,011	120,009	120,01
erreur	0,012	0,009	0,011	0,009	0,01

Croquis du récepteur et positions de la charge

**Conformité pour essai de l'Excentration** **Conforme**



**CONSTAT DE VERIFICATION SANS INCERTITUDE  
BALANCES ELECTRONIQUES**

CVN° 015

Page 3/3

IDENTIFICATION DE LA BALANCE		DETENTEUR	
Marque:	DENVER INSTRUMENT	Entreprise:	UFR-SPB/Lab CHIMIE THERAP
Modèle:	SI-602	Adresse:	BPV 34
N° de série:	28208994	Pays:	COTE D'IVOIRE
N° d'identification	DEN THE 15	Tél :	41 02 44 11
Portée Max:	600g	Fax :	22 00 35 10
Portée Min:	5g		
Classe de précision:	II		
Echelon e:	0,1g		
Echelon d:	0,01g		

**CONTRÔLES METROLOGIQUES**

<b>Contrôle de fidélité:</b>	<b>Fidélité correcte:</b>	Oui <input checked="" type="checkbox"/>	Non <input type="checkbox"/>
Valeur de la charge de contrôle proche de Max/2:	300 g		
EMT à Max/2	0,1 g		
Max/2	Indication relevée	Ecart maximal	
Pesée 1	298,93	0,02	
Pesée 2	298,92		
Pesée 3	298,91		
Pesée 4	298,92		
Pesée 5	298,92		
Pesée 6	298,91		

Les pesées 4,5 et 6 sont à faire pour les balance de classes I et II

**Conformité pour essai de fidélité Conforme**

**Contrôle de Justesse:** **Justesse correcte** Oui  Non

	Valeur Nominale (g)	Indication relevée (g)	Erreur (g)	Erreur max tolérée (EMT) (g)	Jugement
Portée min.	5	4,9800	0,0200	0,1	Conforme
1/4 Portée max.	150	149,44	0,5600	0,1	Non conforme
1/2 Portée max.	300	298,9	1,1000	0,1	Non conforme
3/4 Portée max.	400	398,54	1,4600	0,1	Non conforme
Portée max.	600	597,86	2,1400	0,2	Non conforme

**Conformite pour essai de justesse Non conforme**

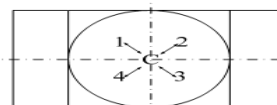
**Contrôle d'excentration:** **Excentration correcte:** Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/3: 200 g

EMT à Max/3 0,1 g

N° de position	1	2	3	4	5
Indication relevée	199,28	199,27	199,25	199,27	199,27
erreur	0,72	0,73	0,75	0,73	0,73

Croquis du récepteur et positions de la charge



**Conformité pour essai de l'Excentra Non Conforme**

**CONSTAT DE VERIFICATION SANS INCERTITUDE  
BALANCES ELECTRONIQUES**

CV N° 011

Page 3/3

**IDENTIFICATION DE LA BALANCE**

Marque: OHAUS  
 Modèle: NV2101  
 N° de série: S/N8333366052  
 N° d'identification: OHA BAC 11  
 Portée Max: 2100g  
 Portée Min: 20g  
 Classe de précision: III  
 Echelon e: 1g  
 Echelon d: 0,1g

**DETENTEUR**

Entreprise: UFR-SPB/Lab BACTERIOLOGIE  
 Adresse: BPV 34  
 Pays: COTE D'IVOIRE  
 Tél: 41 02 44 11  
 Fax: 22 00 35 10

**CONTRÔLES METROLOGIQUES**

**Contrôle de fidélité:**

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/2: 1050 g  
 EMT à Max/2: 2 g

**Fidélité correcte:**

Oui  Non

Max/2	Indication relevée	Ecart maximal
Pesée 1	1047,9	0,1
Pesée 2	1047,8	
Pesée 3	1047,8	
Pesée 4	1047,8	
Pesée 5	1047,8	
Pesée 6	1047,8	

Les pesées 4,5 et 6 sont à faire pour les balance de classes I et II

**Conformité pour essai de fidélité** **Conforme**

**Contrôle de Justesse:**

**Justesse correcte**

Oui  Non

	Valeur Nominale (g)	Indication relevée (g)	Erreur (g)	Erreur max tolérée (EMT) (g)	Jugement
Portée min.	20	20,0000	0,0000	1	Conforme
1/4 Portée max.	520	518,9	1,1000	2	Conforme
1/2 Portée max.	1050	1048,9	1,1000	2	Conforme
3/4 Portée max.	1500	1498,9	1,1000	2	Conforme
Portée max.	2000	1998	2,0000	2	Conforme

**Conformité pour essai de justesse** **Conforme**

**Contrôle d'excentration:**

**Excentration correcte:**

Oui  Non

Valeur de la charge de contrôle proche de Max/3: 700 g  
 EMT à Max/3: 2 g

N° de position	1	2	3	4	5
Indication relevée	698,7	698,3	698,3	698,8	698,5
Erreur	1,3	1,7	1,7	1,2	1,5

Croquis du récepteur et positions de la charge

**Conformité pour essai de l'Excentration** **Conforme**

