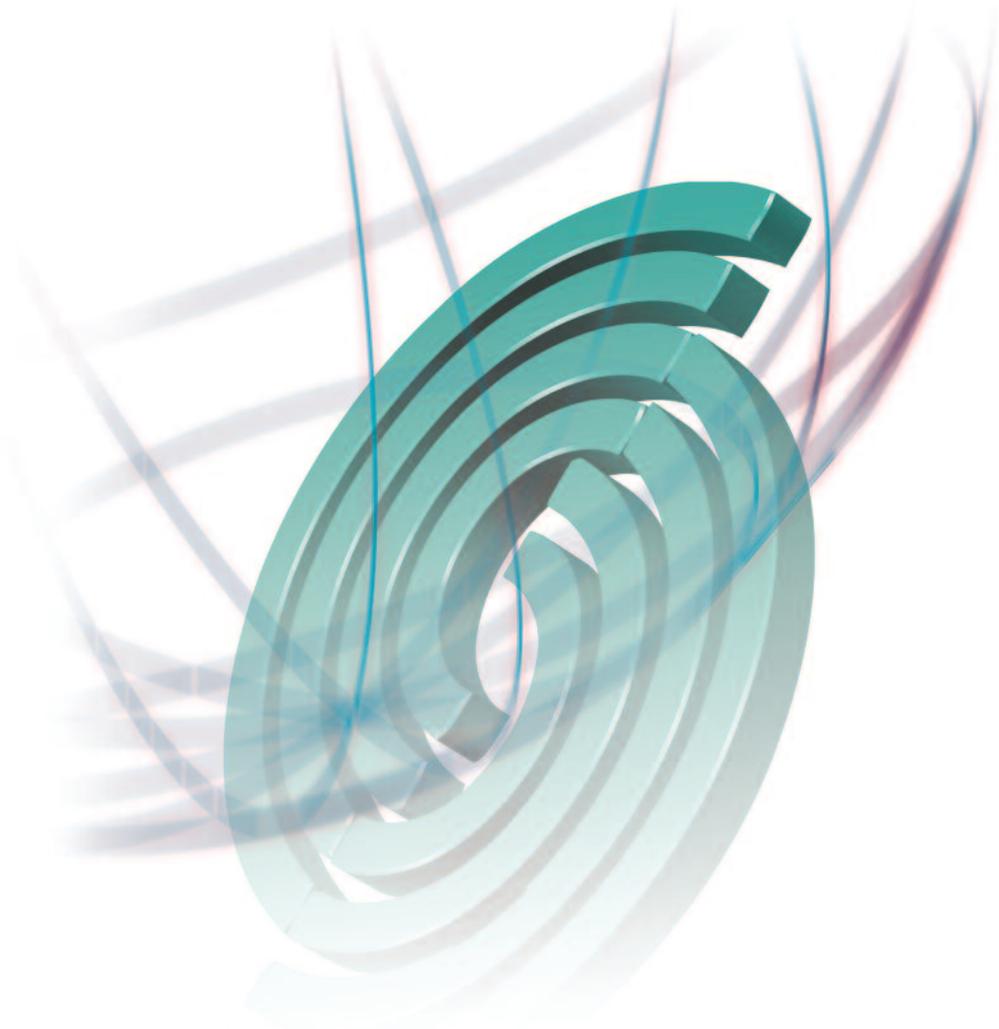




Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada



Exigences relatives à l'accréditation des laboratoires d'essais d'analyse minérale

CAN-P-1579
Septembre 2008

Domaine de spécialité de programme – Analyse minérale (DSP-AM)

EXIGENCES RELATIVES À L'ACCRÉDITATION DES LABORATOIRES D'ESSAIS D'ANALYSE MINÉRALE

**DOMAINE DE SPÉCIALITÉ DE PROGRAMME – ANALYSE MINÉRALE
(DSP-AM)**

REQUIREMENTS FOR THE ACCREDITATION OF MINERAL ANALYSIS TESTING LABORATORIES

***PROGRAM SPECIALTY AREA - MINERAL ANALYSIS
(PSA-MA)***

CAN-P-1579

Septembre 2008

© Conseil canadien des normes, 2008

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 :



Standards Council of Canada
Conseil canadien des normes

Le Conseil canadien des normes
270, rue Albert, bureau 200
Ottawa, ON K1P 6N7
Tél. : 613 238 3222
Télééc. : 613 569 7808

NOTE: On peut obtenir un exemplaire anglais de ce document en écrivant au :

Conseil canadien des normes
270, rue Albert, bureau 200
OTTAWA (Ontario)
K1P 6N7
Tél.: (613) 238-3222
Télec. : (613) 569-7808
Site web : www.scc-ccn.ca
Site web du DSP-AM: <http://www.scc.ca/fr/programs/lab/mineral.shtml>

NOTE: An English version of this document is available from the:

Standards Council of Canada
270 Albert Street, Suite 200,
OTTAWA, Ontario
K1P 6N7
Tel.: (613) 238-3222
Fax.: (613) 569-7808
Website: www.scc-ccn.ca
PSA-MA Website: <http://www.scc.ca/en/programs/lab/mineral.shtml>

TABLE DES MATIÈRES

Le Conseil canadien des normes	i
PRÉFACE	ii
INTRODUCTION	1
EXIGENCES GÉNÉRALES ET SUPPLÉMENTAIRES	3
1 PORTÉE	4
2 RÉFÉRENCES NORMATIVES	5
3 TERMES ET DÉFINITIONS	7
4 PRESCRIPTIONS RELATIVES AU MANAGEMENT	7
4.2 Système qualité	7
4.3 Maîtrise de la documentation	7
4.4 Étude des demandes, des soumissions et des contrats	8
4.6 Achat de services et de fournitures	8
4.13 Maîtrise des enregistrements	8
4.14 Audits internes	9
4.15 Revues de direction	9
5 PRESCRIPTIONS TECHNIQUES	9
5.2 Personnel	10
5.3 Installations et conditions ambiantes	11
5.4 Méthodes d'essai et d'étalonnage et validation des méthodes	12
5.4.5 Validation des méthodes	13
5.4.6 Estimation de l'incertitude des mesures	15
5.6 Traçabilité du mesurage	15
5.7 Échantillonnage	17
5.8 Manutention des objets d'essai et d'étalonnage	17
5.9 Assurance de la qualité des résultats d'essais et d'étalonnages	17
5.10 Rapport des résultats	19
6 ÉVALUATION DU RENDEMENT DU LABORATOIRE PAR DES ESSAIS D'APTITUDE	20
6.1 Critères généraux pour les essais d'aptitude	20
6.2 Exigences liées aux essais d'aptitude	21
6.2.1 Pour se faire accréditer	21
6.2.2 Système d'essais d'aptitude	21
6.3 Responsabilités du programme d'essais d'aptitude	22
6.3.1 Responsabilités du laboratoire	22
6.3.2 Responsabilités du fournisseur de services d'essais d'aptitude	23
6.3.3 Responsabilités du CCN	25
6.4 Procédures en cas de rendement non satisfaisant	25
BIBLIOGRAPHIE	29

Les documents ci-dessous, publiés séparément, font partie intégrante des présentes exigences:

CAN-P-1579 APPENDICE A – Critères d'évaluation du rendement aux essais d'aptitude du DSP-AM
CAN-P-1579 APPENDICE B – Définitions pour le programme du DSP-AM

Le Conseil canadien des normes

Le Conseil canadien des normes (CCN) 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 du CCN est composé de membres provenant du gouvernement et d'organismes du secteur privé.

Le CCN 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 CCN 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 ainsi que de développer la coopération internationale en matière de normalisation.

En outre, le CCN 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 produits, des laboratoires d'essais et d'étalonnage, des organismes registraires de systèmes de management de la qualité (SMQ) et de systèmes de management environnemental (SME), ainsi que des organismes certifiant les auditeurs de SMQ et de SME et ceux offrant une formation à ces derniers. Enfin, le CCN 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 CCN 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 ainsi que les demandes d'exemplaires supplémentaires doivent être adressées directement à l'éditeur.

PRÉFACE

Le Conseil canadien des normes (CCN) gère le Domaine de spécialité de programme – Analyse minérale (DSP-AM) dans le cadre de son Programme d'accréditation des laboratoires – Canada (PALCAN). L'assurance qu'un laboratoire d'analyse minérale respecte les normes et pratiques reconnues en la matière peut être obtenue par le biais de l'accréditation accordée dans le cadre de ce programme. Une telle accréditation constitue la reconnaissance officielle par le Conseil canadien des normes de la capacité d'un laboratoire d'analyse minérale de réaliser ce type d'activités. Ce n'est pas une garantie que les résultats d'essai seront conformes aux normes ou aux ententes existant entre un laboratoire d'analyse et sa clientèle; les transactions commerciales entre un laboratoire d'analyse accrédité et sa clientèle sont considérées comme des questions juridiques qui concernent les deux parties.

Les essais d'analyse minérale comprennent tous les supports de l'exploration et l'exploitation minières, y compris, mais non exclusivement, des sédiments, des roches, des minerais, des produits métalliques, des résidus, d'autres échantillons minéraux, de l'eau et de la végétation.

Le Groupe de travail des laboratoires (GT-Labos) relève du comité qui l'a créé, à savoir le Comité consultatif sur l'évaluation de la conformité (CCEC). Le GT-Labos est responsable de recevoir les demandes d'accréditation des laboratoires, de procéder à l'évaluation de ces laboratoires, de réaliser les réévaluations des laboratoires accrédités et, au besoin, de formuler des recommandations au CCEC et au Conseil.

Les exigences particulières concernant les essais d'analyse minérale présentées ici ont été élaborées par le Groupe de travail sur l'analyse minérale (GTAM) créé par le GT-Labos, auquel il rend compte. Le contenu technique est basé sur les principes, pratiques et méthodes publiés qui sont utilisés par des organismes nationaux et internationaux ou dont ces derniers recommandent le recours.

Ce document a été conçu pour répondre aux exigences énoncées dans la norme ISO/CEI 17025 :2005 de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et de la Commission électrotechnique internationale (CEI). Il n'a pas été conçu pour être utilisé seul, mais plutôt pour servir de complément au document CAN-P-4E (ISO/CEI 17025:2005) du CCN, intitulé *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*, qui reprend mot pour mot les termes de la norme ISO/CEI 17025:2005 et pour respecter le protocole d'évaluation standard du CCN. Ces exigences sont également fondées sur le Guide ISO/CEI 43-1, intitulé *Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison – Partie I : Développement et mise en œuvre de systèmes d'essais d'aptitude*, et sur d'autres documents et ouvrages de référence du CCN, de l'International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), de l'Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation (APLAC) et de l'ISO.

Pour pouvoir se faire accréditer par le CCN, un laboratoire doit faire l'objet d'une évaluation sur place pour démontrer sa compétence et sa conformité aux exigences du CAN-P-4E, et pour prouver sa participation préalable et continue à un système d'essais d'aptitude ainsi que son rendement satisfaisant, tel que décrit dans le présent document, pour chaque essai accrédité.

La portée des présentes exigences sera évaluée périodiquement en fonction des exigences de la clientèle, 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'étalonnage sont énoncées dans le document CAN-P-4E (ISO/CEI 17025:2005). Elles sont conçues pour s'appliquer à tous les types d'essais objectifs et d'étalonnage et doivent donc être interprétées en fonction du type d'étalonnage et d'essai considéré et des techniques utilisées. L'évaluation de la conformité aux exigences du CAN-P-4E est réalisée au moyen du CAN-P-1510E (*Évaluation – Guide de cotation*). Les documents de politique du CCN (le CAN-P-1630, le CAN-P-1570, etc.) s'appliquent aussi.

Le présent document du DSP-AM précise et explique les exigences du CAN-P-4E, et il contient des exigences additionnelles que doivent respecter les laboratoires qui effectuent des essais d'analyse minérale. Lorsque le présent document ne donne pas de précisions ni d'explications et qu'il ne stipule aucune exigence supplémentaire pour les éléments de la norme, les documents de politique du Programme d'accréditation des laboratoires – Canada (PALCAN) du CCN (le CAN-P-1630, le CAN-P-1570, etc.) ainsi que les meilleures pratiques scientifiques dans le domaine des essais d'analyse minérale sont censés orienter le processus d'évaluation.

Le programme est conçu pour assurer la conformité des laboratoires d'essais d'analyse minérale aux normes minimales de qualité et de fiabilité afin de garantir un niveau uniforme de compétence chez ces laboratoires. Le présent document énonce les exigences minimales que doivent respecter les laboratoires qui fournissent des services d'essais d'analyse minérale pour se faire accréditer. Les essais d'analyse minérale comprennent, sans s'y limiter, le mesurage de tous les supports de l'exploration et de l'exploitation minières, notamment des sédiments, des roches, des minerais, des produits métalliques, des résidus, d'autres échantillons minéraux, de l'eau et de la végétation.

Ce document ne reprend pas toutes les dispositions du CAN-P-4E; on rappelle aux laboratoires qu'ils doivent respecter tous les critères pertinents contenus dans le CAN-P-4E et dans l'édition la plus récente du CAN-P-1570 (*Guide du PALCAN*). Les numéros des clauses correspondent généralement à ceux du CAN-P-4E, mais comme toutes les sections ne doivent pas nécessairement être interprétées, la numérotation des clauses peut ne pas être continue. La clause 6, qui contient les exigences particulières liées à l'évaluation du rendement d'un laboratoire par le biais d'essais d'aptitude, est propre à ce document.

Pour pouvoir obtenir sa première accréditation du CCN dans le cadre du DSP-AM, un laboratoire devra réussir un système d'essais d'aptitude et une évaluation sur place menée par des techniciens spécialisés. Les évaluations seront menées dans le respect des protocoles d'évaluation standard du CCN :

- le programme fera l'objet d'une évaluation sur place complète tous les deux ans;
- dans l'intervalle, le laboratoire devra remplir des questionnaires de contrôle et le CCN évaluer son Manuel qualité et les résultats de ses essais d'aptitude.

Pour la première évaluation, le candidat devra envoyer dûment remplie l'Annexe A du CAN-P-1570, la « *Demande d'accréditation* », ainsi que le prévoit le CAN-P-1570 (*Guide du PALCAN*) accompagnée du document intitulé *Évaluation – Guide de cotation* (CAN-P-1510E) dans lequel il aura inscrit (dans la colonne de droite) les références appropriées au Manuel qualité de son Système qualité (SQ), ainsi qu'aux autres documents du Système qualité et Modes opératoires normalisés (MON). Les exemplaires demandés des MON ou autres documents devront être fournis au moins deux semaines avant l'évaluation sur place. S'il s'agit d'une extension de portée ou d'une visite de réévaluation, l'organisme candidat devra respecter la procédure indiquée dans le CAN-P-1570 (*Guide du PALCAN*) et envoyer au CCN un exemplaire dûment rempli du document intitulé *Évaluation – Guide de cotation* dans lequel il aura pris soin d'inscrire (dans la colonne de droite) les références appropriées au Manuel qualité de son SQ, aux autres documents qualité et MON, et lui faire parvenir tous les documents MON ou autres demandés, au moins deux semaines avant la visite de réévaluation sur place.

Ce DSP prévoit le recours à des évaluateurs techniques désignés, issus entre autres des organismes de réglementation provinciaux et fédéraux, pour évaluer les laboratoires participants. Ces évaluateurs techniques se sont engagés à respecter les protocoles d'évaluation standard du CCN et ses règles de confidentialité. Cependant, ils peuvent être tenus par la loi d'informer leur organisme de réglementation de toute violation des lois et règlements qu'ils sont tenus de faire appliquer.

Pour un laboratoire d'essais d'analyse minérale, être accrédité selon les exigences particulières du DSP-AM, c'est être officiellement reconnu par le CCN comme étant compétent pour gérer et réaliser ce type d'activité. L'accréditation ne permet pas de garantir que les résultats des essais seront conformes aux normes ni aux ententes établies entre un laboratoire d'analyse et ses clients. Les transactions commerciales faites entre un laboratoire accrédité et ses clients sont considérées comme des questions juridiques qui concernent les deux parties.

On rappelle également aux laboratoires qu'ils doivent se conformer à toute exigence réglementaire ou législative qui s'applique dans le territoire dans lequel ils opèrent. Pour ce qui est des lois sur la santé et la sécurité, cela signifie habituellement la création d'un comité de santé et sécurité ou, s'il s'agit d'un petit établissement, la désignation d'un employé chargé de la sécurité générale, conformément à l'article 1.5 du CAN-P-4E.

Le présent document a été approuvé par le Groupe de travail sur l'analyse minérale (GTAM), le Groupe de travail des laboratoires (GT-Labos) et le Comité consultatif sur l'évaluation de la conformité (CCEC) du CCN.

EXIGENCES GÉNÉRALES ET SUPPLÉMENTAIRES

Pour pouvoir se faire accréditer dans le cadre du Domaine de spécialité de programme – Analyse minérale (DSP-AM) du CCN, les laboratoires accrédités dans le cadre du PALCAN devront répondre à toutes les exigences de la norme internationale CAN-P-4E (ISO/CEI 17025:2005), intitulé *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*, à celles contenues dans les présentes exigences et dans les appendices s'y rapportant. Les laboratoires qui ne respecteront pas ces exigences du CAN-P-1579 lors de leurs essais d'analyse minérale ne seront pas accrédités par le CCN pour ces essais. La liste de contrôle utilisée pour évaluer le respect des exigences techniques et de management énoncées dans le CAN-P-4E et celui des exigences de ce DSP est celle qui figure dans la toute dernière version du CAN-P-1510E (*Évaluation – Guide de cotation*). Les exigences du CAN-P-15 (*Programmes d'accréditation : Exigences et procédures relatives à la suspension et au retrait, aux plaintes, aux appels et aux audiences*) s'appliquent également à tous les laboratoires accrédités par le CCN. Pour tout renseignement sur la présentation d'une demande et sur les conditions liées à l'accréditation, se reporter à l'édition récente du CAN-P-1570 du CCN (*Guide du PALCAN - Exigences du programme applicables aux laboratoires candidats et accrédités*). Si un laboratoire d'essais accrédité ne peut maintenir sa conformité à ces exigences, il devra cesser de faire référence dans toute publicité à son statut d'organisme 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 en informer le CCN par écrit dans les cinq (5) jours qui suivent. Voir la procédure de suspension et de retrait de l'accréditation dans la version actuelle du CAN-P-15.

Les laboratoires devront tous respecter les dispositions pertinentes des versions les plus récentes des documents de politiques du PALCAN du CCN (CAN-P-16xx) précisées dans les références normatives.

1 PORTÉE

Le programme DSP-AM pour les laboratoires d'essais d'analyse minérale s'applique aux essais associés à la mesure de tous les supports utilisés dans le domaine de l'exploration et de l'exploitation minières, ce qui comprend, sans s'y limiter, les sédiments, les roches, les minerais, les produits métalliques, les résidus miniers, autres échantillons minéraux, l'eau et la végétation. Cependant, ce programme ne peut couvrir tous les aspects des essais d'analyse minérale et devra donc 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.

Les essais d'aptitude (y compris les comparaisons interlaboratoires) permettent de prouver que le laboratoire est capable de produire des résultats crédibles. C'est l'un des outils importants utilisés par les laboratoires et les organismes d'accréditation pour surveiller les résultats d'analyse et contrôler le processus d'accréditation en tant que tel. La politique du CCN relativement à la participation aux systèmes d'essais d'aptitude stipule que le laboratoire doit satisfaire aux exigences générales minimales sur les essais d'aptitude, qui sont définies dans la politique P9:2005 de l'ILAC (*ILAC Policy for Participation in National and International Proficiency Testing Activities*), ainsi qu'aux lignes directrices plus précises sur la fréquence de participation aux essais d'aptitude de référence qui s'appliquent à tous ses laboratoires d'analyse minérale accrédités et qui prévoient deux (2) cycles d'essais d'aptitude par année pour la sous-discipline de l'analyse minérale, conformément aux lignes directrices APLAC PT 006:2008 (*Proficiency Testing Frequency Guidelines*).

Le CCN assume également les responsabilités conférées à l'organisme d'accréditation des essais de comparaisons interlaboratoires en vertu de l'APLAC PT 002:2008 (*Testing Interlaboratory Comparisons*).

L'accréditation accordée dans le cadre du DSP-AM exige une participation continue au système d'essais d'aptitude décrit dans le présent document et un rendement satisfaisant éprouvé pour chaque essai accrédité prévu dans ce système, ainsi que pour ceux relevant d'autres programmes d'essais d'aptitude, s'il y a lieu et si de tels programmes sont conformes aux besoins.

Le CCN tiendra à jour l'Appendice A du CAN-P-1579 (*Critères d'évaluation du rendement aux essais d'aptitude du DSP-AM*) qui contient une liste des mesurandes d'essais d'aptitude particuliers dans le système d'essais d'aptitude désigné dans le cadre du DSP-AM. Les laboratoires candidats et accrédités devront recourir à ce système d'essais d'aptitude désigné pour leurs essais d'analyse minérale accrédités et les mesurandes particuliers associés dans ce DSP-AM.

Les méthodes multimesurandes peuvent figurer dans la portée, même si les mesurandes ne sont pas tous compris dans le système d'essais d'aptitude. On s'attend toutefois à ce qu'une méthode soit validée pour tous les mesurandes de la série et que cette validation soit consignée par écrit.

Pour certains essais, il est évident qu'il n'est pas toujours possible de prévoir un système d'essais d'aptitude formel. Pour évaluer le rendement du laboratoire, il faudra alors recourir à d'autres mécanismes, tels les programmes d'essais d'aptitude à l'interne, les essais en aveugle sur des échantillons fractionnés, les comparaisons interlaboratoires, etc.

2 RÉFÉRENCES NORMATIVES

Les documents ci-dessous servent de référence et sont indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule la version citée est applicable. Pour les références non datées, la version la plus récente (y compris toute modification) du document servant de référence est celle qui est applicable.

CAN-P-4E (ISO/CEI 17025:2005), *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-15CA, 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.

CAN-P-43 (Guide ISO/CEI 43:1997), novembre 2001. *Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1510E, *Évaluation – Guide de cotation*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1570, *Guide du PALCAN – Exigences du programme applicables aux laboratoires candidats et accrédités*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1623, *PALCAN – Politique, interprétation et lignes directrices du PALCAN sur l'estimation de l'incertitude des mesures dans les essais (APLAC T005)*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1624, *Politique du PALCAN concernant les recours aux essais d'aptitude en vue de l'accréditation des laboratoires d'essais (ILAC G22:2004)*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1625, *Politique du PALCAN – Lignes directrices et procédures relatives aux laboratoires ayant des non-conformités graves et critiques*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1626, *Politique du PALCAN concernant les exigences de traçabilité applicables aux sources d'étalonnage utilisées par les laboratoires d'essais accrédités*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1627, *Politique du PALCAN concernant le choix des sources d'étalonnage des mesures physiques utilisées par les laboratoires d'essais*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1628, *Politique du PALCAN concernant l'utilisation des technologies de l'information dans les laboratoires accrédités*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1629, *Lignes directrices du PALCAN concernant la validation des méthodes d'essais*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1630, *Interprétation PALCAN des exigences relatives à l'évaluation des laboratoires d'essais et d'étalonnages*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

CAN-P-1631, *Lignes directrices du PALCAN relatives à l'utilisation des logos de l'organisme d'accréditation et aux déclarations concernant le statut d'organisme accrédité (ILAC G14:2000)*. Conseil canadien des normes, Ottawa, Ontario, Canada.

PALCAN Policy on samples prepared at Mineral Analysis Laboratory's off-site sample preparation facilities. Approuvée et recommandée par le GT-Labos du CCN (18,7, 2006) en tant que Politique du PALCAN, en vigueur à compter du 1^{er} mai 2007.

ILAC P9:2005, *ILAC Policy for Participation in National and International Proficiency Testing Activities*.

APLAC PT 002:2008, *Testing Interlaboratory Comparisons*.

APLAC PT 006:2008, *Proficiency Testing Frequency Guidelines*.

(VIM), 3e édition, 2007. *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*. (Guide ISO/CEI 99, 1^{re} édition, 2007).

3 TERMES ET DÉFINITIONS

Les définitions qui s'appliquent sont celles du CAN-P-4E et du VIM (3^e édition) (p. ex., laboratoire, laboratoire d'essais, laboratoire d'étalonnage, étalonnage, essai, méthode d'étalonnage, méthode d'essai, vérification, système qualité, manuel qualité, étalon de référence, matériau de référence, matériau de référence certifié, traçabilité, essai d'aptitude, exigences [en matière d'accréditation]) de même que celles, pertinentes, du Guide 43-1 et de la norme ISO 9000 (p. ex., assurance qualité, contrôle de la qualité). Quelques-unes d'entre elles sont reproduites dans le document CAN-P-1579 Appendice B, *Définitions pour le programme du DSP-AM*, pour en faciliter la consultation.

Par souci de clarté et d'uniformité, et pour les besoins du présent programme du DSP-AM, les définitions dans l'Appendice B (*Définitions pour le programme du DSP-AM*) s'appliqueront à tous les laboratoires d'essais d'analyse minérale accrédités dans le cadre de ce DSP et devront être utilisées par ces derniers.

NOTE: Des définitions ont été ajoutées ou révisées pour un grand nombre de termes dans la 3^e édition de 2007 du VIM. Les laboratoires devront mettre à jour les documents de leur Système qualité afin qu'ils reflètent ces définitions révisées figurant dans l'Appendice B du présent CAN-P-1579.

4 PRESCRIPTIONS RELATIVES AU MANAGEMENT

Les exigences énoncées à la clause 4 du CAN-P-4E et dans tous les documents pertinents de la série CAN-P s'appliquent aux laboratoires accrédités. Les exigences ci-dessous doivent être utilisées conjointement avec le CAN-P-4E. Elles ont pour objet de donner des précisions ou des explications ou encore de stipuler des exigences supplémentaires pour certaines dispositions du CAN-P-4E pour lesquelles seront utilisées les procédures qui s'appliquent en particulier aux essais d'analyse minérale. **Les numéros de certains paragraphes sont propres à cette section.** Les numéros des clauses ci-dessous correspondent à ceux des clauses du CAN-P-4E.

4.2 Système qualité

4.2.5 La documentation sera tenue à jour, et devra comprendre ce qui suit ou y faire référence :

- toutes les méthodes d'essai et les modes opératoires normalisés
- les protocoles utilisés pour l'élaboration et la validation des méthodes
- la chaîne de suivi
- l'assurance qualité, les enregistrements d'audits (internes et externes) et les essais d'aptitude pour chacune des portées d'essais considérées

4.3 Maîtrise de la documentation

4.3.1 Le laboratoire devra établir et tenir à jour des politiques et des procédures indiquant qui est responsable des procédures suivies (internes et externes), expliquant comment ces procédures sont contrôlées et quand des actions correctives sont mises en œuvre.

NOTE: Voir aussi la note interprétative du CAN-P-1630.

4.4 Étude des demandes, des soumissions et des contrats

4.4.6 Un laboratoire qui, dans le cadre de ses essais accrédités, communique des résultats d'essais sur un échantillon principal à partir d'échantillons « représentatifs » préparés ou de sous-échantillons reçus d'une installation de préparation physique d'échantillon hors site devra, dans les contrats qu'il passe avec ses clients, indiquer la taille maximale des particules de l'échantillon concassé et les critères de passage de l'échantillon pulvérisé, tels que requis dans l'article 5 a) et b) du document *PALCAN Policy samples prepared at Mineral Analysis Laboratory's off-site sample preparation facilities*.

4.6 Achat de services et de fournitures

4.6.2.1 Les nouveaux réactifs et étalons devront être comparés aux anciens ou vérifiés d'autres façons (p. ex. : matériaux de référence certifiés (MRC), matériaux analytiques de CQ, etc.) et faire l'objet d'un enregistrement.

4.6.4.1 Les listes et les dossiers d'enquête de tous les fournisseurs approuvés devront tenir compte des sous-traitants.

4.13 Maîtrise des enregistrements

4.13.1 Les enregistrements techniques devront comprendre les registres de préparation des réactifs. Ces derniers devront préciser, selon le cas : le nom du fournisseur; la classe; le numéro de lot; les dates de préparation ou de vérification; le nom de l'analyste qui a préparé le réactif; la mesure des poids, des volumes, des intervalles et des températures, avec tous les calculs s'y rapportant; le processus pertinent (p. ex. ajustement du pH, etc.); les résultats des vérifications; ainsi que la date de mise au rebut ou d'expiration.

4.13.2.1

a) Le laboratoire aura des méthodes consignées par écrit prévoyant le maintien d'un système coordonné de tenue de dossiers techniques. L'information devant être incluse sera consignée par écrit et pourra 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 à témoigner, 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 seront tels qu'en l'absence de l'analyste, un autre analyste compétent pourra évaluer ce qui a été fait et interpréter les données.

b) Les paramètres d'exploitation de toute analyse instrumentale réalisée seront enregistrés comme il se doit.

c) Au besoin, l'ensemble des observations ou des résultats d'essais sera préservé. Les fichiers électroniques, photocopies, tracés ou fac-similés faits à la main seront également préservés (p. ex. copie de sauvegarde sur bande, CD ou DVD).

d) Lorsqu'un résultat d'essai ou une observation est rejeté, le ou les motifs en seront consignés par écrit.

- e) Les résultats d'essais, calculs et transferts de données manuels ou transferts électroniques, sauf ceux qui font partie d'un processus électronique validé, seront vérifiés au moins par une deuxième personne. Le dossier indiquera la date de production des résultats et de mise en œuvre des actions correctives nécessaires, ainsi que la date des vérifications et le nom de la personne qui les a faites.
- f) Chaque document du registre sera raccordable à l'analyste et, s'il y a lieu, au numéro de laboratoire unique. À partir de ce registre, il sera possible de savoir exactement qui a réalisé 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 seront paginés à l'aide d'un système de numérotation qui indiquera le nombre total de pages.
- h) Le laboratoire aura des politiques et des méthodes consignées pour l'examen des dossiers, y compris les rapports d'essais.
- i) Lorsque des vérifications indépendantes de non-conformités sont confiées à d'autres employés autorisés, les dossiers indiqueront la date à laquelle chaque non-conformité aura été vérifiée et approuvée, et par qui. Ces indications pourront être consignées de différentes façons : à côté de chaque résultat, dans un résumé des résultats, etc.

4.14 Audits internes

4.14.1 La politique du CCN exige la réalisation d'audits internes au moins une fois par an. Chaque élément de leur système qualité fera l'objet d'un audit annuel (y compris un échantillonnage représentatif des méthodes d'essai). Cependant, il n'est pas nécessaire de soumettre à cet examen chaque personne ou chaque procédure d'essai ou de mesurage, pas plus qu'il n'est requis de vérifier tous les aspects au même moment.

4.15 Revues de direction

4.15.1 La politique du CCN exige la conduite de revues annuelles de direction, même lorsque la norme semble permettre des vérifications moins fréquentes. Les revues de direction prennent souvent la forme d'activités ou de réunions faisant intervenir tous les échelons de la hiérarchie, de la base à la direction.

5 PRESCRIPTIONS TECHNIQUES

Les exigences énoncées à l'article 5 du CAN-P-4E et dans tous les autres documents pertinents de la série CAN-P s'appliquent à tous les laboratoires accrédités. Les exigences ci-après doivent être utilisées de concert avec le CAN-P-4E. Elles ont pour but de donner des précisions ou des explications ou encore de stipuler des exigences supplémentaires pour certaines dispositions du CAN-P-4E pour lesquelles seront utilisées les procédures qui s'appliquent en particulier aux essais d'analyse minérale. Les numéros de la section suivante correspondent directement à ceux des clauses du CAN-P-4E. **Les numéros de certains paragraphes sont propres à cette section.**

5.2 Personnel

5.2.1 Le laboratoire disposera d'une politique bien définie, selon laquelle tout le personnel qui y travaille doit posséder les compétences requises pour réaliser les travaux demandés. Par personnel «compétent», l'on entend personnel possédant les connaissances et les capacités nécessaires pour faire le travail. La politique du laboratoire comprendra également des procédures permettant de consigner par écrit la formation, le perfectionnement et le maintien des capacités, du savoir-faire et des compétences éprouvées.

Lorsqu'il offre une formation particulière à un essai ou à une technique donnée, le laboratoire prévoira des critères d'acceptation. Quand les circonstances s'y prêteront, ces critères seront établis en fonction du rendement satisfaisant dans l'analyse des échantillons de contrôle de la qualité ou d'assurance de la qualité ou la corrélation entre les résultats obtenus et ceux d'autres employés formés dans ce domaine. L'observation des essais ou analyses pertinents par un agent expérimenté sera acceptable lorsqu'il ne sera pas possible de faire une évaluation quantitative. La signature de ce dernier devra alors être consignée en guise d'approbation.

Les qualifications suivantes sont généralement requises dans un laboratoire d'essais d'analyse minérale:

- surveillants principaux: grade ou diplôme approprié (ou l'équivalent) et au moins trois années d'expérience de travail en laboratoire;
- analystes: diplôme technique approprié (ou l'équivalent) et un certain nombre d'années d'expérience de travail en laboratoire qui varie selon la complexité technique des tâches, laquelle dépend des essais visés par l'accréditation.

5.2.2 Le laboratoire tiendra 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 ou autres documents du SQ tiendront compte.

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

Les dossiers de preuves des compétences s'apparentent aux preuves documentées d'aptitude des analystes.

Les laboratoires auront une politique officielle concernant la formation polyvalente 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 tiendra à jour un dossier de la formation reçue par chaque membre du personnel. Ces dossiers comprendront les qualifications universitaires et professionnelles, les cours externes ou internes suivis et la formation pertinente suivie en cours d'emploi (ou le perfectionnement, au besoin).

Les dossiers seront suffisamment détaillés pour prouver que les employés qui s'acquittent de tâches particulières ont bien reçu la formation correspondante et que la capacité de réaliser ces essais qu'ils y ont acquise a fait l'objet d'une évaluation officielle.

5.3 Installations et conditions ambiantes

5.3.1 Les installations et les conditions ambiantes varieront selon la nature et le volume des tâches effectuées. Elles pourraient comprendre au besoin :

- un éclairage adéquat aux différents postes de travail;
- une alimentation électrique suffisante;
- un nombre suffisant de prises de courant correctement mises à terre, à l'abri des sauts de courants et munies de régulateur de haute tension;
- l'accès à des sources d'alimentation électrique d'urgence;
- un nombre suffisant d'éviers dotés de robinets d'eau chaude et d'eau froide;
- un approvisionnement suffisant de réactifs aqueux;
- des dispositifs de ventilation qui préviennent la poussière, les vapeurs et les dépôts d'huile et qui fournissent une aération et une épuration adéquates des échantillons;
- une unité d'aspiration de l'air de capacité suffisante;
- des dessus de table acceptables;
- des surfaces adéquates pour s'asseoir;
- une surface utile qui correspond aux besoins;
- des dispositifs de contrôle de la température dans certaines aires de laboratoire, si nécessaire;
- des dispositifs de contrôle de l'humidité dans certaines aires de laboratoire, si nécessaire;
- des dispositifs qui diffusent un air de qualité suffisante dans certaines aires de laboratoire, si nécessaire ou qui à tout le moins assurent la bonne aération du laboratoire (une fois l'air introduit par le système de ventilation, le cas échéant) et avoir des mécanismes en place pour prévenir l'exposition à la poussière ou aux vapeurs;
- un nombre suffisant de hottes d'aspiration, capables de maintenir une vitesse frontale adéquate;
- un nombre suffisant de réservoirs réfrigérés, y compris un réservoir de congélation, pouvant servir pour les échantillons et pour d'autres matériaux;
- des mesures pour prévenir une contamination croisée dans les endroits où des traces de contaminant dans l'environnement de travail sont évalués et analysés.

5.3.2 Le laboratoire adoptera des procédures de surveillance, de contrôle et d'enregistrement des conditions ambiantes, y compris:

- le niveau acceptable d'éclairage;
- la propreté de l'aire de préparation des échantillons;
- le réapprovisionnement en produits non durables utilisés pour traiter les réactifs aqueux ou l'eau de dilution;
- les paramètres de qualité de l'eau, en particulier la conductivité, tels que mesurés quotidiennement ou au besoin et les actions correctives entreprises pour régler les cas de non-conformité;
- la température;
- l'humidité;
- la température de stockage (y compris les actions correctives à prendre en cas de non-conformité).

5.3.3 L'analyse et la détermination des concentrations de minéraux à l'état de traces exigent un soin particulier des laboratoires d'essais d'analyse minérale. Il faut établir une séparation physique entre les travaux de haut et de bas niveau. Lorsqu'il existe des zones spéciales délimitées pour ce type de travail, l'accès en sera restreint et les travaux entrepris surveillés de près. Le laboratoire tiendra des dossiers adéquats faisant état de cette surveillance. Il pourra également avoir à procéder à une « surveillance du milieu » dans lequel se trouve l'équipement, celui des zones de travail, des vêtements et des articles remplaçables.

5.3.4 L'accès de la zone opérationnelle du laboratoire (y compris le bureau et les endroits où sont conservés les dossiers) sera contrôlable et limité. Les visiteurs ne devront pas pouvoir accéder sans restriction aux zones opérationnelles du laboratoire. Le laboratoire tiendra un relevé des noms de tous les visiteurs qui auront pénétré dans la zone opérationnelle.

5.3.5 Le laboratoire devra disposer de procédures pour éviter que l'utilisation des matériaux servant au nettoyage ou à la lutte antiparasitaire ne gêne les essais.

5.4 Méthodes d'essai et d'étalonnage et validation des méthodes

5.4.1 Toutes les méthodes seront entièrement consignées, y compris les procédures relatives au 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'essais d'analyse minérale seront entièrement validées ou vérifiées par ce dernier pour déterminer si elles sont aptes à l'emploi avant d'être utilisées sur les échantillons des clients. Cette validation ou cette vérification sera entièrement consignée selon les procédures appropriées définies dans le CAN-P-1629.

b) Lorsqu'un laboratoire introduit une nouvelle méthode validée, il montrera d'abord qu'il est capable de bien la mettre en œuvre en fonction des caractéristiques de rendement consignées pour cette méthode. Il conservera, pour référence future, tous les dossiers de validation et de vérification des méthodes.

c) Les laboratoires établiront une procédure permettant de reconnaître les essais et analyses qui leur sont rarement confiés (c.-à-d. à plus de 6 mois d'intervalle). Pour ces essais ou analyses, il existe des méthodes permettant de prouver ses compétences. En voici quelques exemples:

- i. procéder à l'analyse habituelle des échantillons témoins et utiliser des diagrammes de contrôle même s'il ne s'agit pas de l'analyse d'échantillons « réels »;
- ii. procéder à une nouvelle vérification avant de réaliser l'essai ou l'analyse d'un échantillon réel, et ce, en utilisant au moins un matériau de référence approprié, puis refaire l'essai ou l'analyse de l'échantillon;
- iii. continuer à donner un rendement satisfaisant dans le cadre d'un système ou de systèmes d'essais d'aptitude.

d) La qualité des matériaux et réactifs courants conviendra au type de procédure auquel le laboratoire a recours. Le numéro de lot des matériaux courants et des réactifs critiques sera pris en note. Tous les réactifs critiques seront mis à l'essai pour que l'on puisse en vérifier la fiabilité. Le registre de préparation des réactifs doit indiquer le nom du préparateur. Les matériaux et réactifs courants seront étiquetés de façon à porter l'information suivante:

- le nom;
- la concentration, le cas échéant;
- la date de réception, de préparation, d'expiration (s'il y a lieu);

- le nom du préparateur;
- les conditions de stockage, si nécessaire;
- un avertissement de danger, si nécessaire.

NOTE: Voir aussi la note interprétative du CAN-P-1630.

5.4.5 Validation des méthodes

NOTE: Le Guide Eurachem « *Fitness for Purpose of Analytic Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics* » est une ressource précieuse sur la validation de méthodes. À part ce guide, voici d'autres exigences à considérer afin que tous les aspects de la validation soient pris en compte.

5.4.5.2 Toutes les procédures techniques et les méthodes suivies par un laboratoire d'analyse minérale pour déterminer des mesurandes, modifiées même légèrement ou appliquées au-delà de la portée prévue (p. ex.: appliquées à une autre matrice), tant les méthodes nationales ou internationales (5.4.2) que les méthodes internes (5.4.3, 5.4.4), devront avoir été validées ou vérifiées par le laboratoire comme étant « aptes à l'emploi » avant d'être mises en œuvre. Cette validation ou vérification devra être entièrement consignée dans le respect des procédures appropriées et satisfaire au minimum aux exigences du CAN-P-1629.

Les méthodes pourront être validées ou vérifiées par comparaison avec d'autres méthodes déjà établies à l'aide de matériaux de référence certifiés (si ces derniers sont disponibles) ou de matériaux dont les caractéristiques seront connues.

Au cours du processus de validation des méthodes d'essai, il se peut, selon le cas, que l'on doive consigner (entre autres) les facteurs suivants:

- les effets de matrice
- l'homogénéité des échantillons
- la spécificité
- la sensibilité
- la limite de détection
- la limite de quantification
- l'exactitude
- la répétabilité
- la robustesse
- le biais
- les variations intralaboratoires
- l'analyse des matériaux de référence
- les interférences
- les plages de concentration
- la stabilité à long terme des composés mesurés
- la sensibilité croisée
- la limite de déclaration
- la plage de linéarité
- la précision (y compris la précision intermédiaire)
- la reproductibilité
- la justesse
- la mesure de l'incertitude
- les variations interlaboratoires
- les études de récupération

a) Le laboratoire devra faire la preuve de l'analyse du mesurande considéré, de sa séparation des substances interférentes et de l'applicabilité de la méthode utilisée pour mesurer le mesurande dans la matrice particulière, conformément aux limites de déclaration. La méthode devra également présenter une exactitude et une fidélité acceptables, documentées.

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 (par ex. : ajout d'un nouvel instrument) ou d'application peut donner lieu à une nouvelle validation. Plusieurs techniques peuvent servir à déterminer la justesse, dans le cadre 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 puisse exister.

NOTE: Le laboratoire peut apporter des changements dans les 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) sans avoir à revalider la méthode. Ces conditions spéciales seront clairement définies dans la procédure.

c) L'étendue des données de validation requises préalablement à l'utilisation courante d'une méthode dépend du type et du but de la méthode ainsi que de la documentation liée au rendement dont on dispose pour cette méthode. Toutes les exigences devront être consignées dans le manuel qualité, dans chaque méthode ou dans le MON du laboratoire et satisfaire au minimum aux exigences énoncées dans le CAN-P-1629.

d) Pour la plupart des méthodes qu'il utilise, le laboratoire d'essais d'analyse minérale devra démontrer l'absence d'interférences significatives (sensibilité croisée) en ayant recours à des blancs de matrice et de réactif pendant la validation, s'il y a lieu.

e) Si les analyses du MRC semblent indiquer qu'il y a un biais, le laboratoire devra alors vérifier toutes les étapes pour isoler le problème et prendre les mesures correctives qui s'imposent.

f) Au cours de la validation ou la vérification d'une méthode, la plage analytique est évaluée au moyen d'étalons couvrant au moins l'étendue minimale des résultats attendus de l'échantillon, mais en englobant de préférence les ordres de grandeur caractéristiques de l'instrument. La sensibilité de la méthode, définie comme la réponse du détecteur par unité de concentration du mesurand, est indiquée par l'inclinaison de la courbe d'étalonnage. L'examen de cette courbe démontre le nombre et les concentrations des étalons 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 le laboratoire d'essais d'analyse minérale pour l'analyse des mesurands devront, une fois validées ou vérifiées, répondre aux conditions suivantes avant leur mise en œuvre :

- i. Un **rapport sommaire de validation de méthode** (quel que soit le nom de ce rapport) en bonne et due forme, complet et approuvé. Ce document comprendra une définition claire de la méthode et de son but. Il devra également contenir une liste claire des définitions liées à la validation de la méthode et, au moins, toutes les données résumées pour les éléments appropriés ou pertinents de l'article 5.4.5.2. Le rapport contiendra également une attestation signée par le personnel technique approprié, confirmant l'« aptitude à l'emploi » de la méthode suivie dans le laboratoire avant la mise en œuvre de cette dernière.
- ii. Toutes les valeurs résultantes obtenues des données de validation ou de vérification seront clairement indiquées (énumérées) dans la documentation se rapportant à la méthode analytique choisie.
- iii. Le contrôle de la qualité pour une analyse particulière sera fondé sur les données de validation de la méthode. (Guide Eurachem, article 8.)

Toutes les procédures techniques et les méthodes suivies par le laboratoire d'essais d'analyse minérale pour déterminer des mesurands devront, une fois validées ou vérifiées, être revues périodiquement (au moins tous les deux ans) afin de confirmer que la procédure ou méthode en question est toujours « apte à l'emploi ».

5.4.5.3

a) La limite de détection (LD) désigne la concentration la plus faible de mesurande dans une matrice d'échantillon réelle pouvant être détectée fidèlement à l'aide d'une procédure d'essai particulière (méthode d'essai) et qui est statistiquement différente de la réaction obtenue avec un blanc de réactif ayant passé par toutes les étapes de la méthode. Lorsque l'analyse répétée de blancs de réactifs donne une réponse positive pour le mesurande, la limite de détection est définie comme suit : $LD = S_b + 3 \text{ S.D.}$ où S_b est le signal moyen pour les blancs de réactif et S.D. est l'écart-type des blancs. Si les blancs de réactif ne donnent pas de réponse positive pour le mesurande, l'écart-type est déterminé à partir de l'analyse répétée ($n = 7$ ou plus) d'un échantillon type enrichi à un niveau de deux à trois fois la limite de détection estimée.

b) Grâce à l'amélioration constante de la technologie, on dispose aujourd'hui de méthodes qui permettent de mesurer des concentrations de plus en plus faibles d'éléments dans différents échantillons. Cependant, il n'est pas toujours indispensable de détecter de très faibles concentrations et il peut être acceptable, dans certains cas, d'établir une limite de déclaration « pratique » en fonction des exigences du client et de l'utilisation prévue des données analytiques, ce qui aura l'avantage d'atténuer les difficultés techniques liées à l'obtention des données et de réduire les coûts.

5.4.6 Estimation de l'incertitude des mesures

Les laboratoires devront prouver qu'ils suivent des procédures appropriées conformément au GUM (et son complément, le Guide ISO/CEI 98-1) ainsi qu'au Guide CITAC/Eurachem CG4 (QUAM:2000) pour évaluer l'incertitude de mesure associée aux essais compris dans la portée d'accréditation.

Quel que soit le type d'essai, le laboratoire devra définir les principales composantes de l'incertitude de mesure.

Dans le cas d'essais quantitatifs donnant des résultats numériques, on s'attend à l'utilisation d'estimations numériques, lesquelles devront inclure tout au moins les calculs de l'incertitude-type, de l'incertitude-type composée et de l'incertitude élargie (normalement selon un facteur d'élargissement de $k = 2$).

NOTE: Les définitions de l'incertitude-type, de l'incertitude-type composée et de l'incertitude élargie sont celles figurant dans le VIM, 3^e éd., 2007 (qui sont également les définitions utilisées dans GUM et QUAM). Voir l'Appendice B du CAN-P-1579.

5.6 Traçabilité du mesurage

Toutes les exigences concernant le mesurage traditionnel et le matériel d'essai seront respectées, s'il y a lieu. Le matériel sera correctement étalonné et la traçabilité du mesurage sur le matériel critique sera validée, ainsi que le prévoit le CAN-P-1626.

NOTE: voir aussi le CAN-P-1626, note 4.2 pour la définition du matériel critique.

5.6.1 Chaque programme d'étalonnage sera consigné par écrit et contrôlé pour les exigences spécifiques des travaux d'essai ou d'analyse à réaliser. 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 autres travaux de maintenance importants. En général, les intervalles d'étalonnage ne devraient pas être moins rigoureux que ceux recommandés par le fabricant.

5.6.2 Voici ce dont devront disposer les laboratoires pour répondre à l'exigence en matière de traçabilité du mesurage:

- poids de classe S ou 1 servant exclusivement à l'étalonnage des balances; la traçabilité des articles en la possession des laboratoires devra être assurée;
- mesure exacte du volume permise grâce à l'utilisation d'articles de verrerie de classe A, si nécessaire;
- thermomètre, conforme en matière de traçabilité aux exigences du CAN-P-1626, réservé exclusivement à l'étalonnage; la traçabilité des thermomètres en la possession des laboratoires devra être assurée;
- certificats attestant la certification des poids et thermomètres conservés dans les dossiers;
- certificats pour les matériaux de référence, les étalons ou les réactifs utilisés dans la préparation des matériaux de référence ou des étalons (p. ex. matériaux de référence et étalons certifiés) conservés dans les dossiers.

5.6.2.2.1 Les procédures d'étalonnage devront prévoir, au besoin : l'emploi de blancs de réactifs afin d'établir un seuil de référence pour l'étalonnage; l'utilisation de la teneur de fond des blancs de réactifs ou des étalons correspondants; l'utilisation d'un nombre adéquat d'étalons; la détermination de la linéarité et le calcul des pentes et/ou du facteur de réaction relatif; l'emploi d'un étalon de contrôle pour surveiller la stabilité et l'exactitude de l'étalonnage; le recours à des diagrammes de contrôle; ainsi que la définition des critères de non-conformité touchant à l'étalonnage.

5.6.3 Les matériaux de référence et d'étalonnage ou les étalons dont la pureté est déclarée proviendront d'une source fiable, ainsi que le prévoient les CAN-P-1626 et CAN-P-1627. On devra pouvoir remonter jusqu'aux sources nationales ou internationales de ces matériaux ou étalons. Si ces matériaux ou étalons ne sont pas certifiés, le laboratoire élaborera des procédures pour en vérifier la nature et la pureté, tel que prévu dans le CAN-P-1627.

Les matériaux de référence et d'étalonnage ou les étalons ainsi que la documentation s'y rapportant seront stockés de manière à en préserver l'intégrité; leur étiquette indiquera le contenu, la date de réception, la date de préparation ou d'ouverture, les initiales de l'analyste et la date d'expiration. Le registre de préparation des réactifs comportera les initiales ou le nom de l'analyste. Ces matériaux ou étalons devront être remplacés à des intervalles appropriés en fonction de leurs conditions de stabilité et de stockage. Pour conserver leur traçabilité, ils ne seront pas utilisés après la date d'expiration indiquée par le fournisseur et ils devront être conformes aux conditions précisées dans le CAN-P-1627. Si leur date expiration est passée, ils peuvent être utilisés comme matériaux de contrôle de la qualité ou à titre de référence interne.

On peut remonter des matériaux de référence internes jusqu'aux matériaux de référence certifiés en les soumettant à une analyse comparative dont on consignera les résultats, à condition que les procédures des CAN-P-1626 et CAN-P-1627 soient respectées. C'est la stabilité des matériaux de référence qui déterminera la fréquence à laquelle ces opérations seront répétées. Le degré d'incertitude acceptable sera précisé dans le manuel qualité, la documentation de la méthode ou le MON.

La documentation permettant de remonter de toutes les substances diluées aux matériaux de référence primaires ou aux étalons sera conservée.

5.7 Échantillonnage

Le laboratoire surveillera la fiabilité de l'échantillonnage des échantillons soumis de sorte que tout sous-échantillon prélevé (p. ex. d'un éclat de pierre concassée) soit représentant, d'une 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, contrôlées et maintenues.

5.7.4 Un laboratoire qui, dans le cadre de ses essais accrédités, communique des résultats d'essais sur un échantillon principal à partir d'échantillons « représentatifs » préparés ou de sous-échantillons reçus d'une installation de préparation physique d'échantillon hors site aura des politiques et des procédures en place pour assurer une conformité au document *PALCAN Policy samples prepared at Mineral Analysis Laboratory's off-site sample preparation facilities*.

5.8 Manutention des objets d'essai et d'étalonnage

5.8.3 Dès réception des échantillons, le laboratoire veillera à enregistrer toute anomalie ou défaut, y compris, entre autres:

- les échantillons endommagés;
- les échantillons insuffisants aux fins de l'analyse;
- les défauts liés à la filtration sur place, la conservation chimique, le contenant utilisé, la température à l'arrivée, la protection contre l'air et le délai écoulé depuis l'échantillonnage.

5.8.4 Dès réception des échantillons dans ses locaux, le laboratoire offrira des installations et des conditions ambiantes qui assurent le maintien de leur intégrité.

Le laboratoire observera les consignes données par le client ou prescrites par un règlement pour assurer l'intégrité de l'échantillon.

5.9 Assurance de la qualité des résultats d'essais et d'étalonnages

Pour obtenir l'accréditation du CCN dans le cadre de ce DSP, le laboratoire doit prouver sa conformité à ces exigences en obtenant des résultats satisfaisants de manière constante lors de sa participation aux activités du système d'essais d'aptitude décrit à l'article 6 du présent document, ainsi qu'à d'autres programmes d'essais d'aptitude appropriés, et ce, pour chaque essai accrédité.

Des résultats non satisfaisants entraîneront une enquête et, si nécessaire, la mise en œuvre d'actions correctives. Voir aussi le CAN-P-1630.

5.9.1 Les enregistrements des paramètres d'étalonnage et de rendement des instruments seront tenus à jour. Ils indiqueront clairement les données d'étalonnage qui sont associées aux échantillons analysés. Les procédures de contrôle de la qualité appropriées comprendront, sans s'y limiter:

- les efforts déployés pour assurer un contrôle de qualité adéquat (p. ex. : échantillons en double, échantillons répétés, essais répétés, matériaux de référence, ajouts de mesurande, blancs de traitement et échantillons témoin);
- le recours aux diagrammes de contrôle et l'analyse de ces diagrammes de façon à détecter des tendances à court et long terme;
- l'identification des cas de non-conformité liés à la performance des méthodes;
- la participation aux essais d'aptitude;
- l'analyse des échantillons témoins préparés de manière indépendante.

Le laboratoire procédera à des examens réguliers des données de ses diagrammes de contrôle pour tous les mesurandes, afin de déterminer la pertinence des valeurs établies pour la moyenne et l'écart-type. Le laboratoire mettra à jour ces valeurs pour la moyenne et l'écart-type, s'il y a lieu.

5.9.2 Lorsque le système de contrôle de la qualité le permet, on surveillera la conformité au contrôle statistique en ayant recours par exemple à des diagrammes de contrôle de façon à détecter des tendances à long terme. Les résultats des analyses de contrôle de la qualité (p. ex. matériaux de référence certifiés, échantillons doubles, échantillons répétés, essais répétés) sont des indicateurs de la performance du système d'analyse. Leur interprétation dépend en partie du concept de contrôle statistique. Contrôle statistique et stabilité des opérations sont liés. En particulier, cela signifie qu'on peut interpréter les résultats du contrôle de la qualité comme étant obtenus à partir d'une population normale dont la moyenne est μ et la variance σ^2 .

L'étendue des activités de contrôle de la qualité devant être intégrées aux protocoles d'un laboratoire d'essais d'analyse minérale de façon régulière comprend :

- des collections de référence de matériaux de référence ou d'échantillons déjà analysés;
- des matériaux de référence certifiés et des matériaux de référence produits à l'interne;
- des témoins positifs et négatifs;
- des diagrammes de contrôle des résultats des matériaux de référence;
- des échantillonnages et analyses en double;
- des échantillonnages et analyses répétés;
- des essais répétés;
- des diagrammes de contrôle de l'étendue des résultats de l'analyse des échantillons en double et répétés;
- des contrôles indépendants (vérifications) par d'autres préposés autorisés;
- des contrôles indépendants sur les solutions d'étalonnage commerciales;
- la participation à des systèmes d'essais d'aptitude.

5.9.3 Chaque lot analytique sera accompagné de mesures de contrôle de la qualité qui démontrent le statut de contrôle du système analytique (p. ex. déterminations sur les échantillons pour contrôle de la qualité, la qualité de l'eau, la marge de tolérance pouvant être appliquée aux balances, les températures de four). Les documents ISO 7870 et 7873 contiennent des renseignements sur la conception et l'utilisation des diagrammes de contrôle.

5.9.4 Des blancs de réactifs seront passés avec chaque ensemble d'échantillons et devront représenter au moins 5 % des échantillons analysés. Cependant, dans les cas où un grand nombre d'échantillons d'un objet donné nécessitent l'analyse, la fréquence des blancs de matrice peut être considérablement 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 La qualité des réactifs sera surveillée. Il faut acheter les réactifs, lorsque cela est possible, chez des fournisseurs certifiés ISO 9000 qui fournissent des réactifs de la qualité requise. Les laboratoires procéderont à l'essai de chaque lot et compareront les résultats à ceux de l'analyse précédente. Ils conserveront des dossiers indiquant les échantillons analysés dans chaque lot.

5.9.6 L'eau de qualité réactive en usage au laboratoire sera mise à l'essai, surveillée et contrôlée, et les résultats consignés. Un lien devra 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 Rapport des résultats

5.10.2 Les résultats seront communiqués en général dans des rapports d'essais. Ces derniers comporteront tous les renseignements demandés par le client et qui sont nécessaires à l'interprétation des résultats d'essais, ainsi que tout autre renseignement nécessaire, compte tenu de la méthode employée.

Les exigences quant aux rapports des résultats rendus aux clients tiendront non seulement pour les rapports en version papier, mais aussi pour la communication électronique des résultats dans un tableur Excel, un rapport électronique, un fichier de bases de données, un rapport sur Internet, etc.

Les certificats d'analyse et/ou les rapports d'essais seront signés par le personnel autorisé, le cas échéant, conformément aux indications données dans le manuel qualité et les autres documents qualité. Les certificats d'analyse sont souvent utilisés à des fins juridiques. L'information contenue dans ces rapports dépend donc de la législation correspondante.

(b) Si les essais ont été réalisés en différents endroits, le laboratoire devra être en mesure de reconnaître l'endroit où chaque essai a eu lieu. Cette information sera indiquée dans le rapport d'essais. Il n'est pas nécessaire d'indiquer le nom et l'adresse des sous-traitants dans le rapport d'essai.

(e) Le laboratoire devra pouvoir dire quelle méthode il a utilisée et insérer ce renseignement dans le rapport d'essais.

(g) Le laboratoire saura retracer la date à laquelle une analyse a été effectuée et notera cette dernière dans le rapport d'essais.

(i) Les rapports d'essais contiendront les résultats d'essais, unités comprises. Les chiffres significatifs appropriés seront utilisés dans le rapport des résultats.

(j) Le rapport d'essais comprendra au moins le nom de la personne qui l'a approuvé. La signature de cette dernière ne doit pas obligatoirement apparaître sur le rapport, mais devra être conservée dans le dossier correspondant. Une signature électronique est suffisante à condition que le laboratoire adopte des procédures pour en prévenir l'utilisation inappropriée.

5.10.2.1 Il est inacceptable de la part d'un laboratoire de produire des résultats d'analyse quantitative ou d'identification incorrects relativement à un échantillon d'un client. Le laboratoire est tenu d'informer son client et de mettre en œuvre des actions correctives, ainsi que le prévoit le CAN-P-4E (ISO/CEI 17025:2005).

5.10.3 Les résultats d'essais comprendront les renseignements nécessaires à leur interprétation, à savoir:

- les indicateurs à utiliser lorsque des données sont inférieures à la limite de détection (ou toute autre limite particulière);
- les indicateurs à utiliser lorsque le résultat est émis sous toute réserve en raison d'une non-conformité liée à un écart de la méthode, aux antécédents de l'échantillon, à la performance de la méthode, aux interférences ou à la validation des données;
- les indicateurs à utiliser pour signaler l'absence de résultats en raison de l'utilisation d'un échantillon endommagé ou insuffisant;
- les étalons ou concentrations maximales autorisés.

5.10.6 Les laboratoires seront tenus d'indiquer quels essais ont été confiés à des sous-traitants, sans toutefois devoir fournir le nom de ces derniers dans le rapport d'essai.

6 ÉVALUATION DU RENDEMENT DU LABORATOIRE PAR DES ESSAIS D'APTITUDE

Les exigences énoncées dans le CAN-P-4E et dans tous les documents pertinents de la série CAN-P s'appliquent à tous les laboratoires accrédités. La présente section comprend les exigences particulières relatives à l'évaluation du rendement des laboratoires d'analyse minérale au moyen d'essais d'aptitude. Elles sont propres au présent document et ont pour objet de donner des précisions ou des explications ou encore de stipuler des exigences supplémentaires pour certaines dispositions du CAN-P-4E pour lesquelles seront utilisées les procédures d'essais d'aptitude qui s'appliqueront en particulier aux essais d'analyse minérale.

La politique du CCN relativement à la participation aux systèmes d'essais d'aptitude stipule que le laboratoire doit satisfaire aux exigences générales minimales sur les essais d'aptitude, qui sont définies dans la politique P9:2005 de l'ILAC (*ILAC Policy for Participation in National and International Proficiency Testing Activities*), ainsi qu'aux lignes directrices plus précises sur la fréquence de participation aux essais d'aptitude de référence qui s'appliquent à tous ses laboratoires d'analyse minérale accrédités et qui prévoient deux (2) cycles d'essais d'aptitude par année pour la sous-discipline d'analyse minérale, conformément aux lignes directrices APLAC PT 006:2008 (*Proficiency Testing Frequency Guidelines*).

Le CCN est également investi des responsabilités conférées à l'organisme d'accréditation des essais de comparaisons interlaboratoires en vertu de l'APLAC PT 002:2008 (*Testing Interlaboratory Comparisons*).

6.1 Critères généraux pour les essais d'aptitude

6.1.1 L'accréditation accordée dans le cadre du DSP-AM exige une participation satisfaisante et constante, preuve à l'appui, au système d'essais d'aptitude désigné pour tous les essais d'analyse minérale indiqués dans la portée d'accréditation du laboratoire.

Pour certains essais spécialisés, l'on reconnaît que le système d'essais d'aptitude désigné ne peut pas toujours fournir les mesurandes et les échantillons à analyser; pour évaluer la performance du laboratoire, on devra alors avoir recours à d'autres mécanismes tels que les programmes d'essais d'aptitude internes; les essais en aveugle sur des échantillons fractionnés, les comparaisons interlaboratoires, etc.

6.1.2 Le Groupe de travail sur l'analyse minérale (GTAM) du CCN, en consultation avec le CCN, a confié au LSM-CANMET le soin de gérer le système d'essais d'aptitude du CAN-P-1579 conformément aux exigences du CAN-P-1593 du CCN, à celles du Guide ISO/CEI 43, celles du Guide ILAC 13 et à celles contenues dans le présent document. Le fournisseur de services d'essais d'aptitude accrédité par le CCN recommandera un coordonnateur des essais d'aptitude au GT-Labos.

6.1.3 Les laboratoires appliqueront, autant que possible, toutes les procédures associées à la manipulation et à l'analyse d'échantillons (objets) soumis à des essais d'aptitude de la même façon que les méthodes d'analyse d'échantillons utilisées couramment pour les échantillons des clients.

6.1.4 Les laboratoires analyseront les échantillons des essais d'aptitude suivant la méthode indiquée dans leur portée d'accréditation. Si cette dernière comporte pour le même mesurande plus d'une (1) méthode d'essai ou technique d'analyse accréditée (p. ex. la concentration de zinc dans un sédiment par AD2/FAA et par AD3/ICPE et/ou AD3/ICP-MS), chaque essai devra alors avoir ses propres résultats d'essais d'aptitude.

6.1.5 Si la concentration d'un échantillon pour essais d'aptitude est en deçà de la limite de détection de la méthode d'essai pour un mesurande donné, le laboratoire devra en informer clairement le coordonnateur des essais d'aptitude en indiquant soit « < » ou « < LD » pour le mesurande, la méthode d'essai et l'échantillon visé (voir l'article 6.3.2.4).

6.2 Exigences liées aux essais d'aptitude

6.2.1 Pour se faire accréditer

Pour se faire accréditer, un laboratoire devra avoir réussi trois (3) cycles d'essais d'aptitude complets pour chaque essai pour lequel il demande à être accrédité. Suivant la réception du cycle d'échantillons d'essais d'aptitude, le laboratoire devra réaliser l'analyse et en déclarer les résultats dans les délais prescrits par le coordonnateur des essais d'aptitude. Un laboratoire qui échoue au premier cycle peut recevoir un autre ensemble d'échantillons [présentant des concentrations différentes de l'ensemble précédent], pourvu qu'il ait mis en œuvre des mesures correctives. Si le laboratoire n'analyse pas le deuxième ensemble de façon satisfaisante, il pourra prendre des mesures correctives supplémentaires, mais devra attendre au moins 6 mois avant de recevoir un troisième ensemble d'échantillons [présentant des concentrations différentes des échantillons précédents].

6.2.2 Système d'essais d'aptitude

Pour conserver son accréditation, le laboratoire devra maintenir en permanence un rendement satisfaisant, preuve à l'appui, dans les systèmes d'essais d'aptitude désignés, et ce, pour chaque essai indiqué dans sa portée d'accréditation.

6.2.2.1 À cette fin, les conditions suivantes doivent être respectées :

a) le laboratoire doit participer pour chaque essai accrédité à un minimum de deux (2) séries d'essais d'aptitude par année.

b) chaque série d'essais d'aptitude doit comporter un ou plusieurs ensembles d'échantillons, consistant en général en quatre (4) échantillons. Ces ensembles d'échantillons auront habituellement quatre (4) [sauf dans le cas de Pt et de Pd, où il n'y en aura que deux (2)] valeurs de concentration différentes correspondant à la plage de concentration cible normale indiquée dans la version courante de l'Appendice A du CAN-P-1579 (*Critères d'évaluation du rendement aux essais d'aptitude du DSP-AM*).

c) le laboratoire doit fournir en général huit (8) résultats d'essais d'aptitude par année pour chacun des mesurandes/essais accrédités.

NOTE: On encourage les laboratoires à participer de façon active à d'autres systèmes d'essais d'aptitude acceptables offerts par d'autres fournisseurs de services d'essais d'aptitude, lorsque ces programmes sont appropriés et conformes aux besoins. Ces programmes doivent en général respecter les principes du Guide ISO 43 et du Guide 13 de l'ILAC.

6.2.2.2 Pour réussir l'analyse quantitative d'un ensemble d'échantillons d'essais d'aptitude, le laboratoire devra signaler correctement, pour chaque essai accrédité, les résultats obtenus pour le mesurande ainsi que la méthode suivie dans les délais prescrits par le coordonnateur des essais d'aptitude.

6.2.2.3 Le laboratoire remettra les résultats des échantillons d'essais d'aptitude dans les délais prescrits par le coordonnateur des essais d'aptitude. S'il ne déclare pas les résultats à temps, il risque de se faire suspendre en vertu de la procédure de suspension décrite à l'article 6.4 (Procédures en cas de rendement non satisfaisant).

6.3 Responsabilités du programme d'essais d'aptitude

6.3.1 Responsabilités du laboratoire

6.3.1.1 Les responsabilités générales du laboratoire comprendront ce qui suit :

- i) donner la méthode utilisée pour chaque mesurande;
- ii) déclarer un résultat de mesurande pour chaque échantillon d'essais d'aptitude et pour chaque méthode d'essai liée à la demande d'accréditation ou de maintien de l'accréditation (cf. 6.1.4);
- iii) déclarer les résultats avec au moins deux (2) chiffres significatifs.

6.3.1.2 Les laboratoires déclareront, au coordonnateur des essais d'aptitude, la limite de détection de chaque méthode d'essai accréditée pour chaque mesurande analysé (voir l'article 6.1.5).

6.3.1.3 Le laboratoire ne doit pas perdre plus d'un échantillon une fois par période de trois ans; si la fréquence des pertes est plus élevée, la méthode d'essais sera suspendue tant que le laboratoire n'aura pas mené une enquête pour trouver la cause de l'incident et mis en œuvre les actions correctives nécessaires.

6.3.1.4 Le laboratoire soumettra, dans des conditions normales, un minimum de 8 résultats pour chaque mesurande (les résultats $< \text{ou} < \text{LD}$ sont valides) et pour chaque méthode d'essai/combinaison pertinente d'échantillons d'essais d'aptitude pendant deux cycles d'essais d'aptitude. Toutefois, dans des circonstances exceptionnelles, le laboratoire pourra se contenter de fournir un minimum de quatre (4) résultats pour ces deux cycles d'essais d'aptitude, c.-à-d. 4 résultats pour chaque mesurande et pour chaque méthode d'essai pendant deux (2) cycles sur une période de 12 mois.

6.3.1.5 Les laboratoires feront parvenir au secrétaire du GTAM du CCN (avec une copie au coordonnateur des essais d'aptitude), dans les 10 jours ouvrables de la date de réception initiale du « rapport du rendement » préliminaire (quelle que soit la forme de présentation initiale de ce rapport au laboratoire) du fournisseur d'essais d'aptitude, un rapport sur les actions correctives (RAC) pour tout résultat de mesurande non satisfaisant. Ce rapport sera communiqué par voie électronique, et le laboratoire devra immédiatement mettre en œuvre les actions correctives (voir 6.4.5).

Les laboratoires qui omettent de présenter, dans les délais prescrits, un rapport exact sur leur rendement durant quelque cycle d'essais d'aptitude s'exposeront à une suspension immédiate conformément à l'article 6.4.6.

6.3.1.6 En vertu du présent DSP-AM, les laboratoires conserveront au moins trois (3) ans tous les documents des « rapports complets » définitifs (quel que soit le nom donné à ces rapports) qui sont liés à leur portée. Sur demande du CCN, le laboratoire lui présentera une copie de tout « rapport de rendement préliminaire » ou « rapport complet » définitif.

6.3.2 Responsabilités du fournisseur de services d'essais d'aptitude

6.3.2.1 Le fournisseur de services d'essais d'aptitude mettra à la disposition des laboratoires, candidats et participants, à leur demande, un document décrivant le système d'essais d'aptitude, son fonctionnement et ses exigences, notamment, les délais de présentation des résultats par les participants, l'émission de rapports d'aptitude, les mesurandes et les plages de concentration.

6.3.2.2 Le fournisseur de services d'essais d'aptitude utilisera la méthode du « score z » (Guide ISO/CEI 43 et norme ISO 13528) pour évaluer la performance des laboratoires dans les essais quantitatifs.

a) le score z sera calculé comme suit pour évaluer le rendement de chaque résultat relatif à un mesurande :

$$z = \frac{x - X}{\sigma_{pt}}$$

où :

- la quantité $(x - X)$ est appelée « estimation du biais du laboratoire » dans la norme ISO 13528
 - « x » est le résultat du participant
 - « X » est la « valeur attribuée » (c.-à-d. la valeur de consensus qui correspond à la moyenne consensuelle des essais d'aptitude)
 - σ_{pt} est « l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude », une mesure appropriée de la variabilité choisie pour répondre aux exigences du système d'essais d'aptitude
- Pour les besoins du présent DSP-AM, σ_{pt} représentera l'écart-type traditionnel après l'élimination des valeurs aberrantes.

b) Pour éviter de mettre l'accent plus qu'il ne faut 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.

6.3.2.3 Le coordonnateur d'essais d'aptitude établira la « valeur attribuée » selon ce qui suit :

a) À condition qu'il y ait au moins 10 laboratoires après l'élimination des valeurs aberrantes décrites par le coordonnateur des essais d'aptitude, la valeur moyenne des résultats de tous les laboratoires restants dans une série d'essais particulière sera utilisée comme valeur attribuée. Les laboratoires participants déclareront les résultats avec au moins deux (2) chiffres significatifs.

NOTE: La méthode utilisée pour le retrait des valeurs aberrantes suivie par le coordonnateur des essais d'aptitude devra être approuvée par le GTAM du CCN. Cette ou ces méthodes seront conformes à ISO 13528 et pourront faire appel à des 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 valeurs aberrantes, on utilisera l'une des autres techniques du Guide ISO/CEI 43 pour déterminer la valeur attribuée. Cette information sera consignée par le coordonnateur des essais d'aptitude.

6.3.2.4 Tous les résultats d'analyse déclarés par le laboratoire comme étant inférieurs à la limite de détection du laboratoire seront considérés comme des valeurs non détectées. Le fournisseur de services d'essais d'aptitude n'attribuera pas de score z à ces résultats et il les inscrira en utilisant les mentions « < » ou « < LD ».

6.3.2.5 Le coordonnateur des essais d'aptitude évaluera la performance globale de chaque laboratoire en fonction de l'interprétation pour chacun des mesurandes des scores z de la façon suivante (Guide ISO/CEI 43) :

$ z \leq 2,0$	Performance « satisfaisante »
$2,0 < z < 3,0$	Performance « discutable »
$ z \geq 3,0$	Performance « insatisfaisante »

6.3.2.6 Le coordonnateur d'essais d'aptitude calculera les scores RSZ et SSZ de la façon suivante:

Les scores z de chaque laboratoire seront combinés dans chaque cycle d'essais d'aptitude pour produire une somme pondérée des scores (RSZ) et une somme des carrés des scores z (SSZ) de telle sorte que :

- La RSZ est calculée selon la formule : $\sum z / \sqrt{n}$ (n = nombre de scores z combinés)
- La SSZ est calculée comme suit : $\sum z^2$

6.3.2.7 Le coordonnateur des essais d'aptitude évaluera le rendement global de chaque laboratoire pour la RSZ et la SSZ en utilisant les critères d'acceptabilité présentés dans l'Appendice A de la version courante du CAN-P-1579 (*Critères d'évaluation du rendement aux essais d'aptitude du DSP-AM*).

6.3.2.8 Le fournisseur de services d'essais d'aptitude enverra au laboratoire un « rapport de rendement » préliminaire (qui pourra être intitulé ainsi ou autrement) dans les délais fixés par le coordonnateur des essais d'aptitude après avoir reçu tous les rapports du laboratoire, accompagnés de tout autre renseignement pertinent pour chaque échantillon tel que prescrit par le GTAM du CCN.

6.3.2.9 Le fournisseur de services d'essais d'aptitude produira un « rapport complet » définitif (qui pourra être intitulé ainsi ou autrement) dans les délais fixés par le coordonnateur des essais d'aptitude. Ce « rapport complet » définitif décrira dans tous les détails les résultats d'évaluation du rendement obtenus par chacun des laboratoires pour les mesurandes individuels, accompagnés de renseignements généraux sur l'évaluation du rendement pour tous les participants. Ce rapport définitif comprendra au moins l'information suivante:

- a) le résultat du participant (x)
- b) la valeur attribuée (X)
- c) σ_{pt} – c.-à-d. l'écart-type
- d) le score z et les critères
- e) les scores RSZ et SSZ globaux et les critères
- f) le résultat des évaluations de la validation quantitative

6.3.2.10 Le coordonnateur des essais d'aptitude fera parvenir à l'animateur et au secrétaire du GTAM du CCN des copies du « rapport de rendement » et du « rapport complet » définitif.

NOTE: Le coordonnateur des essais d'aptitude n'est aucunement responsable de la surveillance du rendement des laboratoires aux essais d'aptitude en vue du maintien de l'accréditation qui leur a été accordée par le CCN. Cette surveillance incombe exclusivement au sous-comité sur les essais d'aptitude du GTAM du CCN.

6.3.3 Responsabilités du CCN

6.3.3.1 Les critères utilisés par le GTAM du CCN pour l'évaluation du rendement obtenu pour les résultats d'essais quantitatifs correspondront à l'interprétation pour chacun des mesurandes des scores z de la façon suivante (Guide ISO/CEI 43) :

$ z \leq 2,0$	Performance « satisfaisante »
$2,0 < z < 3,0$	Performance « discutable »
$ z \geq 3,0$	Performance « insatisfaisante »

NOTE: Tel qu'il est mentionné à l'article 6.3.2 ci-dessus, en général, le nombre de participants en fonction duquel est évalué le laboratoire sera égal ou supérieur à 10.

6.3.3.2 Les critères d'acceptabilité spécifiques utilisés par le GTAM du CCN pour évaluer le rendement global de chaque laboratoire en matière d'essais d'aptitude sont énoncés à l'Appendice A de la version courante du CAN-P-1579 (*Critères d'évaluation du rendement aux essais d'aptitude du DSP-AM*) et ont été approuvés par le GTAM du CCN.

6.3.3.3 Si un laboratoire fait appel concernant l'évaluation des résultats rapportés par le coordonnateur des essais d'aptitude, cet appel sera traité par le CCN, par l'intermédiaire du GTAM, ainsi que le prévoit le CAN-P-15.

6.4 Procédures en cas de rendement non satisfaisant

6.4.1 Si un laboratoire ne respecte pas l'une des exigences liées à l'accréditation, les présentes exigences comprises, il risque de se voir suspendre ou retirer son accréditation conformément aux procédures de suspension et de retrait standard du CCN décrites dans le CAN-P-15. De plus, si la performance des essais d'analyse minérale ne correspond pas aux critères de rendement indiqués à la clause 6.3.3 ci-dessus, il sera assujéti aux procédures de suspension énoncées ci-après

Tous les cas de retrait d'accréditation seront annoncés par le CCN dans son site web. En cas de suspension, un avis de suspension sera publié dans le site web du CCN de façon à en informer les clients, actuels et éventuels, et le grand public. Dans le cas de laboratoires accrédités, cet avis prendra la forme d'une modification de la portée d'accréditation

6.4.2 Le CCN prend en compte différents facteurs pour déterminer s'il faut suspendre un essai de la portée d'un laboratoire candidat ou retirer à un laboratoire accrédité son accréditation. Parmi ces facteurs figurent les suivants :

- a) si le rendement du laboratoire n'est pas satisfaisant ou si celui-ci ne participe pas à une série d'essais d'aptitude;
- b) si un laboratoire ne met pas immédiatement en œuvre les actions correctives nécessaires en cas de rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude;

- c) si un laboratoire ne corrige pas rapidement et convenablement un rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude;
- d) si un laboratoire ne déclare pas les résultats d'essais d'aptitude dans les délais fixés par le fournisseur de services d'essais d'aptitude;
- e) si un laboratoire ne communique pas au secrétaire du GTAM du CCN les résultats d'essais d'aptitude non satisfaisants dans les délais prévus, ainsi que le prévoit l'article 6.3.1.5;
- f) si un laboratoire ne déclare pas fidèlement le rendement obtenu dans une série d'essais d'aptitude.

6.4.3 Un laboratoire qui ne participe pas à un cycle d'essais d'aptitude d'un système d'essais d'aptitude acceptable ou ne présente pas fidèlement dans son rapport la performance obtenue pour un cycle d'essais d'aptitude risque de se voir suspendre sur-le-champ. Il ne pourra recouvrer son statut d'organisme accrédité qu'après avoir prouvé que sa performance en matière d'essais d'aptitude est satisfaisante.

6.4.4 Il est inacceptable de la part d'un laboratoire de produire des résultats d'analyse quantitative incorrects relativement à un échantillon d'essais d'aptitude pour un mesurande figurant dans sa portée d'accréditation. Dans ce cas, les mesures indiquées dans les clauses 6.4.5 à 6.4.7 seront prises sur-le-champ.

6.4.5 Il incombe au laboratoire ayant reçu d'un fournisseur de services d'essais d'aptitude un « avis » l'informant d'un résultat de mesurande non satisfaisant dans cette série d'essais d'aptitude de mettre en œuvre des actions correctives sur-le-champ dès la date de réception de cet avis. Tout rapport de rendement préliminaire transmis de quelque manière que ce soit (et quelle que soit sa forme initiale de présentation) par le fournisseur de services d'essais d'aptitude au laboratoire constitue un tel « avis ».

Les laboratoires devront répondre au secrétaire du GTAM du CCN (avec une copie au coordonnateur des essais d'aptitude), dans les 10 jours ouvrables de la date de réception initiale de cet « avis » (quelle que soit sa forme de présentation initiale au laboratoire) en présentant un rapport initial sur les actions correctives (RAC). Ce RAC devra dire en quoi consiste le rendement non satisfaisant ou l'omission et indiquer clairement les actions correctives entreprises. Il devra également indiquer si le laboratoire a demandé un ensemble d'échantillons « à valeur corrective » pour le ou les mesurandes en question.

- a) Si le laboratoire a demandé un ensemble d'échantillons « à valeur corrective »:
 - cet ensemble d'échantillons devra être différent de celui des échantillons utilisés dans la série d'essais d'aptitude en cours (échantillons dont les concentrations sont inconnues du laboratoire ou différentes de celles de l'ensemble de départ, ou échantillons en nombre égal ou supérieur à celui de la série d'origine);
 - cet ensemble d'échantillons devra provenir du fournisseur de services d'essais d'aptitude;
 - le laboratoire devra, dès réception de cet ensemble d'échantillons, en faire l'analyse dans un délai raisonnable et communiquer les résultats obtenus au fournisseur de services d'essais d'aptitude;
 - le fournisseur de services d'essais d'aptitude devra évaluer les résultats judicieusement suivant ses protocoles habituels et envoyer au laboratoire un « rapport sur le rendement des essais d'aptitude à valeur corrective » (intitulé ainsi ou autrement). Conformément aux

dispositions de l'article 6.3.2 ci-dessus, le laboratoire devra être évalué par rapport à un minimum de dix (10) participants ou suivant tout autre critère satisfaisant établi par le coordonnateur des essais d'aptitude;

- le laboratoire fera ensuite parvenir au secrétaire du GTAM du CCN (avec une copie au coordonnateur des essais d'aptitude), dans les dix (10) jours ouvrables de réception du « rapport sur le rendement des essais d'aptitude à valeur corrective », un RAC définitif dans lequel il fera une analyse explicite des causes profondes et présentera toutes les actions correctives mises en œuvre. Le laboratoire devra également lui envoyer par courrier électronique un rapport sur son rendement aux essais d'aptitude en présentant une copie du « rapport définitif sur le rendement des essais d'aptitude à valeur corrective » rédigé par le fournisseur de services d'essais d'aptitude;
- ce processus ne devrait pas dans son ensemble prendre plus de temps que les protocoles habituels du CCN concernant les RAC, à savoir trente (30) jours ouvrables.

b) Si le laboratoire ne demande pas d'échantillons « à valeur corrective », il fera parvenir au secrétaire du GTAM du CCN, dans les trente (30) jours ouvrables, son rapport définitif sur les actions correctives (RAC) dans lequel il fera une analyse explicite des causes profondes du problème et présentera les actions correctives mises en œuvre.

Le sous-comité sur les essais d'aptitude du GTAM du CCN évaluera les résultats de ce RAC définitif pour déterminer si le rendement aux essais d'aptitude est satisfaisant. À cette fin, il pourra demander un complément d'information.

NOTE: Le coordonnateur des essais d'aptitude n'est aucunement responsable de la surveillance du rendement des laboratoires aux essais d'aptitude en vue du maintien de l'accréditation qui leur a été accordée par le CCN dans le cadre du DSP-AM. Cette surveillance incombe exclusivement au CCN.

6.4.6 Si, à la suite d'un rendement non satisfaisant aux essais d'aptitude pour un mesurande donné ou pour une méthode d'essai dans un cycle d'essais d'aptitude donné, le laboratoire néglige de fournir le RAC définitif ou une copie du rapport du fournisseur de services d'essais d'aptitude sur le rendement des essais d'aptitude à valeur corrective (quelle que soit sa forme de présentation initiale au laboratoire), ainsi que le prévoit l'article 6.4.5, il se verra suspendre ou retirer l'accréditation. Le ou les RAC devront fournir une preuve objective suffisante selon laquelle le laboratoire a repéré le problème, en a analysé les causes profondes et mis en œuvre toutes les actions correctives. Tout RAC non satisfaisant pourra donner lieu à une visite sur place de la part du CCN.

6.4.7 Si le rendement d'un laboratoire aux essais d'aptitude « à valeur corrective » n'est pas satisfaisant pour un mesurande, quel qu'il soit, l'animateur du GTAM du CCN recommandera au secrétaire du GTAM du CCN la suspension immédiate des essais considérés. Le secrétaire du GTAM transmettra cette recommandation au responsable des Laboratoires - PALCAN. L'accréditation ne sera rendue au laboratoire pour ces essais que sur la production de preuves étayées d'un rendement satisfaisant, obtenues au cours de la prochaine série prévue par le système d'essais d'aptitude du fournisseur de services d'essais d'aptitude pour ces essais.

6.4.8 Si le CCN entreprend les démarches nécessaires pour suspendre l'accréditation d'un laboratoire pour des essais particuliers, on considérera que le statut officiel de ce laboratoire sera «suspendu» selon le protocole habituel du CCN, et ce, jusqu'à ce qu'on ait obtenu la preuve du rendement satisfaisant de ce laboratoire en matière d'essais d'aptitude et que l'on ait mis fin à cette suspension.

6.4.9 Si le laboratoire continue d'afficher un rendement non satisfaisant pour trois (3) séries d'essais d'aptitude au cours de toute période de deux (2) ans, le CCN entreprendra de lui retirer l'accréditation, conformément à la procédure décrite dans la version courante du CAN-P-15.

6.4.10 Un laboratoire qui s'est vu retirer son accréditation peut présenter une nouvelle demande d'accréditation en suivant le protocole habituel du CCN.

BIBLIOGRAPHIE

Voici une liste complète des références recommandées :

APLAC PT 002:2008. *Testing Interlaboratory Comparisons*. (<http://www.aplac.org/index.php?id=86>)

APLAC PT 003:2008. *APLAC Proficiency Testing Directory*. (<http://www.aplac.org/index.php?id=86>)

APLAC PT 006:2008. *Proficiency Testing Frequency Guidelines*.
(<http://www.aplac.org/index.php?id=86>)

CITAC/EURACHEM ECTRACE, 2003. *Traceability in Chemical Measurement, a guide to achieving comparable results in chemical measurement*. (<http://www.citac.cc/>)

Guide CITAC/EURACHEM, édition anglaise, 1^{re} version, décembre 1998 (actuellement en cours de révision, 2008), *The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. ISBN 0-948926-12-0 (<http://www.citac.cc/>)

Guide CITAC/EURACHEM, édition 2002. *Guide to Quality in Analytical Chemistry. An Aid to Accreditation*. (<http://www.citac.cc/>)

Guide CITAC/EURACHEM CG2, édition anglaise, 2^e version Internet, novembre 1998. *Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis* (CAN-P-1595, juillet 2001). (<http://www.citac.cc/>)

Guide CITAC/EURACHEM CG4, 2^e édition, 2000 (**QUAM:2000.P1**). *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. (<http://www.citac.cc/>)

Guide ILAC 13:08/2007. *ILAC Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes*.

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

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

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

Guide ISO/CEI 43-1:1997 (anglais). *Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison – Partie 1: Développement et mise en œuvre de systèmes d'essais d'aptitude*.

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

Guide ISO/CEI 98-1:2008 (version 09/2007). *Incertitude de mesure – Partie 1: Introduction à l'expression de l'incertitude de mesure*.

Guide ISO/CEI 98-3:2008. *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM:1995).

Guide ISO/CEI 99, 1^{re} édition, 2007. *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM) (VIM) 3^e éd. 2007).*

Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), 1993 (modifié en 1995), publié par l'IO au nom du BIPM, de la CEI, de la IFCC, de l'UICPA et de l'OIML (ISBN 92-67-10188-9). (Note. : complément au nouveau Guide ISO/CEI 98-1:2008).

Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Pure Appl. Chem., Vol. 67, pp 649-666, 1995.

<http://www.iupac.org/publications/pac/1995/pdf/6704x0649.pdf>

Harmonized Guidelines for Single-laboratory Validation of Methods of Analysis (IUPAC Technical Report) 2002. Pure Appl. Chem., Vol. 74, N^o 5, pp 835-855, 2002. <http://www.iupac.org/publications/pac/2002/pdf/7405x0835.pdf>

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

ISO 5725-1:1994 (anglais) (modifié en 1998). *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1 : Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994 (anglais) (modifié en 2002). *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 2 : Méthodes de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994 (anglais) (modifié en 2001). *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 (anglais). *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 4 : Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-5:1998 (anglais) (modifié en 2005). *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthode de mesure – Partie 5 : Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-6:1994 (anglais) (modifié en 2001). *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthode de mesure – Partie 6 : Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude.*

ISO 7870:1993. *Cartes de contrôles – Principes généraux et introduction à l'emploi.*

ISO 7873:1993. *Cartes de contrôle de la moyenne arithmétique à limites de surveillance.*

ISO 9000:2000. *Systèmes de management de la qualité – Principes essentiels et vocabulaire.*

ISO/IEC CD 17043:2008. *Conformity assessment – General Requirements for proficiency testing.*

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

Norme ISO 13528:2005 (anglais) 1^{re} édition. *Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires.*

Norme ISO/CEI 17025:2005. *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.*

Quality Assurance of Chemical Measurements, John Keenan Taylor, Lewis Publishers, p85, 1987.

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

The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement, UKAS M3003, 2^e édition, janvier 2007. (<http://www.ukas.com/Library/downloads/publications/M3003.pdf>)

The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report) préparé à la publication par Michael Thompson, Stephen L.R. Ellison, *Pure Appl. Chem.*, Vol. 78, N^o 1, pp 145-196, 2006. (<http://www.iupac.org/publications/pac/2006/pdf/7801x0145.pdf>)