



Analyses chimiques – L'Assurance Qualité dans le laboratoire

Un must pour un bon résultat – mais cela
suffit-il ?

Par

Hans BOMER – AGROLAB France

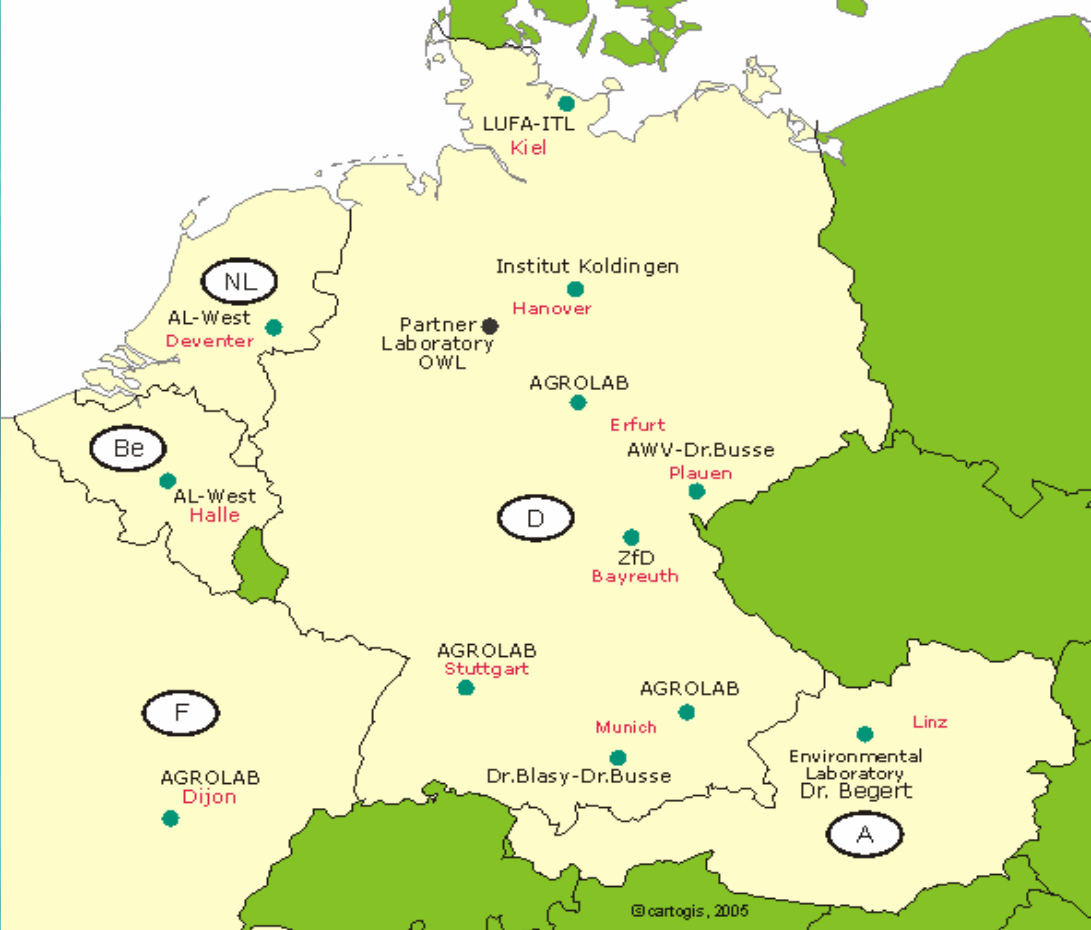


AGROLAB en quelques chiffres

			Env.	Agro	Alim.	S2C
CA 2006	50 Mio€		50%	25%	25%	
Effectif Européen	550 p.					
Présence	8 pays	RFA	x	x	x	x
		Pays-Bas	x			x
		Autriche	x	x		x
		Espagne (bientôt)	(x)	x	x	x
		Turquie		x	x	x
		France, Pologne, Belgique,				x



AGROLAB en Europe



Et maintenant aussi
Turquie (Istanbul)
Tetra A.S.





AGROLAB en quelques mots : Fast, Friendly, Reliable

Rapide	Aimable	Fiable
♥ Délais d'analyses rapides	Nos 5 interlocuteurs et interlocutrices en France	Accréditation EN-ISO/IEC 17025
🎵 24h., 48h., ♥ 5à6 j. standard		Agréments MEDD eaux et sédiments, Essais inter-labo
😊 Tenir les délais	♥ Nos tarifs	Investissements
♥ ♥ Réactivité	<div>Customer Service</div> <div>Your satisfaction is our best promotion.</div> <div>We are looking forward to your comments, and will take your feed-back serious.</div> <div>We will listen carefully!</div> 	Choix de paramètres
🎵 Devis sous 24h.		Choix de normes NF, ISO, EN, m.i.
		Audits clients



Analyses chimiques – L'Assurance Qualité dans le laboratoire

:

Un must pour un bon résultat – mais cela suffit-il ?



SOMMAIRE

1. Le Système d'Assurance Qualité du laboratoire



2. Soit, mais alors pourquoi le résultat ne correspond-il pas toujours à mes attentes ?



2a. Choix de la méthode analytique



ou



2b. Entre le prélèvement et l'analyse, il y a encore un monde !



3. Quelques exemples et conseils pour améliorer ce monde





Le Système d'Assurance Qualité AL-West

- Accréditation EN-ISO-IEC par RVA (depuis 1988) et DAR (2006)
- Reconnaissance de l'accréditation par le COFRAC, l'ENAC,
- Affichage de la liste des paramètres accrédités
- Agréments 1, 2, 3, 4, 9 et 10 MEDD 2006 (eaux et sédiments)
- Agrément 8 pour l'air (dioxines)

Manuel Qualité :

► P.O.S. :

- Méthodes d'analyse ISO, EN, EPA, NEN, NF, DIN, ... ,
- Equipments, matériaux de référence, étalonnage
- Contrôle de la qualité :
 - audits internes
 - contrôle technique d'analyses sur 3 niveaux
 - gestion des plaintes
- Acceptation, planning, compte-rendu

► Formation en continue

► Innovation et développement de nouvelles méthodes

► Management Review

Vérification

Amélioration

S
a
t
i
s
f
a
c
t
i
o
n



Contrôle de la qualité :

► Audits internes :

- Vérification de toutes les manipulations
- Audit du Système
- Audit du processus primaire (devis → archivage)
- Audit de Sécurité



► Contrôles techniques des analyses :

Evaluation journalière - si résultat non-conforme : nouvelle analyse !



- Niveau 1 : l'analyse journalière d'échantillons de contrôle, de blancs d'échantillons dupliqués, de produits standards,
- Niveau 2 : l'analyse d'échantillons en "aveugle - double aveugle"
- Niveau 3 : participation aux essais inter-laboratoires internationaux : AGLAE, INERIS, BIPEA (F), Aquacheck (UK), RIVM (NL), LUA-NrW

► Gestion des plaintes





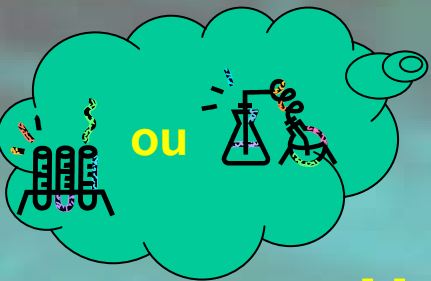
**Avec tous ces contrôles, Systèmes
Qualité, Accréditations et Agréments,
tout devrait être bon, non ...?**





Mais alors, pourquoi le résultat ne correspond-il pas toujours aux attentes ?





Le choix de la méthode analytique

Quelques exemples

Hydrocarbures totaux

Indice HCT
par CPG-FID
C10–C40
LQ < 10µg/l

HCT par IR
C10–C50
Méthode interne
XP 31-410
LQ < 50µg/l

C6 – C10
C5 – C12
ISO 16703
DIN 38409/H18

Par CPG-MS
TPH by CWG-EPA

NF T 90-114

NTK+NO3+NO2
NTK
EN 25663
Azote global
NEN 6646

EN ISO 11905-1
EN ISO 11732
Azote organique
ISO 11261
EN ISO 10304-1

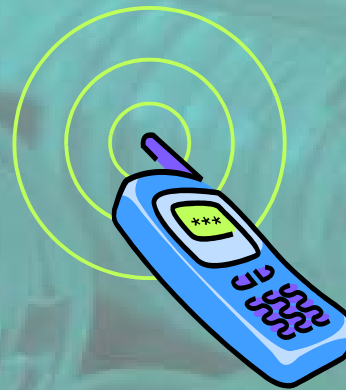
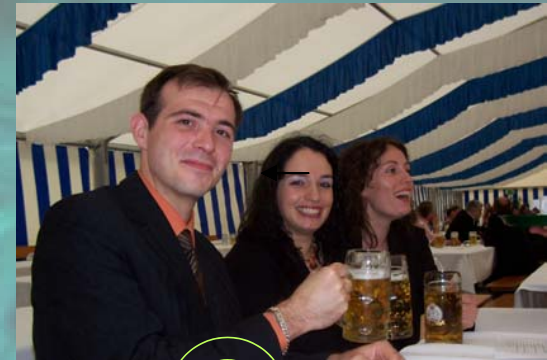
Kjeldahl
ISO 13878

Azote total





Le résultat sans bonne communication





Quelques conseils pour une surveillance adéquate des eaux

1. Timing du prélèvement
2. Renseignez-vous (normes)
3. Toujours la même méthode/norme
4. Si n'est plus disponible, renseignez-vous
5. Si vous devez changer de laboratoire, choisissez un bon laboratoire



C'est tout ????

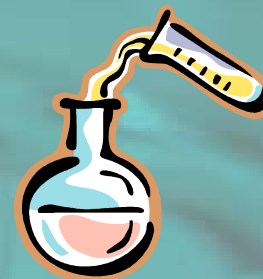




Eh non ... : Il y a encore d'autres précautions à prendre



► Prétraitement sur site



► Flaconnage et conditionnement

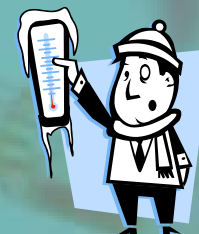


► Transport vers le labo



► Prétraitement des échantillons d'eaux sur site

- ◆ Filtration
- ◆ Acidification / Basicification
- ◆ Ajout de stabilisateurs
- ◆ Contrôle de température (parfois même congélation)



♥ Suivez les consignes réglementaires (de terrain) et celles du laboratoire (EN ISO 5667-3) !



► Quelques consignes EN-ISO 5667-3 (prétraitement sur site)

Paramètre	Prétraitement	Ajout
Cyanures	Basicifier avec NaOH à pH 12	-
DCO	Acidifier avec H2SO4 à pH<2	-
DBOn	Congeler à -20° C	-
Métaux (excl. Hg)	Filtrer sur 0,45µm, puis acidifier (HNO3) à pH<2	-
Hg	Filtrer sur 0,45µm, puis acidifier (HNO3) à pH<2	0,2 g/l K2Cr2O7
Hydrocarbures totaux	Acidifier (HNO3 ou H2SO4) à pH<2	-
BTEX, COHV	Acidifier (HNO3 ou H2SO4) à pH<2	-



► Quelques consignes EN-ISO 5667-3 (flaconnage et conditionnement)

Paramètre	Flaconnage	Temp. °C
Cyanures	0,1 l, verre brun ou PE	1 à 5° C
DCO	0,1 l, verre brun	-
DBOn	0,5 l, PE	-20° C
Métaux (excl. Hg)	0,1 l, PE	-
Hg	0,1 l, PE	-
Hydrocarbures totaux	0,25 l à 1 l, verre brun	1 à 5° C
BTEX, COHV	0,1 l, verre brun, flacon doit être plein (Purge & Trap)	1 à 5° C



► Quelques consignes EN-ISO 5667-3 (Durée de vie de l'échantillon)

Paramètre	Avec prétraitement	Temps de conservation
Cyanures	Basicifier avec NaOH à pH 12	7 jours
Chrome VI	-, garder au frais (1à 5° C)	1jour
DBOn	Congeler à -20°	28 jours
Métaux (excl. Hg)	Filtrer, puis acidifier	1 mois
pH	-, garder au frais (1à 5° C)	1 mois
Nitrites	-, garder au frais (1à 5° C)	1 jour
BTEX, COHV	Acidifier	7 jours



Maintenant, c'est bon ...?





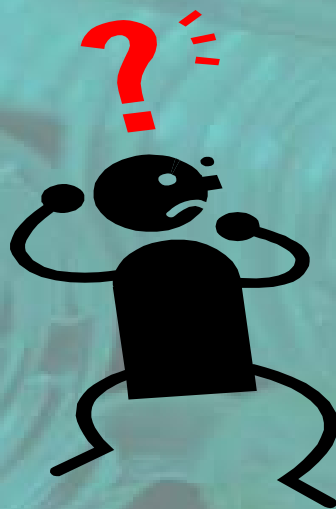
Pour les eauxOUI si

- ◆ un bon prélèvement (Cf. autres intervenants)
- ◆ un emballage correct (glacière, papier bulles, ...)
- ◆ Chain of custody
- ◆ des étiquettes de flacons renseignées et lisibles
- ◆ les échantillons bien identifiables
- ◆ la durée de la conservation sur site + la durée du transport permettent de respecter le temps de vie de l'échantillon





Mais pas pour les sols ???



Une autre histoire !!



Les cas de échantillons de sols destinés à l'analyse des COHV ou COV



Echantillon à réception



COHV et COV

- ◆ Composés volatils
- ◆ Composés bio-dégradables
- ◆ Méthode de foration
- ◆ Durée entre foration et prélèvement
- ◆ Méthode de prélèvement
- ◆ Prétraitement
- ◆ Conditionnement
- ◆ Durée de vie de l'échantillon

Le devenir des COHV et COV dans les sols après prélèvement (sans autre prétraitement)

			Losses of component after			
	Soil-type	Storage T°	7 days	11 days	14 days	
Benzene	Sand	4°C			90%	MADEP study 1996
Benzene	sandy	4°C			90%	U.S. Army Hannover
Gasoline-range	Sand	4°C			70%	MADEP study 1996
Gasoline-range	Silt	4°C			50%	MADEP study 1996
Perchloroéthylène	Sand	4°C	95%			MADEP study 1996
Perchloroéthylène	Sand	4°C		99%		MADEP study 1996
Perchloroéthylène	Sand	4°C			93%	MADEP study 1996



Ou encore

			<u>Losses</u> of component after			
	Soil- type	Storage T°	3 days	8 days	14 days	
Benzene	Sand	4°C	100%	100%	100%	Tauw Labo 1995
Toluene	Sand	4°C	70%	83%	90%	Tauw Labo 1995
Toluene	Sand	20°C	86%	85%	89%	Tauw Labo 1995
Toluene	Loam	4°C	20%	33%	35%	Tauw Labo 1995
Toluene	Loam	20°C	-	-	37%	Tauw Labo 1995
m,p-Xylene	Sand	4°C	34%	80%	91%	Tauw Labo 1995
m,p-Xylene	Sand	20°C	83%	90%	-	Tauw Labo 1995
m,p-Xylene	Loam	4°C	0%	0%	65%	Tauw Labo 1995
m,p-Xylene	Loam	20°C	2%	8%	27%	Tauw Labo 1995



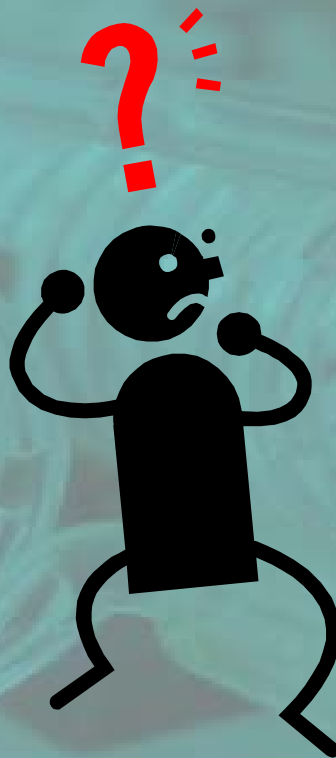
Imaginez vous la fiabilité de vos résultats

- ▶ **Quand vous avez un chantier pour une semaine**
- ▶ **Il fait 28°C**
- ▶ **Et vous envoyez vos échantillons en fin de chantier**
- ▶ **Sans autres précautions**





Y a-t-il un remède ??





OUI !!!

**SW 846 – method 5035 de l'US-EPA
(1996)**



Conservation sous méthanol



Est-ce compliqué ???



NON !!



Mode opératoire : **Protocole**

Méthode analytique Head Space (méthode ISO/DIS 22155)

Echantillonner 1 prise de sol, soit environ 10 g de sol, à l'aide de la seringue modifiée.

Transférer ces prises d'essai dans le flacon de 100 ml.

Ajouter exactement 25 ml de méthanol avec le doseur.

Fermer le flacon, l'étiqueter et le mettre au frais à l'abri de la lumière.

Le bec du distributeur doit être rincé après chaque échantillon avec env. 2 ml de méthanol.

Changer de seringue à chaque nouvel échantillon pour éviter une contamination croisée.



Suite Protocole

Envoyer 2 flacons par paquet avec 10 ml de méthanol uniquement, servants de blanc de transport.

Ces flacons seront à analyser.

Relever les conditions climatiques et la température extérieure 3 fois par jour.

Prendre un échantillon classique pour la détermination des autres paramètres et notamment la matière sèche.

Temps de conservation des échantillons :

Echantillon sans conservateur : 4 jours

Echantillon avec conservateur : 28 jours



Les moyens nécessaires





Et sur site





MERCI de votre attention

