MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,

DE LA LUTTE CONTRE

LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,

DE LA FAUNE ET DES PARCS

Protocole pour les essais d'aptitude des laboratoires d'analyse

(DR-12-SCA-04)

Mise à jour : 13 décembre 2022





Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone: 418 521-3830

1 800 561-1616 (sans frais)

 $\textbf{Formulaire}: \underline{www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp}$

Internet: www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document :

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

2700, rue Einstein, bureau E-2-220 Québec (Québec) G1P 3W Téléphone : 418 643-1301

Télécopieur: 418 528-1091

Courriel: ceaeq@environnement.gouv.qc.ca

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2022 Bibliothèque et Archives nationales du Québec ISBN 978-2-550-93614-5 (PDF) ISBN 978-2-550-86488-2 (Édition précédente, PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays. © Gouvernement du Québec - 2022

Table des matières

Introduction			
1.Planif	ication	2	
2. Préparation			
2.	1 Instructions et documents connexes	2	
2.	2 Échantillons soumis à l'essai d'aptitude	3	
3.Réalisation des analyses			
4. Traite	ment de l'information	2	
4.	1 Collecte des données	4	
4.	2 Traitement des résultats analytiques	4	
4.	3 Traitement des résultats analytiques qualitatifs	8	
4.	4 Rejet d'échantillon	9	
4.	5 Présentation statistique et tendances	9	
5.Interp	rétation des données	10	
6.Rapport			
7.Suivi des essais d'aptitude			
7.	1 Complicité entre les participants et falsification des résultats	10	
7.	2 Révision des essais d'aptitude	11	
7.	3 Comité de révision des essais d'aptitude	11	
Définition	Définitions		
Références			
Bibliographie			
Annexe 1 - Analyse robuste : algorithme A			

Avant-propos

La Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (ci-après le « Centre d'expertise ») gère le Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (PALA)⁽¹⁾ découlant de l'article 118.6 de la Loi sur la qualité de l'environnement. Le ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec et l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail assurent respectivement le soutien de ce programme pour le secteur agricole et le secteur de la microbiologie de l'air.

Les essais d'aptitude font partie intégrante des activités de surveillance de la qualité du PALA. Leur objectif est essentiellement de déterminer, à l'aide de comparaisons interlaboratoires, l'aptitude de chaque laboratoire accrédité à produire des résultats analytiques fiables.

Ce document précise les modalités applicables aux essais d'aptitude auxquels les laboratoires accrédités doivent obligatoirement participer.

Introduction

Ce document décrit les étapes du processus des essais d'aptitude destinés aux laboratoires d'analyse, soit la planification des essais, leur préparation, leur réalisation, le traitement de l'information recueillie, l'interprétation des données, la production du rapport et le suivi.

En tant que fournisseur d'essais d'aptitude, le Centre d'expertise détient l'accréditation ISO/CEI 17043 du Conseil canadien des normes. Cette accréditation confirme la compétence du Centre d'expertise pour évaluer la performance des laboratoires d'analyse aux échelles nationale et internationale.

Les éléments mentionnés dans ce document sont conformes aux prescriptions de la norme internationale ISO/CEI 17043:2010 : Évaluation de la conformité – Exigences générales concernant les essais d'aptitude⁽²⁾.

1. Planification

L'élaboration des calendriers des essais d'aptitude du Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse (PALA) se fait en fin d'année civile. Les paramètres analytiques sont généralement évalués au moins une fois par année. L'élaboration des calendriers tient compte de la planification de l'année précédente, de la détermination des besoins en développement ainsi que des modifications et ajustements liés à l'amélioration continue du programme d'accréditation.

La participation aux essais d'aptitude est obligatoire pour tous les laboratoires accrédités par le ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP) selon la fréquence établie et annoncée. Des organismes gouvernementaux qui ne possèdent pas une accréditation du Ministère peuvent également, à certaines conditions, participer aux essais d'aptitude. La gestion des essais d'aptitude, pour les laboratoires hors programmes d'accréditation, n'est pas traitée dans le présent document.

Les calendriers des essais d'aptitude sont distribués aux laboratoires accrédités avant le 1^{er} janvier de chaque année, pour les informer à l'avance des dates et des domaines visés. L'information requise sur les domaines d'accréditation est mentionnée dans le document Champs et domaines d'accréditation en vigueur (DR-12-CDA)⁽³⁾. Ce document ainsi que les calendriers sont disponibles dans le site Web du Centre d'expertise. Pour des raisons administratives, le calendrier peut être modifié. Le cas échéant, une mise à jour est effectuée dans le site Web et les laboratoires concernés en sont informés promptement.

Sur réception de nouvelles demandes d'accréditation, le Centre d'expertise prépare des essais d'aptitude préliminaires.

De plus, en fonction des besoins exprimés par la clientèle ou les partenaires du Centre d'expertise, ce dernier organise des projets d'essais d'aptitude auxquels peuvent prendre part un seul ou plusieurs laboratoires à la fois. Ces projets sont réalisés pour des besoins de connaissance, de comparaison ou d'amélioration.

Puisque la participation des laboratoires accrédités aux essais d'aptitude est obligatoire en vertu du PALA, il n'y a pas de nombre minimal de participants requis à ces essais. Les modalités de traitement des données sont adaptées en fonction du nombre de laboratoires participants.

2. Préparation

2.1 Instructions et documents connexes

Des instructions et un formulaire électronique de transmission des résultats sont fournis pour chacun des projets en vue d'uniformiser le processus et d'en assurer le bon fonctionnement. Les instructions précisent, entre autres :

- le mode de conservation des échantillons;
- la date et l'heure de l'analyse (si requises);
- la procédure de réalisation des essais, s'il y a lieu;
- l'adresse de retour du matériel;
- la procédure et le mode de transmission de l'information.

À moins d'avis de contraire, les échantillons soumis à l'essai d'aptitude doivent être traités de la même manière que les échantillons analysés façon routinière. Toute preuve démontrant qu'un laboratoire n'a pas réalisé les analyses selon les procédures habituelles pourra conduire à un avis de sous-traitance et à une reprise de l'essai d'aptitude.

Une vérification des résultats d'essais d'aptitude est effectuée lors des évaluations sur site. Le laboratoire doit démontrer que les analyses ont été réalisées selon les méthodes habituelles, pour lesquelles des données de validation sont disponibles.

2.2 Échantillons soumis à l'essai d'aptitude

Le Centre d'expertise prépare des échantillons similaires aux échantillons analysés de façon routinière par les laboratoires participants. Pour les analyses agricoles et dans le secteur de la microbiologie de l'air, la préparation et la validation des échantillons sont réalisées en collaboration avec des organismes externes.

Dans le secteur de l'environnement, la préparation des échantillons soumis à l'essai d'aptitude tient compte des concentrations indiquées dans la réglementation et dans d'autres documents normatifs et elle est effectuée à partir des milieux évalués (eau potable, eaux usées, sols, déchets, air, etc.). Avant que les échantillons ne soient expédiés, la justesse des concentrations est validée. Pour les analyses agricoles et en microbiologie de l'air, les spécialistes des secteurs concernés conviennent du contenu des échantillons et de leur niveau de concentration, le cas échéant.

En plus de la validation des concentrations, le Centre d'expertise s'assure de l'homogénéité et de la stabilité des échantillons pour garantir le succès de chaque essai d'aptitude. Lorsque le délai de conservation est critique, les laboratoires participants sont avisés du moment de l'analyse en vue de préserver la qualité des échantillons.

Si le Centre d'expertise n'est pas en mesure de valider les concentrations ou de vérifier l'homogénéité et la stabilité des échantillons, un laboratoire accrédité par le MELCCFP peut alors être employé à cette fin.

L'expédition des échantillons soumis à l'essai d'aptitude est effectuée par un transporteur qui est en mesure d'assurer le service dans les délais requis. Une attention particulière est accordée au maintien de la stabilité des échantillons. Des matériaux d'emballage adéquats sont utilisés, ainsi que des agents réfrigérants, au besoin. Le Centre d'expertise respecte en tout temps la réglementation en vigueur en ce qui concerne le transport des échantillons.

À la réception des échantillons par le laboratoire participant, s'il manque des échantillons, ou si des contenants sont cassés ou présentent des fuites, le laboratoire doit informer son agent de programme dans un délai de 24 heures. De nouveaux échantillons lui sont alors acheminés sans frais.

3. Réalisation des analyses

À la réception des échantillons soumis à l'essai d'aptitude, les laboratoires participants procèdent aux analyses en utilisant les méthodes indiquées dans leur dossier d'accréditation tout en respectant les délais impartis et les instructions liées aux essais d'aptitude.

Lorsqu'un problème survient au cours des analyses, le laboratoire participant peut communiquer avec l'agent de programme pour signaler les difficultés éprouvées ou toute autre situation problématique. Ces renseignements sont consignés dans des formulaires prévus à cet effet.

Si un événement nécessitant le remplacement d'un échantillon se produit au cours de l'analyse en laboratoire, une demande écrite décrivant la situation doit être transmise à l'agent de programme. Lorsque

cela est possible, un nouvel échantillon ou une nouvelle série d'échantillons sont acheminés au laboratoire et facturés selon les coûts prévus pour la reprise d'essais d'aptitude (voir le document *Tarification relative au Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse* [DR-12-PALA-TARIF]⁽⁴⁾).

4. Traitement de l'information

Les résultats analytiques générés par les essais d'aptitude nécessitent un processus de traitement comprenant les étapes suivantes : la collecte des données, le traitement des résultats analytiques, le rejet d'échantillons, puis la présentation statistique des résultats et la démonstration des tendances.

4.1 Collecte des données

Les résultats analytiques des laboratoires participants sont enregistrés dans un formulaire électronique élaboré pour l'essai d'aptitude. Les numéros internes d'identification des méthodes utilisées par les laboratoires doivent également être inscrits dans le formulaire.

Le laboratoire doit respecter les modalités d'expression des résultats d'analyse indiquées dans les instructions, telles que le nombre de chiffres significatifs correspondant à la précision de la méthode utilisée et les unités pertinentes.

Le formulaire électronique, dans lequel est clairement indiqué le nom du superviseur du laboratoire, est transmis au Centre d'expertise par courrier électronique avant l'échéance prévue. Les résultats reçus après cette date seront refusés et un avis de sous-traitance sera transmis au laboratoire conformément au document *Modalités d'accréditation* (DR-12-SCA-05)⁽⁵⁾.

À la réception des formulaires, un accusé de réception est expédié au laboratoire et une vérification est effectuée pour s'assurer que l'information est complète. Dans le cas contraire, un agent de programme communique avec le laboratoire concerné pour recueillir les renseignements manguants.

4.2 Traitement des résultats analytiques

Le traitement des résultats analytiques quantitatifs peut s'effectuer de plusieurs façons. Généralement, la valeur attendue est déterminée à partir d'une valeur de consensus et la démarche suivante est appliquée :

- Les données sont classées en ordre croissant:
- Une évaluation sommaire est réalisée;
- Un ou plusieurs tests de rejet sont effectués pour éliminer les résultats aberrants;
- Le test de Shapiro-Wilk est effectué pour déterminer si la distribution des résultats s'apparente à une loi normale;
- La valeur attendue est déterminée;
- L'écart attendu est déterminé;
- La valeur et l'écart attendus sont ensuite utilisés pour le calcul de la cote Z.

4.2.1 Analyse sommaire des résultats

Les résultats obtenus par les laboratoires sont compilés et examinés rapidement pour déterminer la présence de valeurs discutables. Ces valeurs sont très souvent éliminées avant la poursuite de l'analyse des résultats.

4.2.2 Élimination des résultats aberrants

Les résultats sont soumis aux tests de rejet pour éliminer par calcul les résultats aberrants. Un résultat aberrant est, par définition, un résultat différent de l'ensemble des autres données d'une distribution. Ces résultats ont parfois beaucoup d'influence sur les paramètres « moyenne » et « écart type » d'une distribution de données, mais aucune sur le paramètre statistique « médiane ».

Le test de rejet est appliqué selon la démarche suivante :

- Le test de Dixon avec un seuil de confiance de 95 % est utilisé pour la détermination et le rejet des résultats aberrants:
- La médiane et l'écart type sont calculés à partir des valeurs restantes;
- Les résultats à l'extérieur de deux écarts types sont éliminés;
- Si le nombre de participants est supérieur à 40, un test robuste tel que l'algorithme A est utilisé (annexe 1).

4.2.3 Test de Shapiro-Wilk

Ce test est utilisé pour déterminer la normalité d'une distribution de résultats. Il est effectué pour chaque série de résultats. Le résultat obtenu détermine le choix de la moyenne ou de la médiane pour la valeur attendue.

4.2.4 Détermination des valeurs attendues

La méthode utilisée pour déterminer les valeurs attendues est indiquée dans le rapport d'évaluation.

Les valeurs attendues sont déterminées selon l'une des méthodes suivantes :

• L'utilisation de matériaux de référence certifiés

La valeur attendue correspond à la concentration certifiée d'une substance d'intérêt dans un matériau de référence certifié (MRC) par un organisme reconnu. Le certificat délivré par le fabricant présente les valeurs attendues pour chaque paramètre analytique d'intérêt dans le matériau utilisé pour l'évaluation.

L'utilisation d'une valeur de consensus

Lorsqu'un échantillon préparé par le Centre d'expertise est destiné à 10 participants ou plus, la valeur attendue provient d'un traitement statistique de l'ensemble des résultats.

En présence d'une distribution s'apparentant à une loi normale (selon le test de Shapiro-Wilk), la médiane des résultats de l'ensemble des laboratoires après l'application des tests de rejet décrits à la section 4.2.2 devient la valeur attendue.

En présence d'une distribution ne s'apparentant pas à une loi normale (selon le test de Shapiro-Wilk), la moyenne arithmétique des résultats de l'ensemble des laboratoires après l'application des tests de rejet décrits à la section 4.2.2 devient la valeur attendue.

L'utilisation de la valeur de préparation

Lorsqu'un échantillon préparé par le Centre d'expertise est transmis à un nombre de participants inférieur à 10, la valeur attendue correspond à la valeur de préparation validée par des analyses réalisées par les laboratoires du Centre d'expertise ou par un autre laboratoire de référence.

En microbiologie de l'eau et des matières solides, la valeur de préparation correspond à la valeur de validation obtenue par la moyenne des résultats d'au moins cinq réplicats analysés par le laboratoire de référence, la même journée que les laboratoires participant à l'essai d'aptitude.

4.2.5 Arrondissement de la valeur attendue et de l'écart attendu

À moins d'indication contraire dans le rapport, les valeurs attendues et les écarts attendus sont arrondis selon la règle suivante :

Chiffre	Nombre de chiffres après la virgule
> 0 et ≤ 0,001	5
> 0,001 et ≤ 0,1	4
> 0,1 et ≤ 1	3
> 1 et ≤ 10	2
> 10 et ≤ 50	1
> 50	0

4.2.6 Détermination des écarts attendus

Les écarts attendus (EA) sont utilisés pour calculer le pointage de chaque échantillon analysé dans le cadre d'un essai d'aptitude.

Les écarts attendus sont déterminés en utilisant l'une des méthodes suivantes :

• Le critère de variation relatif

Les valeurs du critère de variation relatif (CVR) sont principalement déterminées à partir des données statistiques des essais d'aptitude antérieurs. Pour certains paramètres, le CVR est déterminé en évaluant les conditions et les exigences particulières relatives aux méthodes d'analyse.

Les CVR utilisés dans les secteurs de la chimie et de la toxicologie sont estimés pour chaque paramètre évalué et sont présentés dans le document *Critères de variation relatifs* (DR-12-CVR)⁽⁶⁾.

En microbiologie de l'eau et des matières solides, des équations de régression sont utilisées pour calculer les CVR requis pour l'évaluation des résultats. Ces équations sont présentées dans le document DR-12-CVR.

La détermination d'un écart attendu, dans le cas d'une série de résultats analytiques, est obtenue par la formule suivante :

Écart attendu = Valeur attendue × CVR

L'écart type de la distribution

L'écart type est calculé à partir d'une série de résultats retenus pour un échantillon après l'application des tests de rejet. L'écart type obtenu correspond à l'écart attendu pour cette série de résultats. L'écart type de la distribution est utilisé lorsque l'échantillon soumis à l'essai d'aptitude ne présente pas l'homogénéité nécessaire pour permettre l'utilisation des CVR.

4.2.7 Calcul de la cote Z

La cote Z est calculée de la façon suivante :

$$Cote\ Z = \frac{X - VA}{EA}$$

où X : Résultat du laboratoire

VA: Valeur attendue EA: Écart attendu

La cote Z calculée permet d'établir le pointage relatif à la performance des laboratoires participants.

4.2.8 Évaluation de la performance

Le Centre d'expertise évalue la performance de chaque laboratoire participant en procédant au calcul du pointage, pour chaque échantillon, à l'aide du tableau suivant :

COTE Z	POINTAGE
Z ≤ 1	5
1 < Z ≤ 2	4
2 < Z ≤ 3	3
Z > 3	0

La note, en pourcentage, est ensuite calculée à l'aide des formules suivantes :

Note par paramètre (%) =
$$\frac{\text{Total des points}}{\text{Nombre d'échantillons}} \times \frac{100}{5}$$

Pour les analyses en chimie, un résultat de 0 est traité comme si le laboratoire n'avait pas transmis de résultat. Celui-ci obtient ainsi une note de 0 pour l'échantillon. Si la valeur fournie par le laboratoire est précédée du symbole « < » ou « > », il obtient une note de 0, si la valeur attendue se situe entre les minima et les maxima prévus dans le document DR-12-CVR.

4.3 Traitement des résultats analytiques qualitatifs

Le traitement des résultats qualitatifs varie selon le type d'analyse, soit les méthodes de « présence/absence » ou les méthodes d'identification.

4.3.1 Méthodes de « présence/absence »

4.3.1.1. Analyse sommaire des résultats

Les résultats obtenus par les laboratoires sont compilés et examinés rapidement pour déterminer la présence de résultats aberrants. Ces résultats sont évalués afin de déterminer si des problèmes sont survenus lors de la préparation des échantillons d'essais d'aptitude.

4.3.1.2. Détermination des résultats attendus

Le résultat attendu est déterminé par la valeur de préparation du paramètre ciblé dans l'échantillon. Dans le cas où tous les résultats obtenus par les laboratoires participants sont différents de la valeur de préparation pour un échantillon donné, une vérification interne est effectuée. S'il y a lieu, le résultat obtenu par les laboratoires pourra être retenu.

4.3.1.3. Calcul du pointage

Pour chaque échantillon, le pointage est de 5 lorsque le résultat transmis par le laboratoire correspond au résultat attendu. Il est de 0 lorsque le résultat transmis par le laboratoire ne correspond pas au résultat attendu.

4.3.1.4. Évaluation de la performance

La note, en pourcentage, est ensuite calculée à l'aide des formules suivantes :

4.3.2 Méthodes d'identification en microbiologie de l'air

4.3.2.1. Analyse sommaire des résultats

Les résultats obtenus par les laboratoires sont compilés et examinés rapidement pour déterminer la présence de résultats aberrants. Ces résultats sont évalués afin de déterminer si les problèmes proviennent des échantillons soumis à l'essai d'aptitude.

4.3.2.2. Détermination des valeurs attendues

Les valeurs attendues correspondent au genre et à l'espèce du microorganisme sélectionné et transmis pour identification au laboratoire. Si tous les laboratoires participants obtenaient un résultat différent de la valeur de préparation pour un échantillon donné, une vérification interne serait effectuée. S'il y a lieu, le résultat obtenu par les laboratoires sera retenu.

4.3.2.3. Calcul du pointage - Identification de microorganismes

Le pointage est attribué selon la justesse de l'identification par le laboratoire. Les barèmes suivants sont utilisés :

- Un pointage de 10 est attribué lorsque le laboratoire identifie adéquatement le genre et l'espèce du microorganisme inconnu soumis;
- Un pointage de 9 est attribué lorsque le laboratoire identifie adéquatement le genre seulement du microorganisme inconnu soumis;
- Un pointage de 8 est attribué lorsque le laboratoire identifie le genre et l'espèce du microorganisme inconnu, mais que seule l'identification du genre est adéquate;
- Un pointage de 0 est attribué lorsque ni l'identification du genre, ni celle de l'espèce du microorganisme inconnu ne sont adéquates.

4.3.2.4. Évaluation de la performance

Note par paramètre (%) =
$$\frac{\text{Total des points}}{\text{Nombre d'échantillons}} \times \frac{100}{5}$$

4.4 Rejet d'échantillon

Lors de la compilation des résultats d'un essai d'aptitude, il est possible de rejeter un échantillon pour le calcul de la note finale d'un laboratoire. Les causes de rejet sont notamment liées à la stabilité des échantillons ou à une maîtrise inadéquate des méthodes analytiques.

Lorsque le Centre d'expertise prend la décision de rejeter un échantillon, la raison du rejet est décrite dans le rapport d'essai d'aptitude. L'échantillon n'est pas retenu lors de l'évaluation finale, mais toutes les valeurs des participants sont présentées dans le rapport.

4.5 Présentation statistique et tendances

La présentation statistique des résultats d'un essai d'aptitude permet d'obtenir rapidement un aperçu du rendement de l'ensemble des laboratoires qui participent à cet essai. Les présentations statistiques sont utilisées au besoin pour démontrer visuellement les tendances. Différents types de présentation graphique peuvent être utilisés, dont :

- La présentation des coefficients de variation par échantillon;
- La somme des cotes Z;
- La somme des valeurs absolues des cotes Z.

5. Interprétation des données

L'interprétation des données est principalement basée sur le traitement statistique, tel qu'il a été décrit précédemment. Cependant, certaines données obtenues lors des essais d'aptitude peuvent avoir été influencées par des problèmes survenus lors du transport des échantillons, durant leur conservation ou au moment de l'analyse. Dans ces cas, l'interprétation finale des données tient compte de tous ces facteurs.

6. Rapport

Le rapport d'essais d'aptitude est rédigé lorsque toutes les données du traitement de l'information sont disponibles et qu'elles ont été interprétées correctement. Le rapport permet de donner une vue globale de la performance des laboratoires participants pour chacun des domaines et des paramètres, de façon anonyme, tout en permettant à chacun de connaître sa propre performance en se référant à un numéro confidentiel.

Quant aux essais préliminaires, le rapport est individualisé et donne une interprétation appropriée.

Seule la version finale du rapport d'essais d'aptitude est fournie aux laboratoires participants. Aucune valeur attendue n'est diffusée avant l'envoi du rapport final.

Le rapport d'essais d'aptitude est disponible au plus tard deux mois suivant la réception des résultats fournis par les laboratoires participants. Cependant, lorsqu'un laboratoire ne satisfait pas aux exigences du programme d'accréditation, il en est avisé dans les meilleurs délais.

7. Suivi des essais d'aptitude

Le rapport d'essais d'aptitude est un outil précieux pour la gestion des programmes d'accréditation.

Le document DR-12-SCA-05 décrit les critères de réussite d'un essai d'aptitude par les laboratoires accrédités dans le cadre du programme d'accréditation, de même que les règles applicables lors d'un échec.

7.1 Complicité entre les participants et falsification des résultats

Bien que les essais d'aptitude soient utilisés par les participants pour améliorer leur performance, il est possible que certains d'entre eux soient tentés de donner une fausse impression de leur capacité analytique.

La complicité entre les participants et la falsification des résultats vont à l'encontre de l'éthique professionnelle. Cette conduite annule les bénéfices engendrés par ces essais pour les laboratoires participants et le Centre d'expertise.

Par conséquent, les laboratoires accrédités s'engagent à respecter les règles applicables aux essais d'aptitude en signant le formulaire d'engagement lors de la demande d'accréditation et renouvellent chaque fois cet engagement en remplissant et en transmettant par courrier électronique le formulaire de transmission des résultats du projet d'essais d'aptitude. Les laboratoires qui ne respectent pas cet engagement se verront appliquer les sanctions prévues dans le document DR-12-SCA-05.

7.2 Révision des essais d'aptitude

Un mécanisme de révision des conclusions des rapports d'essais d'aptitude existe pour les laboratoires accrédités participants qui pourraient se sentir lésés ou mal évalués. Le cas échéant, les laboratoires doivent informer leur agent de programme dans un délai maximal de trente jours suivant la réception du rapport. Celui-ci entreprendra les démarches qui s'imposent pour effectuer les vérifications et les corrections nécessaires, le cas échéant.

Dans le cas où la décision ne satisfait pas un laboratoire, une plainte peut être formulée au directeur de l'accréditation et de la qualité du Centre d'expertise.

Les laboratoires sont encouragés à fournir des commentaires visant à améliorer les essais d'aptitude. Positifs ou négatifs, ces commentaires sur le programme d'essais d'aptitude seront analysés lors de la revue de direction et, au besoin, des actions seront entreprises.

7.3 Comité de révision des essais d'aptitude

Ce comité ad hoc est composé du personnel impliqué dans la préparation des essais d'aptitude et du personnel de la Division des programmes d'accréditation. Il procède à l'analyse des résultats obtenus par les laboratoires qui participent à chaque projet d'essais d'aptitude.

Le comité s'assure également que les programmes d'essais d'aptitude répondent toujours aux besoins pour lesquels ils ont été mis en œuvre. Pour ce faire, il documente les anomalies et les situations particulières rencontrées à la suite de l'examen et de la compilation des résultats des laboratoires participants. Les problèmes peuvent toucher :

- la sélection des paramètres évalués;
- les coefficients de variation relatifs;
- l'identification des difficultés appréhendées lors de la préparation ou de l'obtention d'échantillons homogènes ou stables;
- l'évaluation des commentaires sur tout problème technique soulevé par les participants.

Définitions

Accréditation : Reconnaissance de l'aptitude et de l'habilité d'un laboratoire à effectuer des analyses dans un domaine précis.

Activités de surveillance de la qualité : Ensemble des moyens de vérification utilisés (évaluations sur site et essais d'aptitude) pour s'assurer de l'aptitude d'un laboratoire à effectuer des analyses dans le cadre du Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse.

Analyse : Opération technique consistant à déterminer la concentration ou la présence d'une substance dans un milieu.

Champ d'accréditation : Regroupement de domaines d'accréditation en fonction d'un milieu étudié et d'un secteur analytique.

Domaine d'accréditation: Désignation d'un paramètre ou d'un regroupement de paramètres d'analyse en raison de leur affinité analytique, de leur complémentarité, du milieu étudié et des exigences réglementaires qui y sont associées.

Échantillon soumis à l'essai d'aptitude : Échantillon aux caractéristiques prédéterminées (stabilité, homogénéité, etc.) présentant des valeurs de référence établies et utilisé dans les essais d'aptitude des laboratoires.

Essai d'aptitude : Activité structurée en programmes (ex. : microbiologie de l'eau, chimie de l'air) et en campagnes (ex. : microbiologie de l'eau potable [MEP], toxicologie de l'eau [TEU]) et permettant de vérifier la compétence d'un laboratoire par l'entremise de comparaisons interlaboratoires.

Laboratoire de référence : Laboratoire utilisé pour valider les échantillons soumis à l'essai d'aptitude.

Laboratoire participant : Laboratoire devant participer aux campagnes d'essais d'aptitude.

Matériaux de référence certifiés : Matériaux ou substances dont une ou plusieurs propriétés sont suffisamment bien définies pour qu'on les utilise pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesure ou l'attribution de valeurs aux matériaux.

Références

- (1) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse : normes et exigences* (DR-12-PALA), Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs, 2012, 77 p.
- (2) ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION. Évaluation de la conformité Exigences générales concernant les essais d'aptitude, première édition, Genève, ISO, 2010, 39 p. (Norme internationale ISO/CEI 17043).
- (3) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. Champs et domaines d'accréditation en vigueur (DR-12-CDA), Québec, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2022, 43 p.
- (4) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Tarification relative au Programme d'accréditation des laboratoires d'analyse* (DR-12-PALA-TARIF), Québec, ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2022.
- (5) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Modalités d'accréditation* (DR-12-SCA-05), Québec, ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2017, 20 p.
- (6) CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Critères de variation relatifs* (DR-12-CVR), Québec, ministère du de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2022, 28 p.

Bibliographie

DIXON, W. J. « Processing data for outliers », dans Biometrics, 1953, vol. 9, n° 1, p. 74-89.

DIXON, W. J. « Simplified estimation from censored normal sample », *Ann. Math. Stat.*, 1960, vol. 31, p. 385-391.

Annexe 1 - Analyse robuste : algorithme A1

Cet algorithme donne des valeurs robustes de la moyenne et de l'écart type des données auxquelles il s'applique.

Désigner les p éléments de données, rangés en ordre croissant, par :

$$X_1. X_2.... X_i.... X_p$$

Désigner par x^* et s^* la moyenne robuste et l'écart type robuste de ces données.

Calculer les valeurs initiales de x^* et de s^* par :

$$x^* = \text{médiane de } x_i \ (i = 1, 2, ..., p)$$

$$s^* = 1,483$$
 médiane de $|x_i - x^*|$ $(i = 1, 2, ..., p)$

Mettre à jour les valeurs de x^* et de s^* comme suit. Calculer :

$$\delta = 1.5s^*$$

Pour chaque valeur x_i (i = 1, 2, ..., p), calculer :

$$x^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \operatorname{si} x < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \operatorname{si} x < x^* + \delta \end{cases}$$

$$x^* = \begin{cases} x + \delta, & \operatorname{si} x < x^* + \delta \\ x, & \operatorname{sinon} \end{cases}$$

Calculer les nouvelles valeurs de x* et de s* par :

$$x^* = \sum_{i} x_i^* / p$$

$$s* = 1,134 \sqrt{\sum_{i} (x_{i}^{*} - x_{i}^{*})^{2} / (p-1)}$$

Où la sommation se fait sur i.

Les estimations robustes x^* et de s^* peuvent être déduites par un calcul par itération, c'est-à-dire en mettant à jour plusieurs fois les valeurs de x^* et de s^* en utilisant les données modifiées, jusqu'à ce que le processus converge. On peut supposer que la convergence est assurée lorsque le troisième chiffre significatif de l'écart type robuste et de la moyenne robuste ne change plus d'une itération sur l'autre. C'est une méthode facile à programmer sur un ordinateur.

¹ Tiré d'ISO 13528 : 2015, *Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires*, annexe C. 3 « Analyse robuste : Algorithme A ».



