

COMMENT SÉLECTIONNER DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE (CERTIFIÉS)

Février 2020

Auteur : Giovanni Emma
Commission européenne - Centre commun de recherche
Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgique
E-mail : giovanni.emma@ec.europa.eu

Les matériaux de référence (MR) et les matériaux de référence certifiés (MRC) sont limités, parfois coûteux et ne conviennent pas toujours pour tous les usages prévus lors d'un processus de mesure.

Cette note d'application vise à familiariser les utilisateurs finaux à la sélection des (MR(C) appropriés, et à les aider ainsi à les utiliser correctement.

INTRODUCTION

Les matériaux de référence (MR) et/ou les matériaux de référence certifiés (MRC) sont peu disponibles en raison du nombre limité de producteurs de matériaux de référence. En outre, un MR(C) donné peut n'être utilisé qu'à une seule fin lors d'un mesurage spécifique et son adéquation doit toujours être vérifiée. Cela explique pourquoi le processus de sélection d'un matériau de référence (certifié) est difficile et nécessite parfois de faire des compromis.

Toutefois, il existe certaines lignes directrices pour faciliter ce choix et la présente note d'application tente de les présenter. On peut les résumer en trois étapes :

1. Définir l'utilisation prévue du MR(C)
2. Vérifier toutes les informations disponibles
3. Vérifier la disponibilité du MR(C) sélectionné dans votre région.

1. DEFINIR L'UTILISATION PREVUE DU MR(C)

Les MR et/ou les MRC peuvent être utilisés à plusieurs fins dans un processus de mesure. Il s'agit notamment de l'étalonnage et de l'établissement de la traçabilité métrologique, de la validation des méthodes (justesse et précision), du contrôle de la qualité et de l'attribution de valeurs à d'autres matériaux.

La première étape de la sélection d'un MR(C) consiste donc à identifier l'utilisation prévue, notamment parce que tous les matériaux ne conviennent pas à toutes les différentes applications. Les aspects clés sont la définition du mesurande, la valeur de la grandeur avec son incertitude et sa traçabilité et le type de matériau (à matrice ou substance pure).

Définition du mesurande

Si certains mesurandes sont définis de manière structurelle (le plomb, c'est le plomb), d'autres sont définis par une méthode spécifique (par exemple, l'activité enzymatique telle que mesurée par la procédure de référence de l'IFCC à 37°C ; la ténacité de

l'acier face au choc telle que mesurée par la norme ISO-148). La définition du mesurande est décrite dans le document accompagnant le MR(C). La définition du mesurande dans le MR(C) doit correspondre à la définition de la méthode pour laquelle le MR(C) doit être utilisé.

Valeur de la grandeur, incertitude et traçabilité

Les normes relatives aux systèmes de qualité des laboratoires, comme la norme ISO/CEI 17025 ou ISO 15189, exigent que les résultats des mesures soient traçables sur le plan métrologique. Pour établir la traçabilité métrologique, un MRC comportant un rapport concernant la traçabilité métrologique est requis. Le rapport comprend la définition de l'identité (le mesurande) et de la valeur de la grandeur. Le MRC est ainsi relié à une norme métrologique, qui peut être soit le SI (Système international d'unités), soit toute autre échelle conventionnelle (échelles arbitraires basées sur les valeurs assignées aux MRC dans les spécifications standards, les recommandations internationales ou d'autres documents de référence).

Après avoir vérifié que le MRC est adapté à l'utilisation prévue, il est important de vérifier que la valeur de la grandeur et son incertitude sont celles souhaitées. La valeur de la grandeur doit se situer dans l'intervalle de travail de la méthode et son incertitude doit être adaptée au but pour lequel le MRC sera utilisé. Il est toujours important de garder à l'esprit que l'incertitude du MRC sera incluse dans l'incertitude finale du résultat obtenu par cette méthode. Par conséquent, si le MRC est utilisé pour des applications telles que l'étalonnage, l'attribution de valeurs à d'autres matériaux ou l'évaluation de la justesse, l'incertitude doit être aussi faible que possible ou, idéalement, inférieure à toute autre contribution à l'incertitude. Pour d'autres applications, telles que l'évaluation de la

fidélité ou le contrôle de la qualité, il suffit d'avoir un MR(C) suffisamment homogène.

MR(C) à substance pure ou à matrice

Pour l'étalonnage de l'étape de mesurage d'une méthode ou pour l'attribution de valeurs à d'autres matériaux (pratiques répandues qui comprennent des méthodes de préparation d'étalons), on utilise normalement un MRC à substance pure. Les substances pures se caractérisent par leur pureté chimique et d'autres propriétés physiques. Parfois, pour certaines techniques telles que le XRF ou l'ICP-AES, un MRC à matrice est nécessaire. Cela se produit lorsque la matrice a un impact pendant le processus de mesure des analytes.

À d'autres fins, telles que la validation des méthodes (évaluation de la justesse et de la fidélité) et le contrôle de la qualité, il est nécessaire de disposer de valeurs certifiées métrologiquement traçables. Pour éviter de rompre la chaîne de traçabilité, dans la plupart des opérations, un MRC à matrice est préféré. Le champ d'application de la méthode utilisée comprend idéalement la matrice du MRC. Si ce n'est pas le cas, il existe des outils pour guider les utilisateurs finaux dans l'identification d'un MRC à matrice approprié. L'un d'entre eux est le triangle graisses-protéines-glucides de l'AOAC qui peut être utilisé pour évaluer la similarité des différents MRC dans la matrice alimentaire (Wolf et Andrews 1995 ; Philips et al., 2013).

2. VERIFIER TOUTES LES INFORMATIONS DISPONIBLES

La deuxième étape de la sélection d'un MR(C) consiste à vérifier toutes les informations disponibles. Les informations concernant l'incertitude du MRC, la stabilité du MR(C), le rapport de traçabilité, l'assurance de la qualité, le processus de production, les mesurages et le traitement des données doivent être incluses dans le certificat du MR(C), dans le rapport de certification ou dans les deux.

Toutes les informations communiquées dans le rapport sont essentielles et doivent être soigneusement vérifiées avant de se procurer un MR(C).

L'incertitude finale du MRC doit avoir été calculée conformément au Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure - GUM (Guide ISO/CEI 98-3), comme le prévoit le Guide ISO 35. Ce document fournit également des orientations spécifiques pour les évaluations de l'homogénéité, de la stabilité et de la caractérisation lors de la certification des MR(C).

La stabilité est un paramètre important à prendre en compte si le MR(C) doit être utilisé à des fins de contrôle de la qualité, comme les cartes de contrôle, car dans ce cas un matériau est utilisé sur une période plus longue.

Le rapport de traçabilité doit avoir été clairement réalisé et il doit permettre aux utilisateurs finaux de discerner la définition de l'identité et la valeur de la grandeur du MRC en question.

Les informations relatives à l'assurance de la qualité doivent permettre aux utilisateurs finaux de vérifier qu'un producteur de MR compétent a produit le MR(C). Selon la norme ISO/IEC 17025, l'accréditation du producteur de matériaux de référence selon la norme ISO 17034 (norme qui fixe les exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence) est considérée comme une preuve de compétence. Pour les producteurs non accrédités, une preuve supplémentaire, au moins du respect de la norme ISO 17034, doit être obtenue pour permettre aux utilisateurs finaux d'évaluer le système de qualité du fabricant.

Enfin, les détails du processus de production, ainsi que des mesurages et du traitement des données, doivent être transparents car ils peuvent influencer le choix du matériau.

3. VERIFIER LA DISPONIBILITE DANS LA REGION

La dernière étape importante dans la sélection d'un MR(C) est de vérifier sa disponibilité dans la région. Il faut toujours vérifier cela avec le producteur de matériel de référence et/ou le distributeur local. Certains matériaux, en particulier ceux produits à partir d'organismes génétiquement modifiés ou de bétail, pourraient faire l'objet de restrictions dans certains pays et/ou être bloqués aux douanes dans des conditions de stockage non optimales.

OÙ TROUVER DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE (CERTIFIÉS)

Les MR et/ou les MRC se trouvent dans :

- Les catalogues de référence des producteurs de matériaux, par exemple <https://crm.jrc.ec.europa.eu>
- Les catalogues des distributeurs de produits chimiques
- Les bases de données en ligne, par exemple www.comar.bam.de

RESUME

Le tableau ci-dessous donne un aperçu des propriétés requises pour les différentes applications d'un MR :

	Étalonnage de la méthode	Validation de la méthode : justesse	Validation de la méthode : fidélité	Contrôle de routine de la qualité	Attribution de valeurs à d'autres matériaux
Définition du mesurande	Similaire à celle de la méthode utilisée	Similaire à celle de la méthode utilisée	Non pertinent ¹⁾	Non pertinent ¹⁾	Similaire à celle de la méthode utilisée
Valeur de la grandeur	Dans les limites de la méthode de travail	Dans les limites de la méthode de travail	Dans les limites de la méthode de travail	Dans les limites de la méthode de travail	Dans les limites de la méthode de travail
Incertitude	Aussi faible que possible	Idéalement plus faible que les autres contributions à l'incertitude	L'homogénéité est meilleure que la variation inter-cycle	L'homogénéité est meilleure que la variation inter-cycle	Aussi faible que possible
Traçabilité de la valeur attribuée	Similaire à celle de la méthode utilisée	Similaire à celle de la méthode utilisée	Non pertinent ¹⁾	Non pertinent ¹⁾	Similaire à celle de la méthode utilisée
Matrice	Substance pure MR à matrice	MR à matrice	MR à matrice	MR à matrice	Substance pure MR à matrice
MRC obligatoire ou MR non certifié suffisant ?	MRC requis	MRC requis	MR non certifié suffisant, MRC possible	MR non certifié suffisant, MRC possible	MRC requis
Certificat ou fiche d'information sur le produit disponible ?	Essentiel	Essentiel	Avantageux	Avantageux	Essentiel
Autres informations disponibles ?	Très utile	Très utile	Très utile	Très utile	Très utile

¹⁾ La base de la comparaison dans le contrôle de routine de la qualité et l'évaluation de la précision consiste à comparer la valeur moyenne obtenue par le laboratoire. Par conséquent, la définition et la traçabilité des valeurs potentielles données par le producteur du MR ne sont pas pertinentes.

RÉFÉRENCES - LECTURES COMPLÉMENTAIRES

ISO Guide 33:2015, Matériaux de référence - Bonne pratique d'utilisation des matériaux de référence, Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

ISO/IEC 17025:2017, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

ISO 15189:2012, Laboratoires de biologie médicale - Exigences concernant la qualité et la compétence, Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

W. R. Wolf and K. W. Andrews, A system for defining reference materials applicable to all food matrices. *Fresen J Anal Chem* (1995) 352:73-76

M. M. Phillips et al., Standard reference materials for food analysis. *Anal Bioanal Chem* (2013) 405:4325-4335

ISO/CEI Guide 98-3, Incertitude de mesure - Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995), Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

ISO Guide 35:2017, Matériaux de référence - Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité, Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

ISO 17034:2016, Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence, Organisation internationale de normalisation, Genève, Suisse

J. S. Kane, The Use of Reference Materials: A Tutorial. *Geostand Geoanal Res* (2001) 25:7-22