

# Accréditation du Laboratoire Dubois : un développement continu

**Mirko Kipfer, Maël Jean-Mairet, Silvano Freti**  
**Laboratoire Dubois**

Rue Alexis-Marie-Piaget 50, CH – 2300 La Chaux-de-Fonds  
contact@laboratoiredubois.ch – [www.laboratoiredubois.ch](http://www.laboratoiredubois.ch)

Juin 2018

21

Bulletin SSC n° 85

Après un rappel du contexte historique et du concept d'accréditation, nous examinons le chemin parcouru par notre laboratoire de 1995 à 2018 dans la portée de son accréditation. Puis, les exigences pour valider une méthode analytique sont abordées. Finalement, nous présentons les perspectives d'extension en cours, en lien avec le développement des dernières ressources mises en place.

## Contexte historique et concept d'accréditation

Dès les années 1990, le Laboratoire Dubois a pris conscience de l'intérêt que pouvait représenter l'accréditation pour ses clients, comme en interne. La norme EN 45001:1989 spécifiait alors les critères généraux en matière de compétence technique des laboratoires d'essais. Le Laboratoire Dubois a reçu sa première accréditation en février 1995. L'OFMET, organisme d'accréditation de l'époque, a reconnu les compétences du Laboratoire Dubois dans les domaines du vieillissement climatique de l'habillement horloger et du titre or des revêtements. Cette dernière activité revêtait alors une importance particulière car en horlogerie ainsi qu'en bijouterie, le « plaqué or » était en vogue. Le Laboratoire Dubois s'était déjà distingué en développant une méthode interne originale de dissolution du revêtement or. Cette méthode avait reçu l'aval de l'organisme d'accréditation.

En 1996, le Conseil fédéral édicte l'Ordonnance sur l'Accréditation et la Désignation (OAccD). Au niveau international, la norme de référence devient ISO 17025 en mai 2000.

Le METAS succède à l'OFMET en 2001 et, en 2006, le Service d'Accréditation Suisse (SAS) devient une entité indépendante.

De quoi parle-t-on exactement? Le site [www.sas.admin.ch](http://www.sas.admin.ch) donne la définition suivante de l'accréditation: «L'accréditation

signifie la reconnaissance formelle de la compétence technique et organisatrice d'un organisme (par exemple un laboratoire) à effectuer une prestation concrète définie dans le domaine d'application de l'accréditation. La compétence est la clé de la transparence, de la confiance et de la comparabilité.»

Reprenons quelques points essentiels de cette définition.

La compétence technique dans un domaine donné, par exemple les analyses chimiques, est examinée par un expert indépendant, mandaté par le SAS. Il s'agit d'une personne reconnue pour ses compétences spécifiques des activités analytiques présentées à l'accréditation. Lors de l'audit, cet expert vérifie à la fois les connaissances métier, autrement dit le savoir-faire du personnel, la maîtrise des équipements d'essais, la documentation ainsi que la traçabilité complète de l'ensemble de l'information accumulée lors d'une analyse, de l'arrivée de l'échantillon dans le laboratoire au rapport client.

La compétence organisationnelle est examinée au niveau global de l'organisme d'une part et au niveau du personnel réalisant les essais d'autre part. Au niveau global, c'est en général l'auditeur SAS qui vérifie si les exigences de la norme ISO 17025 sont effectivement respectées. Cela comprend la gestion de la qualité, au sens usuel du terme, de manière similaire à ce qui est demandé pour une certification

ISO 9001 ou 13485. Cela inclut également la vérification de l'indépendance et de l'impartialité. Ce critère, qui n'est en général pas critique pour un laboratoire de service indépendant, est plus difficile à démontrer pour le laboratoire interne d'une entreprise de production de biens. Comment assurer de ne pas être face à un conflit d'intérêt si, par exemple, un produit n'atteint pas les caractéristiques voulues au sein du laboratoire mais que cela retarde la livraison au client ?

Au niveau du personnel réalisant les essais, il s'agit surtout de bien définir les limites du domaine d'activité de chacun ; autrement dit de clarifier qui est autorisé à faire quoi. Cela implique :

- un processus de formation, lui-même dépendant d'une hiérarchisation du niveau de compétence ;
- l'établissement d'un système de vérification de l'acquis ;
- le suivi et le contrôle de la persistance de l'acquis.

Au-delà de la qualification de base, trois éléments importants contribuent à ce processus : la formation continue, les audits internes et les essais inter-laboratoires.

La prestation concrète, au sens de la définition du SAS, peut être de nature diverse. Le plus souvent, il s'agit d'analyses selon une norme existante liée ou pas à une exigence réglementaire. Plus rarement, les procédures sont issues de développements internes au laboratoire.

L'ensemble des prestations couvertes par l'accréditation, également nommé « portée de l'accréditation », se retrouve dans un document appelé registre, accessible sur le site Internet du SAS. Chacun peut ainsi s'informer, sans ambiguïté, si la prestation qu'il demande à une date donnée, fait partie de la portée de l'accréditation.

Une prestation accréditée implique que le SAS contrôle à intervalles réguliers ladite prestation au travers d'un audit complet tous les cinq ans et de deux audits de surveillance intermédiaires. Pour un client, c'est un peu comme s'il délèguait l'examen d'un partenaire externe à une instance officielle, neutre, ce qui lui permet de renforcer sa confiance dans les résultats.

### Une démarche stratégique

Le choix des prestations présentées à l'accréditation est, dans bien des cas, un sujet stratégique dans l'évolution d'un laboratoire. Parfois, il s'agit simplement d'une demande d'un client existant, qui conditionne la poursuite de la relation commerciale. Dans d'autres circonstances, l'objectif de l'accréditation consiste à cibler un domaine spécifique de compétences, qui différencie déjà le laboratoire d'autres prestataires, afin de mieux asseoir sa crédibilité.

L'extension de notre accréditation à l'analyse d'aiguilles hypodermiques selon ISO 6874 résulte de la demande d'un acteur dans le secteur médical. Comme bien souvent dans la chaîne d'approvisionnement, c'est de l'aval qu'a été

formulée cette exigence, remontée alors par notre client. Dans ce cas, nous étions confrontés au risque (important) de le perdre ou à l'opportunité d'accroître encore notre maîtrise du domaine. Nous avons opté pour la deuxième option, qui a ainsi contribué à l'extension de notre domaine d'accréditation

Concernant les analyses chimiques des substances réglementées, la décision d'étendre notre registre à un premier pack de molécules remonte à 2015 et c'est en automne 2016 que l'extension a été obtenue. Cette démarche s'est poursuivie depuis et nous allons présenter un complément cette année encore.

Le domaine des chocs horlogers fait partie de l'ADN du Laboratoire Dubois depuis la reprise en 1985 des activités du CCF, Centre de Contrôle de la Fiabilité, réalisées auparavant par la Fédération Horlogère. Il en est résulté en particulier le protocole de vieillissement accéléré Chronofiable® A8. Identifiés en 2010 comme un domaine d'expertise technique stratégique, les tests de chocs horlogers ont été présentés en 2014 au SAS et leur accréditation a été obtenue la même année.

### La validation d'une méthode analytique

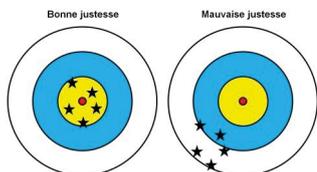


Fig. 1 : Broyage d'un bracelet avant analyses chimiques.

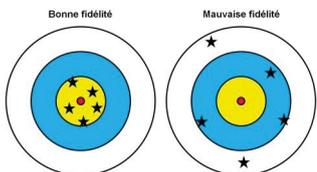
Lorsque l'on souhaite inclure une nouvelle méthode analytique dans le périmètre d'accréditation, de nombreux travaux doivent être entrepris dans le but de démontrer une connaissance technique approfondie et la maîtrise de la méthode. On parle de validation de l'ensemble des étapes généralement groupées en une partie pré-analytique et une partie analytique. Dans le cas de la détermination du chrome hexavalent dans les cuirs, la partie pré-analytique consiste à découper l'échantillon puis à l'homogénéiser, tandis que la partie analytique comprend, l'extraction, l'analyse et le calcul.

Si l'on considère uniquement l'étape d'analyse, les paramètres suivants doivent être déterminés:

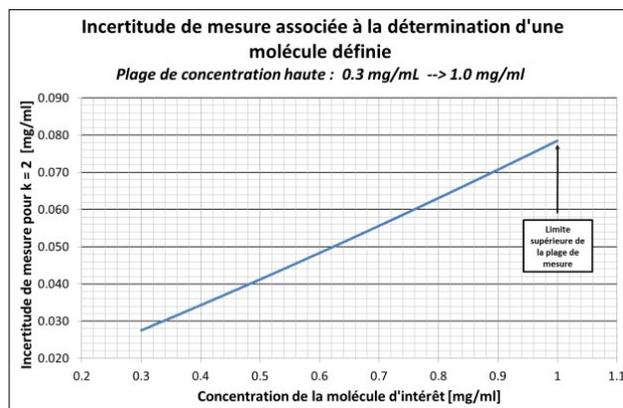
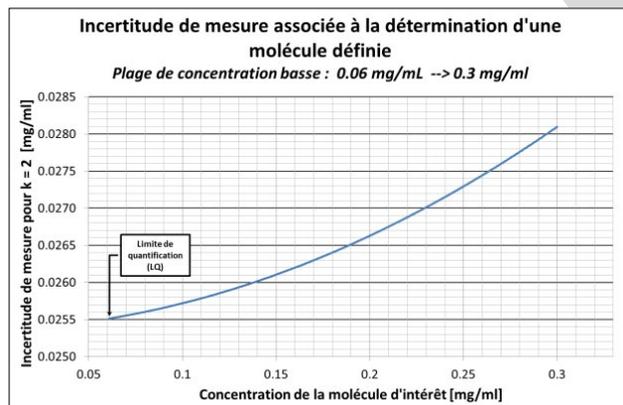
- La limite de détection et la limite de quantification. La limite de détection correspond à la concentration la plus basse d'une molécule qui produit un signal détectable et différentiable statistiquement d'une solution ne contenant pas la molécule (également appelé *blanc*). La limite de quantification est, quant-à-elle, la concentration la plus basse d'une molécule qui peut être quantifiée avec une fiabilité définie.
- Le domaine ou plage de mesure. Ce domaine correspond à l'étendue du domaine étudié et s'étend de la limite de quantification à la concentration maximale mesurable.
- Le domaine de la linéarité. Cette étude permet de démontrer le lien entre le signal obtenu par un équipement et la concentration de la molécule. Dans la majeure partie des cas, une réponse proportionnelle (linéaire) est obtenue.
- La justesse d'un résultat. Elle décrit l'écart d'une valeur obtenue par rapport à une valeur considérée comme exacte, par exemple au travers de la mesure d'une solution étalon certifiée. La justesse reflète la manière dont les valeurs sont centrées sur la valeur certifiée. Plus la justesse est faible, plus les mesures sont centrées sur la valeur cible.



- La fidélité. Cette notion intègre la répétabilité, la fidélité intermédiaire et la reproductibilité. Elle permet d'exprimer la variabilité des mesures (temps, opérateur, équipements différents). Si l'on reprend l'image de la cible, un tir groupé est synonyme d'une bonne fidélité.



- La robustesse. Elle décrit la capacité de la méthode à fournir des résultats constants dans des conditions changeantes (débit, température, masse, volume...).
- L'incertitude de mesure. Cette donnée accompagne le résultat analytique et caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient être obtenues en tenant compte de l'ensemble des étapes de la méthode. Elle doit être déterminée dans toute la plage de mesure.



La mise au point et la validation d'une méthode d'analyse, selon une norme établie, implique un nombre très important de mesures. Une validation complète ne nécessite pas moins d'une centaine de mesures, sans tenir compte des mesures nécessaires à la détermination des paramètres instrumentaux, qui doivent être figés avant le commencement de toute démarche de validation. Elles comprennent notamment la vérification de chacun des paramètres d'équipement susceptibles d'influencer le résultat d'analyse (par exemple la maîtrise du volume de prélèvement de l'extrait par le passeur d'échantillon, le contrôle du débit des fluides, etc.) et représentent donc, elles aussi, des efforts conséquents.

On le constate, le travail requis pour la validation d'une méthode comportant la détermination d'un seul constituant est déjà considérable. Il n'est donc pas difficile d'évaluer la complexité de la tâche lorsqu'une série de molécules est visée par une norme. A titre d'exemple, le dosage de certaines amines aromatiques dérivées des colorants azoïques dans des cuirs (norme ISO 17234-1) concerne 24 molécules. Pour chacune d'entre elles, tous les paramètres de validation doivent être déterminés individuellement. De plus, et c'est une particularité de cette norme, en cas de résultat positif, la présence de chacune de ces molécules doit être confirmée par une nouvelle détermination selon un autre principe analytique.



Fig. 2: Equipement de chromatographie HPLC-MS utilisé pour l'analyse des amines aromatiques.

## Perspectives

Le développement du nombre d'analyses accréditées doit s'accompagner d'un important effort au niveau des ressources. En premier lieu, il faut dégager du temps au personnel qualifié pour réaliser toutes les étapes de validation de chaque analyse, et ceci tout en maintenant l'activité du laboratoire pour ses clients. L'engagement en 2015 d'une ingénieure chimiste EPFL dédiée en grande partie à la validation des nouvelles méthodes constitue un facteur clé de cette évolution. L'intégration de nouveaux équipements début 2017 représente le second facteur décisif permettant d'élargir la palette des analyses. Ce n'est ainsi pas moins de 10 nouvelles méthodes qui seront présentées au SAS courant 2018.

Cependant, la mission du laboratoire de chimie ne se limite pas aux analyses de substances réglementées. Les investigations les plus diverses y sont menées, y compris pour le secteur horloger. L'analyse des COV ou encore la mesure de l'humidité absolue à l'intérieur d'une montre en sont deux exemples récents.

### **Le nouveau Laboratoire de Chimie**

*Fin avril 2018, après un an de travaux, le département de chimie a pris possession de ses nouveaux locaux. Ceux-ci comprennent un vaste laboratoire de préparation, trois secteurs d'analyses spécifiques, soit chromatographie liquide (HPLC/IC/HPLC-MS), analyse des métaux (AAS/ICP-OES/ICP-MS/Spark-OES/FX) et chromatographie gazeuse (GC-FID/GC-MS/Py-GC-MS) ainsi que des bureaux conviviaux.*

*Un soin particulier a été apporté à l'aspect énergétique de la construction, qui inclut un système de récupération de chaleur de l'air extrait ainsi qu'une installation solaire photovoltaïque d'une puissance nominale de 13 kW.*

*Cette extension ne vise pas seulement à disposer de locaux spécifiquement adaptés aux analyses chimiques mais également, à terme, de permettre à chaque département de l'entreprise, de bénéficier de nouveaux espaces.*

