

Approche Qualité pour la Mise au Point d'une Méthode Alternative du Dosage du Cuivre Par Spectrométrie d'absorption Atomique Electrothermique (SAA-ET) et sa Validation selon la norme NF T 90-210.



A. Darej⁽¹⁾, M. A. Nouioui⁽¹⁾, N. Chaouali^(1,2), S. Daldoul⁽¹⁾, B. Moslah⁽¹⁾, O. Smaoui⁽¹⁾, C. Messaoud⁽¹⁾, N. Ben Hadj Yahia⁽¹⁾, F. Arfaoui⁽¹⁾, D. Amira^(1,2)

¹LR12SP07, laboratoire de biologie et toxicologie, Centre Mahmoud Yacoub d'Assistance, Tunis, Tunisie.

²Faculté de pharmacie de Monastir, Tunisie.

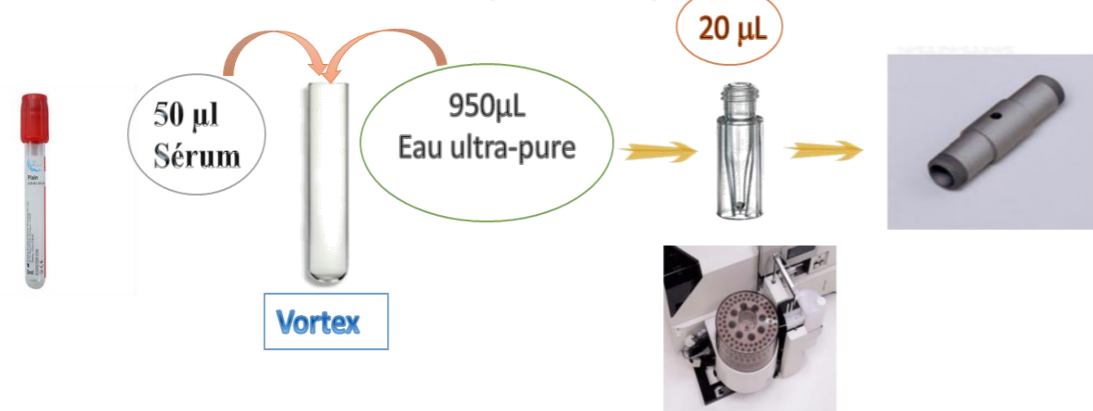


PROBLEMATIQUE

- L'analyse du cuivre est effectuée au quotidien au laboratoire du CAMU par spectromètre d'absorption atomique à flamme SAA-F.
- En réponse aux pannes récurrentes du spectromètre à flamme qui menaçaient de plus en plus la continuité d'analyse et la fiabilité des résultats, la recherche d'une solution durable était nécessaire.

MATÉRIELS ET MÉTHODES

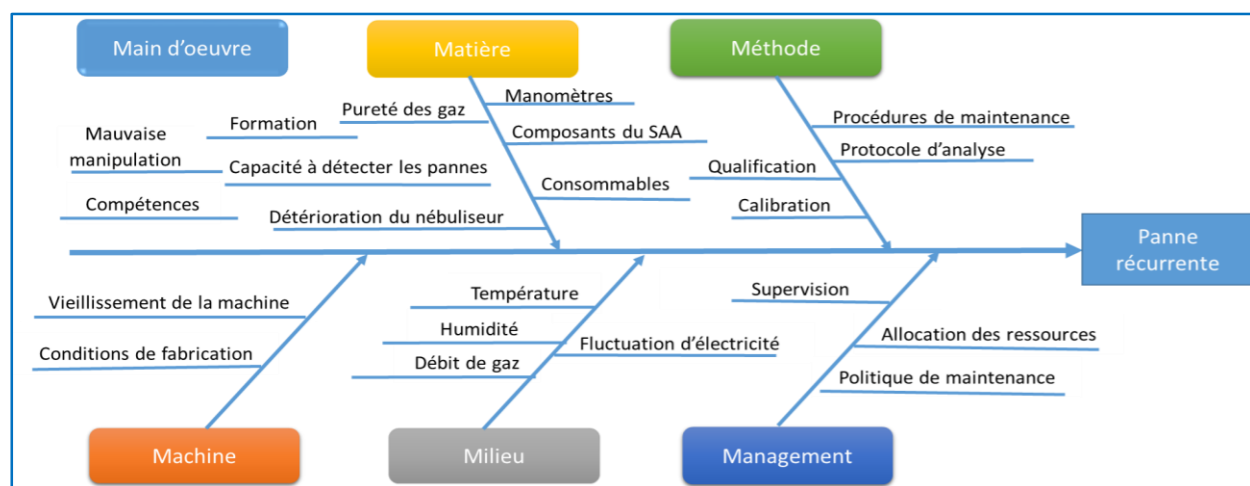
- Méthode Alternative: SAAET (Four Graphite)
- Méthode de référence: SAAF (Flamme)



RESULTS & DISCUSSION

Diagramme de cause-effet, ISHIKAWA

Ce diagramme permet de cartographier les différentes causes potentielles. Les catégories typiques incluent les facteurs humains, les méthodes, les matériaux, les machines, l'environnement et la gestion.



Matrice de criticité

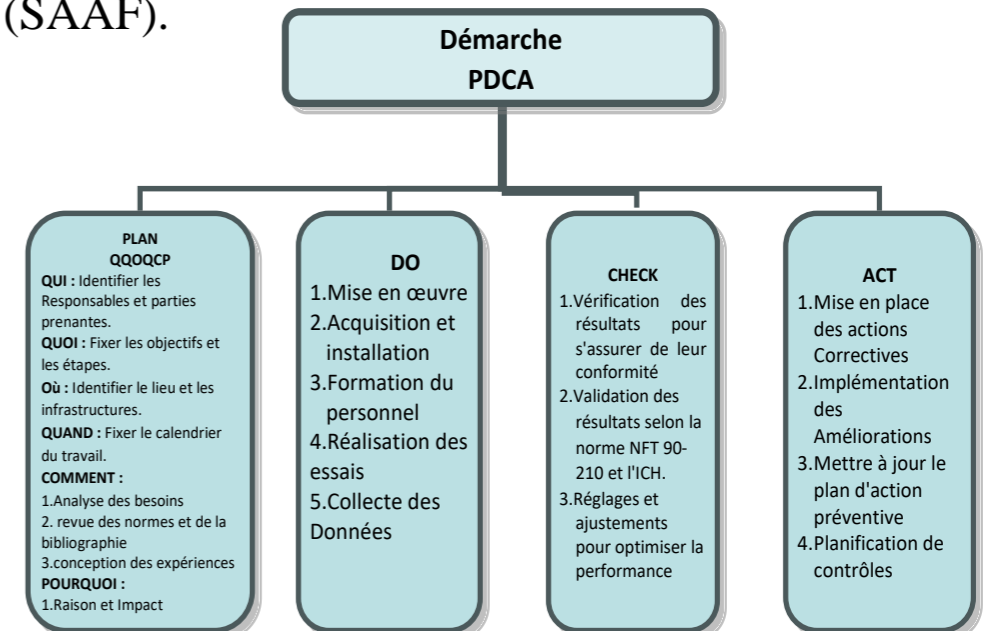
Elle permet de hiérarchiser les causes des pannes pour maximiser l'impact de actions correctives et minimiser les risques des pannes.

Cause	Impact	Probabilité	Criticité
Erreurs humaines (mauvaise manipulation) /compétence	Moyen	Moyenne	Moyenne
Qualité des consommables	Faible	Faible à Moyenne	faible
Pureté des gaz (air/acétylène)	Moyenne	Faible	Faible
Procédure de maintenance : maintenance préventive inadéquate	Elevé	Moyenne	Elevée
Méthode d'analyse	Faible à Moyenne	Faible	Moyenne
Vieillesse des composants (nébuliseurs et autres)	Elevé	Haute	Elevée
Conditions ambiantes	Faible	Faible	Faible
Fluctuation d'électricité	Moyenne à Elevé	Faible à Moyenne	moyenne

Action préventive: développer une méthode alternative robuste pour le dosage du cuivre par SAAET.

Démarche PDCA

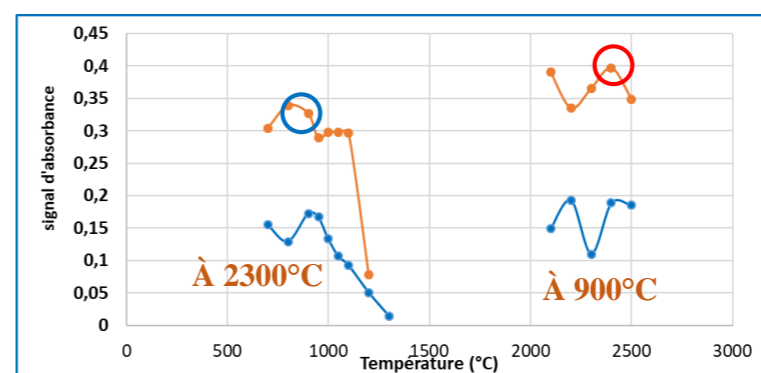
Objectif: Assurer la disponibilité d'une méthode alternative fiable pour la quantification du cuivre en cas de panne du spectromètre (SAAF).



Optimisation de la méthode

Les facteurs les plus influents du programme thermique:

- La température de décomposition
- La température d'atomisation



Optimisation en traçant les courbes de température [Approche univariante]

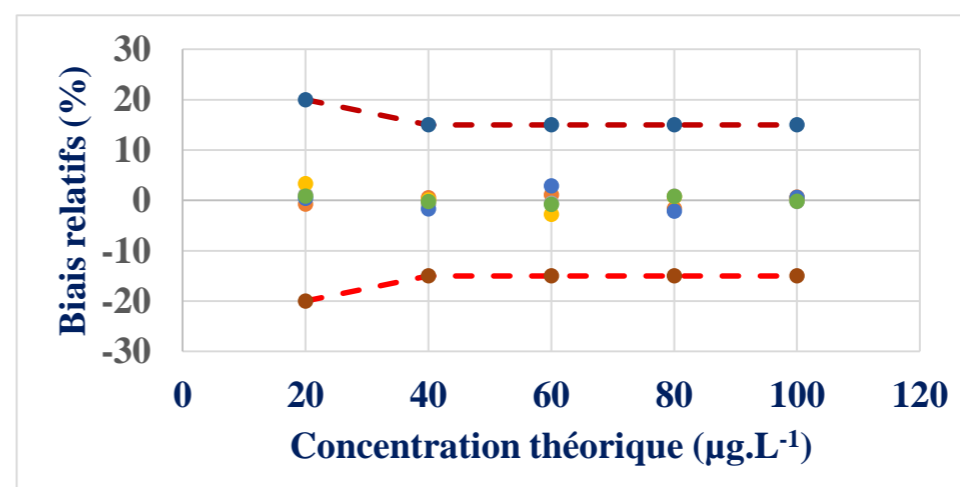
Optimisation effectuée avec: un MRC titré à 660 µg.L⁻¹ en Cu un étalon de cuivre à 40 µg.L⁻¹

- La température optimale de décomposition **T_{décomp}=900°C**.
- La température optimale d'atomisation **T_{atom}=2400°C**.

Validation de la méthode

Etude de la linéarité de la gamme d'étalonnage

- La courbe d'étalonnage est acceptable dans le domaine de concentration variant entre 20 µg L⁻¹ et 100 µg L⁻¹.



- Chaque biais relatif observé est conforme à l'EMA_{étalonnage} fixée par ICH (EMA= 15%; 20% au niveau de LQ).

LD=121 µg.L⁻¹
LQ=400 µg.L⁻¹
R%=101,7%

Evaluation de l'exactitude: justesse et fidélité

- L'exactitude comprend à la fois la « justesse » et la « fidélité ».

Valeur de référence : REF en µg/dL	40.0	66.0	80.0	99.8	200
Moyenne générale : Z	41.13	65.72	80.95	101.97	200.10
CV de répétabilité en % : CV_{répét}	6.00%	5.78%	5.15%	4.97%	1.42%
CV de fidélité intermédiaire en % :	7.4%	6.96%	5.49%	5.23%	1.42%
CV_{FI}					
Limite supérieure d'acceptabilité : REF + EMA	48.00	75.9	92.00	114.63	230
Limite supérieure de tolérance : Z+2×S_{FI}	46.06	74.9	90.29	112.87	205.81
Limite inférieure de tolérance : Z-2×S_{FI}	33.93	56.6	70.97	90.58	194.40
Limite inférieure d'acceptabilité : REF - EMA	32.00	56.1	68.00	84.97	170

CONCLUSIONS

- Ce travail a été réalisé dans un cadre de plan d'action préventive conformément aux exigences de l'ISO 17025 et de l'ISO 15189 pour assurer la résilience du laboratoire et la continuité d'analyse.
- La démarche PDCA a été mise en œuvre comme outil de qualité pour planifier et garantir un processus d'implémentation efficace et rigoureux d'une méthode alternative
- Le choix de la stratégie de mise en œuvre des plans d'essai s'est porté sur les recommandations de la norme NF T 90-210 et les résultats de la validation étaient conformes aux recommandations de l'ICH.