

Risques de contamination lors des opérations d'échantillonnage

Accréditation : exigences et retour
d'expérience sur les moyens mis en
œuvre par les organismes de
prélèvement ou l'intégration du
document FD T 90-524 dans le
contexte de l'accréditation

Programme

- Les exigences de l'accréditation – Comment le FD T 90-524 s'intègre au référentiel .
- Prise en compte du document FD T 90-524 dans le contexte de l'accréditation.



Les exigences de l'accréditation - Le référentiel

Exigences générales concernant la compétence
des laboratoires d'étalonnage et d'essais :

NF EN ISO/CEI 17025

Exigences pour l'accréditation des laboratoires
selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 :

Documents COFRAC LAB REF 02 et LAB REF 08

Guide technique d'accréditation pour
l'échantillonnage d'eau et essais physico-
chimiques des eaux sur site :

Document COFRAC LAB GTA 29

Les exigences de l'accréditation

NF EN ISO/CEI 17025 – Exigences techniques

En dehors de celles relatives au personnel (5.2) et à la méthode (5.4) qui ne sont pas à négliger, les exigences techniques relatives à l'échantillonnage et au traitement des échantillons sont exprimées au niveau des chapitres suivants :

- **5.7 Echantillonnage** : Précisant que le « laboratoire » doit disposer d'un plan d'échantillonnage et de procédures adaptées pour l'échantillonnage (formalisme). La note 1 précise la nécessité de constituer des échantillons représentatifs (LAB REF 02)...
- **5.8 Manutention des objet d'essai et d'étalonnage** : Précisant la nécessité d'établir des procédures pour la préservation des échantillons avant essais (5.8.1) et en cours de stockage (5.8.4), l'enregistrement et l'identification des échantillons (5.8.2), l'enregistrement des anomalies lors de la réception des échantillons (5.8.3). La vérification de l'absence de contamination des échantillons lors du prélèvement s'inscrit dans ce contexte.
- **5.9 Assurer la qualité des résultats d'essai et d'étalonnage** : Il s'agit là de surveiller la « validité des essais ». Pour les laboratoires d'essais, les EIL s'intègrent dans ce contexte. Pour les organismes (laboratoires ou BE) chargés de l'échantillonnage les facteurs susceptible d'avoir un impact sur la qualité de leur prestation s'inscrit ici.
- **5.10 Rapport sur les résultats** : Notamment en ce qui concerne les rapports d'essais (5.10.3) et les points à mentionner concernant l'échantillonnage (5.10.3.2).

Les exigences de l'accréditation

Document COFRAC LAB REF 02

L'échantillonnage fait l'objet d'un chapitre complet (9.8) sur la base des paragraphes de la norme :

- Les notions de prélèvement et d'échantillonnage (9.8.1) sont précisées ; le prélèvement n'est qu'une partie de l'échantillonnage qui, lui, intègre la notion de **représentativité**. Les préparations en laboratoire des objets d'essai ne relèvent pas de l'échantillonnage.
- Comme c'est le cas pour l'échantillonnage des eaux, à l'instar des essais en laboratoire, la politique du COFRAC vise à **privilégier les méthodes d'échantillonnage publiées dans les documents normatifs et/ou réglementaires (9.8.2)**.
- L'activité d'échantillonnage n'est prise en compte par la section Laboratoires que si l'organisme est un laboratoire réalisant lui-même, dans le cadre de son accréditation, les essais sur les échantillons (**in situ ou en laboratoire**). Le processus d'accréditation est strictement celui défini pour les essais, que des **Guides Techniques d'Accréditation** peuvent venir expliciter (9.8.3).
- Si l'activité d'échantillonnage ne dépend pas de la même entité que celle chargée des essais, l'une des deux entité est identifiée comme **entrepreneur principal, responsable de la totalité de la prestation vis-à-vis du client**. Notamment en ce qui concerne le traitement et le transport des échantillons (9.8.4).

Les exigences de l'accréditation

Document COFRAC LAB GTA 29

Le guide technique d'accréditation concernant l'échantillonnage est relativement récent (Révision 00, 01/06/2012). Il est, cependant, en cours de révision ; la révision 01 de ce document devrait voir le jour en début 2017.

Pour la version initiale, le paragraphe 7.7 explicite pour le domaine la notion de « Qualité des résultats d'essai ». Notamment en ce qui concerne :

- Les consommables (7.7.1) utilisés qui ne « doivent pas entraîner d'interférence ou de contamination sur les essais ».
- Les contrôles qualité (7.7.2) : « L'organisme doit prévoir des contrôles qualité interne adaptés à l'échantillonnage et aux essais sur site (témoin à blanc sur site, vérifications des performances (début et/ou fin de campagne), vérifications périodiques des instruments de mesure...) ».

Sans vouloir déflorer la nouvelle révision de ce document, on peut dire que le document FD T 90-524 y a été intégré en tant que document normatif de référence (2.2). De plus il propose aux organismes de « s'appuyer sur les recommandations du guide FD T 90-524 pour assurer de la mise en place de contrôles qualités pour les opérations d'échantillonnages » (7.7.2). Enfin, un paragraphe complet (7.7.2.1) est consacré aux essais à blanc.

Prise en compte du FD T 90-524 dans le cadre de l'accréditation

Des situations différentes

Une distinction est à faire pour la prise en compte du FD T 90-524 pour les organismes accrédités du domaine LAB GTA 29 :

- Ceux adossés à un laboratoire (service d'un laboratoire d'essais ou sous-traitant exclusif de celui-ci) n'ont aucune difficulté pour la réalisation des essais préconisés par le FD T.
- En revanche, les organismes indépendants devront financer les essais, à moins que ce coût ne soit supporté par le client, comme cela est parfois le cas dans le contexte de la recherche de substances dangereuses (RSDE).

Prise en compte du document

D'une manière générale (bonne pratique), un organisme a six mois pour prendre en compte la parution d'un document normatif pouvant avoir un impact sur son activité.

Les évaluations réalisées depuis le mois d'avril 2016 montrent que peut d'organisme n'ont pas relevé la parution du FD T 90-524.

Pour les organismes ayant relevé la parution du document, beaucoup n'ont pas encore établis de plans d'action pour prendre en compte le document.

Prise en compte du FD T 90-524 dans le cadre de l'accréditation – Absence de contamination

Blancs Flaconnage

Dans la plupart des cas (voire tous) le **flaconnage** utilisé lors de l'échantillonnage est fourni par le **laboratoire** qui assurera la réalisation des essais. Ce flaconnage est, soit testé par le laboratoire pour son innocuité, soit certifié par le fournisseur.

Néanmoins, en tant qu'entrepreneur principal, l'organisme chargé de l'échantillonnage est tenu de posséder la **preuve** (certificat pertinent ou analyse de blanc de flaconnage) de l'innocuité du flaconnage.

Le plus souvent, les blancs flaconnage sont réalisés en utilisant de l'eau ultra-pure lors de la mise en œuvre de ce test.

Blancs du matériel d'échantillonnage – Echantillonnage instrumentalisé

De nombreux organismes réalisant des prestations d'échantillonnage instrumentalisé mettent en œuvre périodiquement des blancs du matériel d'échantillonnage.

Dans la plupart des cas l'eau ultra-pure (laboratoire) ou bi permutée (BE) est utilisée pour la mise en œuvre de ce test qui est réalisé dans les locaux techniques de l'organisme.

Les canevas analytiques sont le plus souvent simples ; les substances organiques ne sont, le plus souvent, recherchées que dans le contexte du RSDE.

Prise en compte du FD T 90-524 dans le cadre de l'accréditation – Absence de contamination

Blancs du matériel d'échantillonnage – Echantillonnage instantané

Dans le contexte du suivi de la qualité des eaux superficielles, les organismes assurant l'échantillonnage réalisent un blanc du matériel mis en œuvre.

Pour les eaux destinées à la consommation humaine, des eaux de loisirs et des eaux de réseaux ECS ou de TAR (recherche de *Legionella*), à cette date nous n'avons relevé que très peu de mise en œuvre de blanc d'échantillonnage.

Blancs Terrain d'ambiance et de transport

Ces types de blanc ne sont réalisés que sur demande expresse du client.

Exploitation des résultats

Aujourd'hui, dans le cadre des évaluations réalisées, aucun organisme ne réalise d'exploitation statistique des résultats d'essais à blanc. Les données sont enregistrées (rapport d'essais ou certificat) afin de démontrer la preuve de l'innocuité de la chaîne d'échantillonnage.

En cas de résultat positif (Blanc > LQ), l'organisme met en œuvre un nettoyage de la chaîne ou un déclassement du consommable.

Prise en compte du FD T 90-524 dans le cadre de l'accréditation – Fidélité de l'échantillonnage

Essais inter-laboratoire de terrain

De nombreux organismes sont en attente pour l'organisation d'essais inter-laboratoires de terrain, notamment en ce qui concerne les opérations d'échantillonnage instrumentalisés (Eaux résiduaires et eaux souterraines) par une OEC accrédité (NF EN ISO/CEI 17043).

Dans certains cas (Laboratoires départementaux), des exercices sont organisés par les Associations régionales des SATESE et CATER.

Essais intra-laboratoire de terrain

Certains organismes de contrôles, comportant plusieurs sites accrédités, organisent périodiquement des essais intra-laboratoire, en vue d'assurer l'harmonisation des pratiques, mais, pour des problèmes de coût, les échantillons sont rarement analysés et aucune exploitation statistique des résultats n'est mise en œuvre.

Double échantillonnage

Le double échantillonnage est parfois réalisé dans le cursus d'habilitation des techniciens de l'organisme. Les résultats des essais réalisés sur l'échantillon prélevé par le tuteur représente les valeurs assignés dans le calcul de l'écart.

Prise en compte du FD T 90-524 dans le cadre de l'accréditation – Intégrité des échantillons

Cas particulier des eaux résiduaires – NF EN 16479

De nombreux organismes, intervenant dans le contexte de l'échantillonnage instrumentalisé des eaux résiduaires, ont référencé la norme NF EN 16479 (Exigences de performance et modes opératoires d'essai de conformité pour les équipements de surveillance de l'eau - Dispositifs d'échantillonnage automatiques (échantillonneurs) pour l'eau et les eaux usées). Ce document prévoit la vérification de l'intégrité de l'échantillon (§ 4.4 et 5.4.5). Néanmoins, aucun organisme évalué n'a mis en œuvre cette partie de la norme.

Echantillons dopés

A notre connaissance, aucun organisme d'échantillonnage n'a mis en œuvre l'échantillonnage d'eaux dopées afin d'évaluer le maintien de l'intégrité des échantillons au cours de la phase d'échantillonnage.

Merci de votre attention

