



L'assurance qualité pour les prélèvements dans les milieux aquatiques en vue d'analyses physico chimiques : état des lieux

2008

Rapport final

BRGM/RP-56859-FR

Décembre 2008



L'assurance qualité pour les prélèvements dans les milieux aquatiques en vue d'analyses physico chimiques : état des lieux 2008

Rapport final

BRGM/RP-56859-FR
Décembre 2008

Étude réalisée dans le cadre des projets
de Service public du BRGM 2008

JP. GHESTEM
Avec la collaboration de
J LACHENAL (Laboratoire National de Métrologie et d'Essais)

Vérificateur :

Nom : AMALRIC

Date : 23/12/08

Signature :

Approbateur :

Nom : HERVOUET

Date : 22/01/09

Signature :



En l'absence de signature, notamment pour les rapports diffusés en version numérique,
l'original signé est disponible aux Archives du BRGM.
Le système de management de la qualité du BRGM est certifié AFAQ ISO 9001:2000.



Mots clés : prélèvement ; échantillonnage ; eau ; assurance qualité ; contrôle qualité ; accréditation ; certification ; agrément ; formation ; habilitation.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

GHESTEM JP., avec la collaboration de LACHENAL J. (LNE) - (2008), L'assurance qualité pour les prélèvements dans les milieux aquatiques en vue d'analyses physico chimiques : état des lieux 2008, BRGM/RP-56859-FR, 63p, 2 illustrations, 2 annexes.

© BRGM, 2008, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

La fiabilité des données acquises dans le cadre des programmes de surveillance de la Directive Cadre sur l'Eau (DCE) est un enjeu majeur : elle conditionnera les déclarations d'état des masses d'eau, l'identification des tendances et par conséquent, les mesures prises pour l'atteinte du bon état.

Dans la chaîne analytique, depuis le prélèvement jusqu'au résultat final, les étapes liées au terrain sont d'une importance capitale et ont malheureusement été sous estimées jusqu'à présent. Ainsi, l'application des concepts d'assurance qualité, très répandue pour les analyses physico chimiques de laboratoire, l'est beaucoup moins pour les étapes de prélèvement-échantillonnage. Compte tenu des enjeux il semble indispensable de renforcer les exigences concernant ces étapes et de leur donner un cadre réglementaire clair.

Ce rapport a été préparé dans le cadre du programme de travail d'AQUAREF pour l'année 2008 et dans le cadre des conventions de partenariat ONEMA-BRGM et ONEMA-LNE 2008. Il a pour objectif de dresser un état des lieux de l'assurance qualité sur l'échantillonnage et le prélèvement en France et dans certains pays européens ainsi que sur les différents systèmes envisageables pour l'échantillonnage des eaux pour la DCE.

Les opérateurs susceptibles d'intervenir dans le domaine des prélèvements pour les analyses physico chimiques des eaux et des sédiments sont nombreux. Ils n'agissent pas tous dans le même cadre ni avec les mêmes objectifs. Certains sont désignés pour opérer dans le cadre de la police des eaux, d'autres agissent dans un contexte de suivi régulier des masses d'eau notamment pour la DCE. Pour ces derniers on trouve également des structures variées (adossées ou pas à un laboratoire d'analyse). Cette grande diversité rend délicate le choix d'un système d'assurance qualité. Compte tenu des différences d'objectifs, des systèmes différents pourraient être envisagés afin de tenir compte des particularités propres à chaque activité (police de l'eau, programmes de surveillance).

En France, la possibilité de se faire accréditer pour les prélèvements d'eaux existe déjà pour différentes matrices (eau de surface, souterraine, ...). De nombreuses structures ont obtenu l'accréditation pour ces activités. Une nouvelle politique COFRAC est en cours d'élaboration à ce sujet compte tenu de la demande et des enjeux. Elle devrait préciser et renforcer les exigences générales. Les exigences techniques ne seront pas abordées par cette nouvelle politique mais il semble nécessaire de les renforcer également.

Dans certains pays européens (Nord de l'Europe) un système particulièrement bien décrit de certification individuelle des préleveurs a été mis en place. D'autres systèmes peuvent également être envisagés en France comme un système d'agrément ou bien d'habilitation. Le système d'agrément est une solution mixte qui peut s'appuyer

partiellement ou totalement sur l'un ou l'autre des systèmes (accréditation, certification, habilitation). Les systèmes d'agrément ou d'habilitation ne sont pas à proprement parler des systèmes d'assurance qualité.

Quelque soit le système, les exigences qui paraissent indispensables à prendre en compte ou à renforcer en plus des exigences classiques de l'assurance qualité (traçabilité, métrologie,...) sont les suivantes :

- Un contrôle externe régulier des activités par un organisme tiers.
- Des exigences fortes sur la formation : encore plus que l'activité laboratoire, l'activité de prélèvement pour laquelle de multiples situations peuvent se présenter, nécessite de la part du préleveur un niveau de formation important pour réagir correctement face à ces situations.
- Des exigences en termes de contrôles qualité sur le terrain (blancs, doubles) afin de disposer de données pour améliorer de façon objective les pratiques et d'assurer un suivi régulier de la qualité de ces pratiques.

Sommaire

1. Introduction	7
2. Définitions	9
3. Importance des étapes d'échantillonnage	11
3.1. GENERALITES.....	11
3.2. ECHANTILLONNAGE ET ASSURANCE QUALITE	11
4. Organismes préleveurs en France	13
4.1. PRELEVEMENTS REALISES DANS LE CADRE DE LA POLICE DE L'EAU ..	13
4.2. UNITES PRELEVEMENTS AU SEIN DE LABORATOIRES D'ANALYSE	14
4.3. BUREAUX D'ETUDE	14
4.4. ORGANISMES PUBLICS	15
5. L'accréditation COFRAC pour les prélèvements d'eau	17
5.1. SITUATION ACTUELLE	17
5.2. NOUVELLE POLITIQUE COFRAC POUR LES PRELEVEMENTS	23
6. Autres exemples de systèmes d'assurance qualité pour les prélèvements	27
6.1. EN FRANCE	27
6.2. EN EUROPE, L'EXEMPLE DE LA CERTIFICATION NORDEN	31
7. Les différents systèmes possibles d'assurance qualité pour les prélèvements	37
7.1. ACCREDITATION.....	37
7.2. CERTIFICATION	38
7.3. COMPARAISON ACCREDITATION-CERTIFICATION.....	40
7.4. AGREMENT	42
7.5. HABILITATION	42

8. Quelques points importants d'un système d'assurance qualité « prélèvement »	45
8.1. REFERENTIELS TECHNIQUES	45
8.2. FORMATION.....	45
8.3. CONTROLES QUALITE	47
8.4. RELATION PRELEVEUR-LABORATOIRE.....	49
9. Conclusion	51
10. Bibliographie	53

Table des illustrations

Illustration 1 : exemple de structure et de rédaction d'une portée d'accréditation pour le prélèvement des différents types d'eau.	20
Illustration 2 : comparaison de deux systèmes d'assurance qualité pour l'échantillonnage (d'après [6])	41

Table des annexes

Annexe 1	55
Annexe 2	61

1. Introduction

Ce rapport est établi dans le cadre du programme de travail 2008 d'AQUAREF, Laboratoire National de référence de l'Eau et des Milieux Aquatiques et dans le cadre des conventions ONEMA-BRGM et ONEMA-LNE. Il est rédigé par le BRGM en collaboration avec le Laboratoire National de Métrologie et d'Essais et avec la participation de l'IFREMER et du CEMAGREF. Il est destiné à l'ONEMA et à l'ensemble des acteurs en charge de la qualité des données acquises dans les programmes de surveillance nationaux.

L'agrément des laboratoires d'analyses d'eaux et de sédiments par le Ministère de l'Environnement ainsi que l'accréditation COFRAC (Comité Français d'Accréditation) sont des systèmes maintenant bien établis dans la plupart des laboratoires d'analyses environnementales. A l'inverse, il n'existe pas d'agrément environnement pour les activités de prélèvement/échantillonnage d'eau et de sédiments et l'accréditation dans ce domaine est moins répandue que pour les laboratoires. Par ailleurs, les exigences pour l'accréditation sont également moins développées pour le prélèvement que pour les laboratoires.

Afin de garantir la fiabilité de la totalité de la chaîne analytique depuis l'échantillonnage jusqu'au résultat final, la mise en place d'un système d'assurance qualité complet et pérenne pour les activités d'échantillonnage et de prélèvement apparaît nécessaire.

Ce rapport entre dans le cadre des actions d'AQUAREF destinées à appuyer la mise en place d'un tel système. Ces actions se poursuivront en 2009 et dans les années suivantes.

Ce premier rapport a pour objectif, dans le cadre des programmes de surveillance liée à la Directive Cadre Européenne sur l'Eau (DCE), de dresser un état des lieux de l'assurance qualité sur le prélèvement principalement au niveau français mais également au niveau européen avec la description d'un exemple particulièrement bien développé dans les pays nordiques. Des exemples de systèmes d'assurance qualité pris dans d'autres domaines que le strict cadre de la DCE ou dans d'autres domaines que le prélèvement d'eau sont également présentés. Enfin différents éléments importants d'un futur système d'assurance qualité ainsi que les cadres possibles de ce futur système sont abordés.

Seuls sont concernés les prélèvements d'eaux et de sédiments à objectifs environnementaux en vue d'analyses physico-chimiques. La description de la situation spécifique des eaux marines est décrite en Annexe 1.

Nous remercions Mmes BLATT, MEHAY et Mr PLICHARD du COFRAC et Mr ROSIN de l'AFFSSA pour les éléments d'information qu'ils nous ont apportés.

2. Définitions

Les termes de prélèvement et d'échantillonnage sont employés dans un très grand nombre de domaines (production industrielle, agroalimentaire, environnement, ...). Dans le domaine de l'eau, ces termes peuvent être définis de la façon suivante.

Prélèvement

Action qui consiste à extraire un certain volume d'une masse d'eau.

Echantillonnage (d'après [1])

Action qui consiste à prélever une partie, considérée comme représentative, d'une masse d'eau en vue de l'examen de diverses caractéristiques définies.

La différence majeure qui existe entre ces deux termes concerne la représentativité de la fraction de la masse d'eau prélevée. Dans le cas d'un prélèvement simple, il n'y a pas d'objectif de représentativité. Au contraire, dans le terme échantillonnage, la notion de représentativité est essentielle. Cette différence peut être illustrée par les deux situations suivantes.

Dans le cadre d'un programme de surveillance régulier d'une masse d'eau, les prélèvements effectués se doivent d'être représentatifs de l'état de la masse d'eau au moment du prélèvement. Tout doit donc être mis en œuvre depuis le choix du lieu de prélèvement jusqu'au prélèvement lui-même en passant par la date de prélèvement, la profondeur, ... pour assurer cette représentativité. Le préleveur doit également assurer la représentativité de l'échantillon remis au laboratoire en appliquant des procédures de traitement et de conservation de l'échantillon après le prélèvement.

Dans le cas d'une pollution accidentelle pour laquelle on cherche par exemple à identifier la nature du polluant, la représentativité du prélèvement par rapport à la masse d'eau n'est pas un objectif. L'objectif est bien plus de cibler les endroits de la masse d'eau où le polluant est présent en grande quantité (par exemple prélèvement de surface, prélèvements de fond, ...).

Uniquement dans le cadre de ce rapport, les termes « prélèvement » et « échantillonnage » sont employés comme synonymes. En effet dans les programmes de surveillance environnementaux la notion de représentativité du prélèvement est par défaut toujours sous entendue.

Qualité ([11])

Ensemble des propriétés et caractéristiques d'un produit ou d'un service qui lui confère l'aptitude à satisfaire des besoins exprimés ou implicites.

Assurance de la qualité ([11])

Ensemble des actions préétablies et systématiques nécessaires pour donner la confiance appropriée en ce qu'un produit ou service satisfera aux exigences données relatives à la qualité.

Système qualité ([11])

Ensemble de la structure organisationnelle, des responsabilités, des procédures, des procédés et des ressources pour mettre en œuvre la gestion de la qualité.

3. Importance des étapes d'échantillonnage

3.1. GENERALITES

Les questions environnementales sont maintenant très largement abordées par les diverses politiques nationales et européennes. La DCE qui impose aux états membres un objectif de bon état de leurs masses d'eau en est un des meilleurs exemples.

Les différentes réglementations mises en place sont basées sur des suivis environnementaux qui mettent la mesure au cœur des dispositifs. Il est maintenant largement admis que la « qualité de la mesure » est un des points clé de la réussite de ces politiques. Les conséquences politiques, environnementales, financières ou sur la santé, de l'acquisition de données non fiables seront très certainement beaucoup plus importantes que les efforts qui seront mis en œuvre pour la maîtrise de la qualité de ces données.

Les mesures effectuées sur les masses d'eau européennes notamment dans le cadre de la DCE sont le résultat d'une chaîne analytique qui va de la stratégie d'échantillonnage mise en place jusqu'au résultat fourni par le laboratoire. La qualité finale de la mesure doit être définie en fonction de l'objectif visé. Elle sera le reflet de la qualité de chaque étape de la chaîne analytique.

Les étapes d'échantillonnage sont les premières étapes de cette chaîne. Historiquement, elles ont été beaucoup moins étudiées et prises en compte que les étapes analytiques de laboratoire. Or elles contribuent souvent de façon très significative à la qualité de la mesure et à son incertitude. Par ailleurs, quelque soit les efforts faits pour améliorer la qualité des analyses et diminuer les incertitudes, la qualité et l'incertitude finale sur la mesure ne seront jamais meilleures ou plus faibles respectivement que la qualité et l'incertitude liées aux étapes de prélèvement.

Dans les laboratoires, la plupart des outils permettant de garantir un niveau minimum de qualité sont largement utilisés. Parmi ces outils, on peut citer, l'accréditation, les systèmes d'agrément, les matériaux de référence certifiés, les essais d'aptitude, la normalisation, ... Pour les activités de prélèvement, tous ces outils sont soit peu ou pas disponibles pour le moment (essais d'aptitude par exemple), soit appliqués et utilisés de façon très hétérogènes.

3.2. ECHANTILLONNAGE ET ASSURANCE QUALITE

L'assurance qualité correspond à l'ensemble des activités préétablies et systématiques nécessaires pour donner la confiance appropriée en ce qu'un produit ou un service satisfera aux exigences données relatives à la qualité. Elle doit donner confiance au

client, dans sa capacité à satisfaire régulièrement ses besoins, mais aussi à la direction d'une société dans sa capacité à maintenir la qualité de ses prestations. L'assurance de la qualité peut se résumer en une démarche qui prévient les erreurs et les défauts plutôt que d'avoir à les constater *a posteriori*.

De façon générale, l'assurance qualité consiste à préétablir ce que l'on doit faire, le faire et apporter la preuve que cela a été fait. Pour mettre en place cette confiance, on prend appui sur un nombre restreint de textes écrits, précisant les règles et les procédures, qui constituent le système documentaire de l'assurance de la qualité. L'assurance de la qualité suppose, par ailleurs, la mise en place préalable de méthodes de travail spécifiques comme la métrologie, l'écriture de certaines règles de travail, la gestion documentaire, ... Afin de pouvoir donner la preuve qu'elle a respecté le bon déroulement des processus, l'entreprise doit en garder des traces écrites dont la somme constitue la traçabilité.

En France, le système d'assurance qualité des laboratoires dans le cadre de l'analyse physico-chimiques des eaux s'appuie principalement sur la norme NF EN ISO CEI 17025 à travers l'accréditation par le COFRAC et sur l'agrément du ministère de l'environnement [4]. La norme NF EN ISO CEI 17025 (version 2005 « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essai ») est la norme de référence internationale pour l'accréditation des laboratoires.

Pour ce qui concerne l'échantillonnage des eaux et des sédiments, le système d'assurance qualité est beaucoup moins développé. Le besoin dans ce domaine est important afin de pouvoir assurer que les opérations effectuées notamment dans le cadre des suivis environnementaux liés à la DCE sont réalisés de façon fiable. Ce rapport décrit un certain nombre de systèmes existants.

La dernière version de la directive européenne sur l'assurance et le contrôle qualité qui devrait être adoptée à la fin 2008 indique que « Les États membres devront s'assurer que les laboratoires ou les parties contractées par les laboratoires appliquent des pratiques de système de gestion de la qualité en accord avec la norme EN ISO/IEC-17025 ou d'autres normes équivalentes acceptées au niveau international ». En fonction de l'interprétation donnée aux termes « parties contractées par les laboratoires », la transcription de cette directive dans la réglementation française avant 2010 devra ou pas aborder ce thème de l'assurance qualité relative aux prélèvements. Quelque soit cette interprétation et quelque soit les moyens mis en œuvre, une meilleure prise en compte des aspects liés à l'assurance qualité échantillonnage/prélèvement est dès à présent indispensable.

4. Organismes préleveurs en France

Les structures, organismes, personnels susceptibles de réaliser des prélèvements d'eau en France dans le cadre de programmes de surveillance environnementaux sont nombreux et de nature très variée. Afin de dresser un panorama assez large, nous citons également les personnels habilités à intervenir dans le cadre de la police des eaux même si ce rapport est avant tout destiné aux programmes de surveillance environnementaux liés à la DCE.

4.1. PRELEVEMENTS REALISES DANS LE CADRE DE LA POLICE DE L'EAU

La police de l'eau a pour objectif :

- de lutter contre la pollution des eaux des cours d'eau, lacs, plans d'eau et de la mer, ainsi que des eaux souterraines, en particulier celles destinées à l'alimentation humaine ;
- de contrôler la construction d'ouvrages faisant obstacle à l'écoulement des eaux et de prévenir les inondations ;
- de protéger les milieux aquatiques et les zones humides ;
- de concilier les différents usages de l'eau, y compris les usages économiques.

Elle est définie en partie dans l'article L216-6 du code de l'environnement.

Dans son article L437-1 (modifié par la loi sur l'eau n° 2006-1772 du 30/12/2006), le code de l'environnement précise que :

«I - Sont habilités à rechercher et à constater les infractions aux dispositions du présent titre et des textes pris pour son application, en quelque lieu qu'elles soient commises, outre les officiers et agents de police judiciaire énumérés aux articles 16, 20 et 21 du code de procédure pénale et les agents habilités par des lois spéciales :

- 1° Les agents de l'Office national de l'eau et des milieux aquatiques et du domaine national de Chambord commissionnés à cet effet par décision de l'autorité administrative et assermentés ;
- 2° Les ingénieurs du génie rural, des eaux et des forêts, les ingénieurs des travaux et les agents qualifiés chargés de la police de la pêche dans les directions départementales de l'agriculture et de la forêt et à l'Office national des forêts, les ingénieurs et agents qualifiés des services chargés de la navigation, commissionnés à cet effet par décision de l'autorité administrative et assermentés ;

- 3° Les ingénieurs en service à l'Office national des forêts et les agents assermentés de cet établissement visés à l'article L. 122-7 du code forestier ;
- 4° Les gardes champêtres ;
- 5° Les agents de l'Office national de la chasse et de la faune sauvage commissionnés et assermentés dans la circonscription à laquelle ils sont affectés. (...)

III. - Peuvent également rechercher et constater les infractions aux dispositions du présent titre et des textes pris pour son application les agents des douanes ainsi que les agents autorisés par le décret du 9 janvier 1852 sur l'exercice de la pêche maritime. ».

A l'heure actuelle et à notre connaissance, il n'existe pas de système d'assurance qualité mis en place pour les activités de prélèvement dans le cadre de la police des eaux.

Les objectifs de la police de l'eau diffèrent sensiblement des objectifs des programmes de surveillance réguliers de l'environnement (de type DCE). Il s'agit en général de constater des pollutions importantes avec des effets visibles immédiats. Les objectifs sont donc souvent des objectifs d'identification de polluants spécifiques à des concentrations élevées.

4.2. UNITES PRELEVEMENTS AU SEIN DE LABORATOIRES D'ANALYSE

Il s'agit d'unités rassemblant au sein d'un laboratoire d'analyse le personnel réalisant les prélèvements pour le compte du laboratoire. Ce type d'unité existe dans de nombreux laboratoires. Ces laboratoires peuvent ainsi proposer des offres complètes incluant prélèvement et analyse dans le cadre de marchés publics. L'avantage théorique de ce type de structure est que la relation entre l'unité prélèvement et le laboratoire est facilitée par l'appartenance des deux unités à la même structure (cette relation préleveur-laboratoire est un point important de la qualité de la chaîne de mesure). Par ailleurs, ces unités peuvent également profiter d'une partie du système d'assurance qualité du laboratoire ou bien tout simplement être elles-mêmes accréditées pour certains types de prélèvement. C'est le cas maintenant d'un nombre important d'unités.

4.3. BUREAUX D'ETUDE

Les bureaux d'étude environnementaux réalisent des études variées dans le domaine des eaux de surface et des eaux souterraines (aménagement, gestion de la ressource, hydrobiologie, hydrogéologie, réseaux de mesures, ...). Pour ces études, ces

organismes de tailles très variées ont souvent les compétences techniques et les équipes qui leur permettent d'effectuer eux-mêmes les prélèvements. Les avantages de ces structures sont en général une très bonne connaissance du milieu et des conditions locales.

Du point de vue de l'assurance qualité, les difficultés peuvent être liées à la taille de ces structures. En effet les bureaux d'étude sont parfois de petites structures et dans ce cas la mise en place d'un système d'assurance qualité n'est pas toujours facile. Par ailleurs, jusqu'à présent, l'accréditation COFRAC pour les prélèvements était réservée aux unités associées à un laboratoire d'analyse. Sur ces deux derniers points les choses sont en train d'évoluer (cf.5.2.2) pour faciliter les possibilités d'accréditation.

De plus en plus de bureaux d'étude sont certifiés (cf. 7.2) pour l'ensemble de leurs activités mais souvent sans spécificité liée à l'échantillonnage.

4.4. ORGANISMES PUBLICS

Certains organismes publics dans des cadres divers (marchés publics, missions propres, projets de service public, projets de recherche, missions d'expertise) sont également amenés à effectuer des prélèvements d'eau ou de sédiments. Parmi ces organismes, on peut citer des membres d'AQUAREF (BRGM, CEMAGREF, IFREMER, INERIS), des laboratoires universitaires, ...Aucun de ces organismes n'est accrédité pour les activités de prélèvements. Certains organismes disposent néanmoins de systèmes de formation et d'habilitation pour ces activités.

5. L'accréditation COFRAC pour les prélèvements d'eau

5.1. SITUATION ACTUELLE

En France, et dans le domaine des prélèvements d'eau pour l'environnement, le seul système d'assurance qualité actuellement utilisé est l'accréditation. Il n'y a pour l'instant pas d'agrément du ministère de l'environnement sur cette activité. A l'inverse, il existe un agrément du ministère de la santé pour les prélèvements et analyses du contrôle sanitaire des eaux (cf. 6.1.1).

L'accréditation est en place depuis environ une dizaine d'année mais a connu une très forte augmentation ces trois dernières années. La principale raison de cette forte demande est l'obligation réglementaire à travers l'agrément santé de l'accréditation pour les prélèvements d'eau pour la consommation humaine (cf. 6.1.1).

Il n'existe pas pour l'instant d'accréditation « prélèvement » pour les sédiments.

De façon générale et tous types de prélèvement d'eau confondus, 200 laboratoires sont accrédités prélèvements eau pour l'instant y compris légionnelles et microbiologie. Parmi les 130 laboratoires ayant fait la démarche agrément environnement, quasiment tous ont une accréditation prélèvement dans leur portée (pour beaucoup il s'agit d'une accréditation pour les prélèvements santé).

En ce qui concerne plus spécifiquement les prélèvements liés à l'environnement, une recherche sur le site du COFRAC en 2008 indique que :

- 77 organismes ont une accréditation pour le prélèvement des eaux de rivières ;
- 34 organismes ont une accréditation pour le prélèvement des eaux souterraines ;
- 25 organismes ont une accréditation pour les prélèvements eaux de rivières et eaux souterraines ;
- 15 organismes ont une accréditation pour le prélèvement des eaux salines.

L'accréditation « prélèvement » était initialement réservée aux organismes disposant à la fois d'un laboratoire et d'une structure de prélèvement. Depuis peu cette situation a évolué. L'accréditation prélèvement peut également être obtenue par des structures ne disposant pas de laboratoires mais réalisant sous accréditation des analyses physico chimiques sur site (pH, conductivité,

température, oxygène dissous, ...). Moins de cinq structures de ce type sont accréditées et peu de demandes existent pour le moment. Dans tous les cas, l'accréditation prélèvement ne peut être obtenue seule, sans accréditation en parallèle sur des analyses physico chimiques liées à ces prélèvements.

5.1.1. Structure des portées d'accréditation

Une portée d'accréditation est l'énoncé formel et précis des activités pour lesquelles un laboratoire est accrédité.

Un programme d'accréditation est une liste d'exigences spécifiques à un secteur d'activité et plus spécifiquement à une matrice ou à un ensemble de matrices donné. Le programme 100-1 concerne par exemple l'ensemble des analyses physico chimiques des eaux (naturelles et résiduaires).

Lors de la création de l'accréditation pour le prélèvement, cette activité était intégrée dans chaque programme COFRAC (notamment dans le programme 100-1 qui concerne les analyses physico chimiques dans le domaine de l'eau). Le prélèvement était considéré comme n'importe quel paramètre de la portée. Pour ce « paramètre particulier » il était beaucoup fait mention du document 1006 du COFRAC en tant que référentiel (cf. 5.1.2)

Avec l'augmentation importante des demandes concernant cette activité, la structure des portées d'accréditation a évolué. Le prélèvement est maintenant identifié comme une activité à part entière et il est traité hors du programme 100-1 notamment.

La portée se décline par type de prélèvements. On différencie :

- Les eaux destinées à la consommation humaine,
- Les eaux de loisirs traitées (eaux de piscine, ...),
- Les eaux de loisirs naturelles,
- Les eaux de rivières (contrôle environnemental des eaux superficielles),
- Les eaux souterraines,
- Les eaux salines,
- Les eaux résiduaires,
- Les eaux sur tours aérorefrigérantes,

Pour chaque type d'eau, la portée d'accréditation indique les caractéristiques mesurées ou recherchées suite au prélèvement, le principe de la méthode et les références de la méthode. L'illustration 1 donne un exemple de portée type pour le prélèvement.

Type d'activité	Principe de la méthode	Référence des méthodes
Prélèvements des eaux destinées à la consommation humaine en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques Prélèvement : - à la ressource - en production - en distribution	Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)	ISO 5667-1, 3, 5 ISO 5667-6 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) Circulaire Légionelles N° 2002/243 du 22/04/02 Méthode interne n°XXX
Prélèvements des eaux de loisirs naturelles en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)	ISO 5667-1, 3, 4 ISO 5667-6 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) ISO 5667-9 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) Méthode interne n°XXX
Prélèvements des eaux de loisirs traitées (eaux de piscines...) en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)	ISO 5667-1 ISO 5667-3 Méthode interne n°XXX
Prélèvements des eaux de rivières (contrôle environnemental des eaux superficielles) en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique) Prélèvement automatique avec asservissement au temps (prise d'un échantillon automatique à fréquence fixe)	ISO 5667-1 ISO 5667-3 ISO 5667-4 ISO 5667-6 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) ISO 5667-9 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) Méthode interne n°XXX

Illustration 1 : exemple de structure et de rédaction d'une portée d'accréditation pour le prélèvement des différents types d'eaux.

Type d'activité	Principe de la méthode	Référence des méthodes
Prélèvements des eaux souterraines en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	<p>Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)</p> <p>Prélèvement automatique avec asservissement au temps (prise d'un échantillon automatique à fréquence fixe)</p>	<p>ISO 5667-1 ISO 5667-3 ISO 5667-11 Méthode interne n°XXX</p>
Prélèvements des eaux résiduaires en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	<p>Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)</p> <p>Prélèvement automatique avec asservissement au temps (prise d'un échantillon automatique à fréquence fixe)</p> <p>Prélèvement automatique avec asservissement au débit (prise d'échantillon représentatif des profils de vitesse et des variations de débits de l'écoulement) dans les canaux découverts :</p> <ul style="list-style-type: none"> * au moyen de déversoirs et de canaux jaugeurs – déversoirs à profil triangulaire (NF ISO 4360 ou NF X 10-312), * au moyen de déversoirs en mince paroi (NF X 10-311), * canaux jaugeurs Parshall et Saniiri (NF ISO 9823 ou NF X 10-318). 	<p>ISO 5667-1 ISO 5667-3 ISO 5667-10 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) Méthode interne n°XXX</p>
Prélèvements des eaux salines en vue d'analyses physico-chimiques et microbiologiques	Prélèvement instantané (prise d'un échantillon unique)	<p>ISO 5667-1,3 ISO 5667-9 (hors échant. automatique et isocinétique pour le prélèvement instantané) Méthode interne n°XXX</p>

Illustration 1 (suite) : exemple de structure et de rédaction d'une portée d'accréditation pour le prélèvement des différents types d'eaux.

5.1.2. Les référentiels

Norme NF EN ISO CEI 17025

Les exigences actuelles concernant les éléments d'organisation des activités de prélèvement sont issues du référentiel unique de l'accréditation qui est la norme NF EN ISO 17025. Cette norme constitue actuellement la base du système d'accréditation des laboratoires d'essais. Elle décrit les exigences organisationnelles et techniques exigibles d'un laboratoire revendiquant l'accréditation. Parmi les thématiques traitées dans la partie « management de la qualité » de cette norme et adaptables aux activités de prélèvement, on peut citer :

- La documentation qualité,
- Le personnel (recrutement, formation, qualification, maintien des compétences, ...),
- Le contact avec le client (revue de demande, revue d'offre, service au client,...),
- Les outils de l'amélioration continue (réclamation, actions correctives, maîtrise des travaux non-conformes, revues de direction, ...),
- La traçabilité,
- Les audits internes permettant de vérifier la bonne application du système mis en place,

Dans la partie de la norme consacrée aux exigences techniques, un court paragraphe (§ 5.7) traite de l'échantillonnage. Il est rappelé les principes très généraux suivants :

- Le laboratoire procédant à des échantillonnages doit avoir un plan d'échantillonnage et des procédures écrites,
- Ces documents doivent être disponibles sur le lieu de l'échantillonnage,
- Si le client impose des pratiques différentes des procédures écrites, celles-ci doivent être enregistrées et doivent figurer dans le rapport final,
- Les données relatives à l'échantillonnage doivent être tracées (procédure d'échantillonnage utilisée, identification du matériel, conditions ambiantes, ...),

L'échantillonnage y est également défini de la façon suivante :

« Procédure définie par laquelle une partie d'une substance, matériau ou produit, est prélevée pour fournir, à des fins d'essai ou d'étalonnage, un échantillon représentatif de la totalité. (...) »

Un autre paragraphe de la norme 17025 traite également de l'échantillonnage (§ 5.10.3.2). Il s'agit du chapitre mentionnant les exigences à porter sur les rapports d'essai. Les exigences suivantes sont mentionnées :

- Date de l'échantillonnage,
- Identification non ambiguë de l'échantillon,
- Emplacement de l'échantillonnage avec tous les diagrammes, croquis, photographies,
- Référence au plan et aux procédures d'échantillonnage,
- Conditions ambiantes durant l'échantillonnage susceptibles d'influencer l'interprétation,
- Information et référence sur la méthode d'échantillonnage utilisée,

Pour l'échantillonnage, la norme 17025 est une norme donnant des recommandations générales liées à l'organisation mais ce n'est pas un référentiel technique permettant de réaliser concrètement les prélèvements sur le terrain.

Document COFRAC 1006

Les exigences techniques liées à l'accréditation prélèvement étaient initialement décrites dans le document 1006 du COFRAC « Recommandations et exigences relatives au prélèvement de l'eau applicables dans le cadre des programmes 100-1 et 100-2 ». Ce document date de 1999 et n'a pas été mis à jour depuis (version 0).

Le document 1006 reprend uniquement le contenu de la norme NF EN ISO 5667-3 « Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 3 : lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau ». Il précise différents points de cette norme concernant le transport, la conservation des échantillons, les délais avant analyse, ... Il ne traite donc que d'une faible partie des recommandations liées au prélèvement.

Ce document n'a malheureusement pas évolué et il n'a notamment pas suivi l'évolution de la norme ISO 5667-3. Il n'est maintenant quasiment plus utilisé.

Autres documents

Il n'y a donc plus de document spécifique exigé par le COFRAC en tant que référentiel technique commun pour l'activité de prélèvement. Chaque organisme construit son propre référentiel à partir bien évidemment de documents reconnus (normes et guides nationaux et internationaux). A partir de ces documents, des documents internes (modes opératoires, méthodes) sont le plus souvent rédigés. Le COFRAC demande que les références de ces documents soient intégrées à la portée d'accréditation .

La base de la plupart des portées d'accréditation actuelles est la série des normes ISO 5667. Ces normes ne sont pas toutes reprises en normes AFNOR. La liste de normes de la série ISO 5667 ayant un lien avec les prélèvements d'eaux et de sédiments est donnée en Annexe 2.

Ces normes sont souvent assez générales. C'est pourquoi, depuis peu, des fascicules de documentation ont été rédigés dans le cadre de la commission T91E (Eaux – Echantillonnage et conservation) de l'AFNOR. Ces fascicules précisent certaines dispositions des normes ISO 5667 et sont plus orientés vers la pratique que les normes ISO 5667. Ils sont de plus en plus utilisés au fur et à mesure de leur parution dans les portées d'accréditation COFRAC.

FD T90520 (2005) : Guide technique de prélèvement pour le suivi sanitaire des eaux en application du code de la santé publique.

FD T90523-1 (2008) Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 1 : prélèvement d'eau superficielle.

FD T90523-2 (2008) Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 2 : prélèvement d'eau résiduaire.

FD T90523-3 (à enquête) Qualité de l'eau - Guide de prélèvement pour le suivi de qualité des eaux dans l'environnement - Partie 3 : prélèvement d'eau souterraine.

D'autres documents peuvent également être intégrés dans les portées COFRAC en tant que référentiel (circulaires, autres normes ou documents de référence,). On peut citer notamment pour les prélèvements en eau souterraine la norme FD X31615 – Qualité du sol – Méthode de détection et de caractérisation des pollutions – Prélèvement et échantillonnage des eaux souterraines dans un forage.

5.1.3. Evaluations d'accréditation

Les évaluations d'accréditation se déroulent par cycle de 5 ans. Dans chaque cycle de 5 ans, 3 évaluations de surveillance sont réalisées, espacées de 15 mois. L'évaluation suivante est une évaluation de renouvellement qui est beaucoup plus complète.

Pour l'activité de prélèvement, les évaluateurs missionnés sont la plupart du temps les évaluateurs missionnés pour les programmes classiques des analyses physico chimiques excepté pour les méthodes automatisées de prélèvement (15 organismes environ). Pour ces techniques 4 auditeurs « spécialisés prélèvements » interviennent.

Les activités de prélèvement sont auditées de façon spécifique au moins une fois par cycle (5 ans) avec visite sur le terrain et ajout d'une demi-journée supplémentaire d'évaluation.

5.2. NOUVELLE POLITIQUE COFRAC POUR LES PRELEVEMENTS

Cette nouvelle politique est en cours d'élaboration et devrait voir le jour en 2009. La volonté de rédiger cette politique vient du constat que beaucoup de questions se sont posées ces dernières

années dans divers domaines d'activité sur l'échantillonnage et le prélèvement et qu'aucun document ne permet d'y répondre de façon harmonisée et concrète pour le moment. Cette nouvelle politique s'appliquera à l'ensemble des programmes d'accréditation et pas uniquement au domaine des eaux.

Cette politique pourrait être intégrée au document COFRAC LAB REF 02 qui détaille déjà les politiques en matière de sous-traitance et d'incertitudes notamment.

Elle devrait être constituée de trois axes principaux.

5.2.1. Compétences à accréditer

Une compétence unique pourrait être accréditée. Elle comprendrait à la fois la compétence liée à la stratégie d'échantillonnage et la compétence pour les opérations techniques de prélèvement. Le COFRAC ne distinguerait donc pas dans sa politique les termes prélèvement et échantillonnage mais reconnaîtrait la compétence à mener l'opération préalable conduisant à l'obtention de l'objet d'essai.

Le constat est qu'il est impossible de dissocier les deux activités dans le cadre de l'accréditation. Dans tous les cas une compétence liée à l'échantillonnage est nécessaire y compris à une échelle locale (dans le cas d'une analyse d'eau, endroit exact sur un site, profondeur, moment de la journée, conditions extérieures, ...).

5.2.2. Référentiel et structures à accréditer

La référence d'accréditation resterait la norme NF EN ISO17025 qui traite de la compétence des laboratoires d'essai mais qui inclut également un paragraphe spécifique à l'échantillonnage (cf. 5.1.2).

Une accréditation uniquement sur l'échantillonnage et le prélèvement n'est pas envisageable car aucun résultat n'est rendu par l'organisme. La position des dernières années concernant les organismes qui peuvent être accrédités pour le prélèvement s'est cependant assouplie : des organismes faisant des prélèvements et rendant sous accréditation des résultats d'analyses sur site peuvent maintenant être accrédités pour le prélèvement.

Note : en hydrobiologie et dans le domaine de l'air, des structures mono personnelles ou ne comprenant que quelques personnes sont déjà accréditées.

5.2.3. Clarification des responsabilités

Un des points importants de cette thématique sera l'articulation qui existe entre le préleveur et le laboratoire. Ce lien devrait être précisé et notamment la part de responsabilité réciproque de chaque organisme devrait être décrite.

La notion d'incertitude devrait également être intégrée à ce chapitre. Elle permet également d'établir un lien entre le préleveur et le laboratoire. Il s'agit en particulier de bien définir quelle sera au final l'incertitude qui sera rendue au client.

Note : certains laboratoires demandent d'ores et déjà à des bureaux d'étude / organismes réalisant des prélèvements d'être accrédités pour la sous-traitance de leurs prélèvements (comme décrit plus haut, ceci ne peut se faire que si le sous traitant effectue également des analyses physico-chimiques sur site sous couvert de l'accréditation).

6. Autres exemples de systèmes d'assurance qualité pour les prélèvements

6.1. EN FRANCE

6.1.1. Contrôle sanitaire des eaux

Les textes cadres pour les analyses et les prélèvements dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux sont :

- l'arrêté du 24 janvier 2005 modifié relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux ;
- l'arrêté du 17 septembre 2003 relatif aux méthodes d'analyse des échantillons d'eau et à leurs caractéristiques de performance ;
- la circulaire DGS/SD7A n° 2003-445 du 17 septembre 2003 concernant les modalités d'application de l'arrêté relatif aux méthodes d'analyse d'échantillons d'eau et à leurs caractéristiques de performance.

Le Ministère de la Santé a mis en place un agrément (analyse et prélèvement) décrit dans l'arrêté du 24 Janvier 2005 pour :

- les eaux destinées à la consommation humaine, à l'exclusion des eaux minérales naturelles ;
- les eaux de piscines et de baignades (baignades aménagées et autres baignades).

Cet agrément est accordé aux laboratoires pour une durée de 5 ans sur la base de différents critères. L'accréditation prélèvement est un pré requis pour demander un agrément prélèvement.

Le laboratoire doit également répondre à quelques critères non pris en compte par l'accréditation :

- Indépendance : le laboratoire agréé doit présenter toutes les garanties de confidentialité, d'impartialité, d'intégrité et d'indépendance. Le laboratoire agréé et son personnel ne doivent pas être engagés dans des activités incompatibles avec leur indépendance et leur intégrité en ce qui concerne les activités d'analyses et de prélèvements pour lesquelles le laboratoire est agréé (note : cette exigence est déjà comprise dans les exigences de l'accréditation).
- Outre l'accréditation « prélèvement » le laboratoire doit impérativement être accrédité pour les paramètres de terrain pH et Chlore. Les méthodes sont imposés pour ces 2 paramètres : NF T 90-008 pour le pH, NF EN ISO 7393-2 pour le chlore et des exigences de performances sont également précisées pour le chlore : limite de quantification = 0.05 mg/l.

Ces critères sont vérifiés par l'AFSSA lors du dépôt de dossier de demande d'agrément.

Beaucoup de laboratoires utilisent les guides normatifs de prélèvements FD T 90-520 et FD T 90 521 mais rien n'est imposé dans le cadre des agréments.

FD T90-520 : Guide technique de prélèvement pour le suivi sanitaire des eaux en application du code de la santé publique.

FD T90-521 : Guide technique de prélèvement pour le suivi sanitaire des eaux de piscines et baignades en application du Code de la Santé Publique.

Actuellement 94 laboratoires sont agréés prélèvements eaux de consommations et 79 pour les eaux de loisirs (arrêté du 9 Juillet 2008).

6.1.2. Contrôle des émissions de substance dans l'atmosphère

Ces contrôles sont régis par un agrément défini dans l'arrêté du 4 septembre 2000 portant modalités d'agrément des laboratoires pour certains types de prélèvements et d'analyses à l'émission des substances dans l'atmosphère, émis par la Direction de la Prévention des Pollutions et des Risques (DPPR/SEI/BAMET) du ministère chargé des établissements classés (aujourd'hui le MEEDDAT).

Cet arrêté décrit les modalités d'agrément d'organismes ou de laboratoires ayant comme pré requis obtenus l'accréditation par le COFRAC ou par un organisme d'accréditation signataire de l'accord multilatéral européen (European Cooperation for Accreditation ou EA). L'accréditation porte sur des essais définis dans un programme d'accréditation établi par le COFRAC (programme 97 à l'époque), ou tout autre programme équivalent. Ces essais sont fondés sur des normes publiées par l'AFNOR.

L'agrément est délivré individuellement pour 12 paramètres dont chaque texte de référence (une norme incluant prélèvement et analyse) est cité dans son annexe. La liste complète n'est pas exigée et peut se construire sur la durée, par demande d'extension annuelle.

En plus de ce groupe, l'arrêté fixe comme exigence que l'organisme ou le laboratoire agréé doit aussi être accrédité pour les mesures de paramètres complémentaires au prélèvement que sont le débit et la teneur en oxygène des gaz rejetés à l'atmosphère (et les textes d'appuis, normes, sont indiqués). Cette exigence souffre une exception pour le 8^{ème} agrément qui ne concerne que l'analyse des dioxines.

Note : un projet de révision de l'arrêté porte sur la modification de six des actuels agréments en distinguant la partie prélèvement de la partie analyse (à l'identique de ce qui a déjà été appliqué pour les dioxines – agréments 7 et 8), afin de pouvoir agréer aussi la partie analytique qu'elle soit interne ou non à l'actuel porteur de l'agrément.

De par la conception des normes d'essais, c'est le prélèvement qui fait l'objet de toute l'attention en termes d'assurance qualité. A ce titre l'agrément est donc délivré à l'organisme ou au laboratoire réalisant l'opération de prélèvement de chaque substance couvert par l'agrément. La partie analytique peut être traitée par le même organisme ou laboratoire ou faire l'objet d'une sous-traitance. Mais le porteur de l'agrément est considéré comme le maître d'œuvre de l'essai, et il doit émettre le rapport d'analyse dans son propre rapport de mesure.

L'agrément est délivré pour une durée de 3 ans renouvelable, sur la base d'un dossier de demande initiale / de renouvellement constitué de différents justificatifs :

- renseignements administratifs, juridiques, généraux sur l'entreprise (statuts, liste des membres du conseil d'administration et de la direction, etc.),
- renseignements spécifiques sur le personnel engagé dans cette activité (expérience, formation, qualification), et sur le niveau de l'activité durant l'année civile précédant la demande pour chaque substance faisant l'objet de cette demande (liste des clients, nombre et date des prélèvements, nombre de rapport émis),
- un engagement de participer à ses frais aux essais inter laboratoires organisés par le ministère chargé des établissements classés,
- une déclaration éventuelle de sous-traitance en indiquant les laboratoires choisis et pour quel type de substance,
- Son barème de tarifs en distinguant la part du prélèvement, de l'analyse et du déplacement.

Le dossier de demande initiale ou de renouvellement est examiné par une commission d'agrément dont la composition est fixée dans l'arrêté (elle ne comprend pas de représentant de l'organisme d'accréditation).

Cette commission examine également la participation effective de chacune des équipes déclarées de chaque site agréé aux différents programmes d'essais inter laboratoires.

La commission est en charge également de la définition du programme annuel de l'intercomparaison (prélèvement et analyses jusqu'au rendu du résultat de la mesure), qui découle du bilan des essais antérieurs afin de porter l'effort sur les pratiques identifiées comme étant à améliorer.

Un tel programme comprend une partie expérimentale dans les conditions du banc avec un observateur (un expert désigné par la commission), une comparaison des étalons gazeux utilisés par les organismes pour étalonner leurs appareils de mesures automatiques, et une session écrite sur la connaissance des normes par les opérateurs. Il n'y a pas de notation, mais les résultats de l'essai lui-même sont rapprochés des observations et de l'écrit lors de la restitution à la commission. L'agrément prévoit la suspension provisoire ou définitive d'un organisme ou laboratoire agréé qui présenterait des écarts aux conditions demandées et dans sa pratique constatée.

La commission organise également des programmes d'intercomparaison de la partie analytique seule afin de distinguer la part réelle de celle-ci dans le résultat global, pour les substances agréées et pour des substances qui pourraient être réglementées.

La commission informe chaque année les organismes ou laboratoires agréés de l'existence de sessions de l'essai d'intercomparaison sur le banc et de la partie analytique seule et leur communique le programme pour solliciter leur inscription.

Chaque année, le Conseil Supérieur des établissements classés est informé du suivi de l'agrément avec la liste des organismes ou laboratoires ayant obtenu, maintenu ou perdu leur agrément et lesquels.

6.1.3. Autres exemples

L'arrêté du 27 juin 2005 portant organisation d'un réseau national de mesures de la radioactivité de l'environnement et fixant les modalités d'agrément des laboratoires spécifie des conditions relatives aux prélèvements.

Lors de sa demande d'agrément, le laboratoire doit fournir des informations sur les effectifs disponibles pour les prélèvements.

Il doit également donner :

- les éléments décrivant les dispositions prises pour assurer la qualité du prélèvement soumis à analyse, ainsi que la liste des personnels amenés à procéder aux prélèvements en précisant leur qualification,
- la liste des modes opératoires et, dans le cas où les modalités de prélèvement diffèrent des normes AFNOR ou ISO correspondantes, l'identification et la justification des écarts,
- la liste des principaux matériels de prélèvement et de conservation des échantillons jusqu'au laboratoire de mesures.

Dans le cas où les prélèvements sont couverts par une accréditation, ces informations sont remplacées par :

- la convention d'accréditation et son annexe technique délivrées par l'organisme d'accréditation,
- un tableau de synthèse récapitulatif, pour chaque agrément sollicité, la référence de la norme de prélèvement (le cas échéant, les écarts à la norme sont à préciser).

L'agrément est délivré pour une période de 4 ans.

Cet agrément propose donc aux organismes préleveurs, soit d'apporter des informations documentaires sur leur système qualité lié au prélèvement ainsi que sur la compétence des personnes impliquées, soit de se faire accréditer.

6.2. EN EUROPE, L'EXEMPLE DE LA CERTIFICATION NORDEN

Ce paragraphe est largement développé car il décrit un système très complet et original d'assurance qualité pour le prélèvement mis en place dans les pays du Nord de l'Europe. L'organisme NORDEN (Nordic Innovation Center incluant Suède, Finlande, Norvège, Islande, Danemark) est l'organisme qui a la responsabilité de ce système. Les principes sont décrits dans le document NORDTEST SAMPLER CERTIFICATION – Scheme Handbook Version 1.0 (11/2005) [9] dont les grandes lignes sont données ci-dessous.

6.2.1. Principe Général

Le système repose sur le principe d'une certification personnelle des préleveurs. Le programme de certification ainsi que les organismes impliqués dans ce programme doivent respecter les exigences de la norme NF EN ISO 17024 (2003) [10].

6.2.2. Domaines concernés

Les domaines suivants sont concernés : déchets solides, sols, eaux naturelles, sédiments, eaux résiduaires.

6.2.3. Rôle et responsabilités

Le **Nordic Innovation Centre Board** (NICB) a la responsabilité générale du programme de certification, de son évolution ainsi que des nouvelles versions du guide décrivant le programme de certification.

Le **Nordtest Technical Group** (NTG) est constitué d'un représentant du NICB, et, pour chaque pays participant au programme, d'un représentant d'organisme certificateur, d'un représentant national et d'un représentant des préleveurs ou organismes de prélèvement.

Ce groupe se réunit une fois par an et il est responsable :

- De conseiller le NICB sur toutes les questions relatives au programme de certification des préleveurs,

- De veiller au bon déroulement du programme,
- De suggérer les améliorations et développement nécessaires du programme,
- D'organiser régulièrement (une fois par an) un séminaire regroupant les organismes de formation ainsi que les organismes de certification.

Les organismes de certification nationaux, doivent définir leur politique en accord avec la norme ISO 17024 et avec le programme de certification cité plus haut. Tous les organismes qui remplissent cette condition sont susceptibles d'intervenir dans ce programme de certification de préleveurs.

Les organismes de certification doivent :

- S'inscrire auprès du NTG avant de participer au programme,
- Obtenir l'accréditation de leur manuel qualité suivant la norme 17024 et le programme de certification,
- Avoir un réseau d'experts techniques sur les domaines de prélèvements revendiqués,
- Etre en liaison avec au moins un organisme de formation susceptible de répondre aux exigences du programme de certification,
- Contrôler que les formations organisées respectent les exigences du programme,
- Conserver, mettre à jour et publier une liste de préleveurs certifiés (incluant la date de certification, le domaine d'intervention, et la date de renouvellement de la certification).

Les **Organismes de formation et d'examen** sont responsables de l'organisation des formations et des examens dans le cadre de ce programme de certification. Ils doivent :

- Etre enregistrés auprès d'un organisme de certification,
- Utiliser des formateurs dont les compétences et l'expérience sont en conformité avec les exigences du programme de certification,
- Organiser des sessions d'examen pour les préleveurs et en assurer la traçabilité.

Le **préleveur certifié** signataire du rapport de prélèvement porte la responsabilité technique du prélèvement. La signature d'un rapport de prélèvement mentionnant la référence à la certification assure que :

- Le prélèvement a été réalisé par la personne signant le rapport.
- Le prélèvement a été réalisé suivant la procédure écrite mentionnée dans le rapport.
- Toutes les modifications de la procédure sont mentionnées dans le rapport.
- Le prélèvement a été réalisé avec un équipement contrôlé.
- Le prélèvement réalisé fait partie du domaine d'application du certificat du préleveur.
- La documentation est archivée comme décrit dans le système qualité.

6.2.4. Programme de certification

Le programme de certification est basé sur des exigences de compétences, de performances et de pratiques des prélèvements.

Exigences de compétences

Le préleveur doit justifier de compétences théoriques et pratiques sur le prélèvement. Pour ceci il peut soit participer à des formations soit soumettre un dossier montrant son expérience dans le domaine (diverses possibilités de valorisations de compétences acquises sur le terrain sont décrites). Les formations doivent être données par des organismes de formation reconnues (cf. ci-dessus). La formation doit comprendre une partie générale sur le prélèvement ainsi qu'une partie spécifique sur les matrices pour lesquelles la certification est demandée.

La personne demandant la certification doit passer un examen final prouvant sa compétence. L'examen est d'une durée de 3 h 30 (examen théorique). Des indications générales sur le contenu des examens sont données dans le document. La note exigée est de 7/10.

Le préleveur doit également prouver le maintien de ses compétences tout au long de la durée de la certification (séminaires, formation, expérience, ...). Il doit également justifier d'un travail régulier de terrain (environ 100 heures par an). La qualité du travail réalisé doit être documentée par des données de contrôle qualité sur les prélèvements réalisés. Le préleveur doit assurer la traçabilité de ces contrôles.

Exigences de performance

Le préleveur peut effectuer un prélèvement certifié si :

- lui-même est certifié et qu'il signe le rapport de prélèvement,
- Des procédures adaptées de prélèvement sont disponibles. Elles doivent être conformes aux normes en vigueur et à différents textes de référence précisés dans le document. Elles doivent être complètes et inclure les paramètres à enregistrer durant le prélèvement, les contrôles qualité exigés, les conditions de conditionnement, stockage, transport des échantillons,
- Un plan d'échantillonnage est disponible,
- Le matériel utilisé est correctement entretenu, étalonné et est vérifié avant le prélèvement,
- Les différents documents et activités sont intégrés à un système d'assurance qualité.

Exigences sur les prélèvements

Des exigences techniques spécifiques sont décrites pour chaque matrice à prélever. Ainsi, pour les eaux souterraines les prélèvements doivent être réalisés par déplacement positif pour les composés volatils et non volatils, par aspiration pour les non volatils, ...

Des contrôles qualité doivent être mis en place suivant les normes en vigueur ou bien les recommandations du document. Ces contrôles peuvent être par exemple :

- Les contrôles qualité des équipements,
- La vérification de l'adaptation des paramètres du prélèvement (matériel, méthode, ...) aux échantillons et aux paramètres à analyser (risque de contamination, de pertes d'analyte, ...),
- Le prélèvement d'échantillons en double afin d'estimer la répétabilité du prélèvement,
- Le prélèvement de blancs (terrain, équipement, transport, flaconnage),
- Le prélèvement sur des stations de référence ou bien la participation à des exercices d'intercomparaison sur le prélèvement,

L'ensemble des opérations liées au prélèvement doit être tracé.

6.2.5. Le processus de certification

La certification peut être délivrée par un organisme de certification accrédité répondant aux exigences de la norme ISO 17024 et sur la base du document « NORDTEST SAMPLER CERTIFICATION » [9].

La certification est valable pour une durée de 5 ans. Pendant cette période, le maintien de la certification est basée sur un rapport annuel établi par le préleveur sur ses activités (formations, prélèvements réalisés, contrôles qualité, réclamations, ...). La recertification au bout de 5 ans inclut la répétition du processus de certification sans les exigences de formation initiale et d'examens.

6.2.6. Conclusion

Le document NORDTEST SAMPLER CERTIFICATION - Scheme Handbook Version 1.0 [9] décrit un système très complet de certification personnelle d'un préleveur. Les exigences sont fortes en ce qui concerne la formation initiale, le maintien des compétences, l'assurance qualité, la traçabilité, les exigences techniques.

Le document qui décrit le système inclut également un très grand nombre d'annexes qui précisent des exigences relatives à chaque partie du système. On peut notamment y trouver des exigences sur :

- le contenu technique des formations,
- le contenu des examens,
- les normes et documents guide à respecter,
- la rédaction des procédures de prélèvement,
- le système qualité à mettre en place,
- les contrôles qualité pour le prélèvement,
- les formulaires de rapport de mission de prélèvement,
- la forme du certificat décerné,
- la forme du rapport annuel,
- le formulaire récapitulatif des réclamations client.

7. Les différents systèmes possibles d'assurance qualité pour les prélèvements

Un système d'assurance qualité peut bien sûr être un système interne sans référence à un référentiel donné. Mais de nos jours, il est nécessaire d'intégrer ce système interne dans un cadre plus large permettant d'assurer l'équivalence des pratiques au niveau français, européen ou international. Ceci passe de façon quasi obligatoire par un système de contrôle ou vérification par une tierce partie. Avec les normes internationales ou européennes existantes, il y a en principe deux façons différentes d'assurer une vérification par une tierce partie de protocoles ou procédures d'échantillonnage :

- l'accréditation des organismes de prélèvement sur la base de méthodes et de normes internationales, nationales ou internes.
- La certification de la compétence individuelle des préleveurs.

Ce paragraphe présente de façon théorique (sans référence systématique au prélèvement ou à la situation française) les systèmes d'accréditation et de certification. Il présente également les systèmes d'agrément et d'habilitation qui ne sont pas des systèmes d'assurance qualité mais qui pourraient être en partie utilisés pour l'amélioration de la qualité des opérations de prélèvements.

7.1. ACCREDITATION

L'accréditation est une attestation formelle délivrée par une tierce partie indépendante, sous la tutelle d'un état, qui déclare qu'un laboratoire, un organisme de contrôle ou un organisme certificateur est compétent dans un domaine donné.

L'échantillonnage fait en théorie partie intégrante d'un exercice destiné à montrer la validité d'un résultat. Il est donc abordé dans la norme ISO 17205 qui est le référentiel pour l'accréditation des laboratoires d'essai. Une organisation peut être accréditée pour réaliser un service comme l'échantillonnage si les exigences décrites dans cette norme sont respectées et qu'ainsi, la compétence pour réaliser cette activité est démontrée. Les exigences sont par exemple liées :

- à la rédaction d'un manuel qualité détaillé,
- à l'utilisation de procédures validées d'échantillonnage,
- à la mise en place de contrôles qualité,
- à la formation et à la qualification du personnel,

- à l'équipement (approprié et métrologiquement contrôlé).

En France c'est le COFRAC qui délivre l'accréditation. L'accréditation permet une reconnaissance internationale à travers les accords de reconnaissance multilatéraux entre organismes nationaux accréditeurs. Un organisme accrédité est régulièrement évalué lors d'audits de surveillance qui ont lieu environ tous les 15 mois.

7.2. CERTIFICATION

La certification est une procédure par laquelle une tierce partie donne une assurance écrite qu'un produit, un processus ou un service est conforme à des exigences spécifiées.

Un préleveur peut ainsi demander à ce que soit reconnue sa compétence pour le prélèvement selon un programme de certification donné. Ceci peut se traduire par la délivrance pour une période définie et moyennant des contrôles périodiques, d'un certificat de compétence pour le prélèvement.

La certification est délivrée par un organisme certificateur tierce partie qui a fait l'objet d'un audit réalisé par le COFRAC qui atteste que l'organisme certificateur est compétent, impartial et indépendant au regard des normes européennes ou internationales. L'accréditation de ces organismes se fait suivant la norme ISO 17024. Ces organismes certifient alors la compétence des personnes sur la base des exigences de cette norme et d'un référentiel « métier ».

Ce référentiel « métier » peut être lié à une obligation réglementaire ou une démarche privée volontaire. On peut trouver par exemple les référentiels suivants :

- Certification de personnels en peinture et revêtements anti corrosion,
- Certification des monteurs en canalisations électriques souterraines,
- Certification des contrôleurs techniques dans les installations d'ascenseurs,
- Certification des personnes réalisant des diagnostics techniques immobiliers (Plomb, Amiante, Performance énergétique, gaz, ...).

Ces référentiels peuvent donc être élaborés :

- Soit par l'état, par exemple dans le domaine du diagnostic immobilier, l'arrêté (exemple arrêté du 6 avril 2007 définissant les critères de certification des compétences des personnes physiques réalisant l'état de l'installation intérieure de gaz et les critères d'accréditation des organismes de certification) précise notamment le contenu des examens théoriques et pratiques que doivent faire passer les organismes certificateurs aux candidats.

- Soit par des organismes privés par exemple EDF pour le référentiel "Certification des monteurs en canalisations électriques souterraines" ou directement un organisme certificateur détenteur de son propre référentiel de certification

Le programme de certification peut inclure des exigences sur les méthodes, les équipements, la documentation, le contrôle qualité, ...

Un exemple de certification pour l'échantillonnage est donné par l'exemple NORDEN cité plus haut. Dans d'autres domaines, la certification individuelle est également utilisée. Dernièrement en France, le décret n°2006-1114 (5/9/2006) a rendu la certification de compétences des diagnostiqueurs immobiliers obligatoire pour les professionnels exerçant cette activité. L'obtention du certificat de compétences est valable 5 ans. Des sociétés ont obtenu l'accréditation COFRAC pour pouvoir délivrer cette certification. Celle ci permet de délivrer des certificats de compétences. L'évaluation des compétences dans le cadre de cette certification est basée sur :

- Un examen qui comporte une épreuve théorique constituée d'un questionnaire et d'une épreuve pratique qui met le diagnostiqueur en situation de réalisation de diagnostic. Ces deux épreuves font l'objet d'une notation séparée.
- Un audit de surveillance réalisé dans la deuxième année. Il permet à l'organisme certificateur de vérifier que la personne certifiée exerce réellement l'activité pour laquelle elle a obtenu la certification, qu'elle se tient à jour des évolutions techniques et réglementaires ainsi que le contenu des rapports remis aux clients. Cette surveillance peut être complétée par une surveillance sur le terrain.
- La recertification : elle a lieu à l'issue de la période de validité du premier cycle de 5 ans. Le candidat passe à nouveau un examen qui comporte une épreuve théorique constituée d'un questionnaire et d'une épreuve pratique qui met le diagnostiqueur en situation de réalisation de diagnostics.

Note : dans le décret 2006-1114, l'exigence de certification est rédigée de la façon suivante :

« Art. R. 271-1. (...) il est recouru soit à une personne physique dont les compétences ont été certifiées par un organisme accrédité dans le domaine de la construction, soit à une personne morale employant des salariés ou constituée de personnes physiques qui disposent des compétences certifiées dans les mêmes conditions...

...La certification des compétences est délivrée en fonction des connaissances techniques dans le domaine du bâtiment et de l'aptitude à établir les différents éléments composant le dossier de diagnostic technique...

...Les organismes autorisés à délivrer la certification des compétences sont accrédités par un organisme signataire de l'accord européen multilatéral pris dans le cadre de la coordination européenne des organismes d'accréditation. L'accréditation est accordée en considération de l'organisation interne de l'organisme en cause, des exigences requises des personnes chargées des missions d'examineur et de sa capacité à assurer la surveillance des organismes certifiés. Un organisme certificateur ne peut pas établir de dossier de diagnostic technique. ».

7.3. COMPARAISON ACCREDITATION-CERTIFICATION

Chacun des deux systèmes a ses avantages et inconvénients. L'organisation en charge du prélèvement doit choisir le système qui lui convient le mieux tant qu'un système n'est pas exigé dans la réglementation. La mise en place de ces systèmes a un coût et ceci doit être pris en compte dans le choix.

L'accréditation est probablement la meilleure option pour les laboratoires qui sont déjà accrédités pour la partie « analyse » de leur activité. L'accréditation garantit la compétence technique. Elle est bien connue dans la communauté des laboratoires et de leurs clients. Une des difficultés principales de l'accréditation sur l'échantillonnage est la difficulté de vérifier la traçabilité ou la validité du prélèvement en raison de la très faible disponibilité et de la difficulté d'organisation des essais d'aptitude spécifiques pour cette activité. Le coût et la charge de l'accréditation peuvent être importants pour des structures non encore accréditées.

La certification individuelle des préleveurs est parfois considérée [6] comme la meilleure solution pour les préleveurs indépendants ou pour les organismes non accrédités comme par exemple les bureaux d'étude. Cependant, la traçabilité et la compétence technique ne sont pas garanties par la certification en elle-même. Par ailleurs, une simple certification suivant la norme ISO 17024 n'inclut pas d'évaluation concernant les méthodes, l'équipement, la documentation ou le contrôle qualité. Le programme de certification peut ajouter des exigences sur ces points. Les besoins en intercomparaison sont les mêmes que pour l'accréditation.

Les coûts et la charge administrative sont moindres pour la certification que pour l'accréditation.

Dans le cadre de l'accréditation, des évaluations sont réalisées très régulièrement (tous les 15 mois). Ces évaluations effectuées par des auditeurs qualitatifs et experts techniques incluent des visites et démonstrations sur site, des exercices de traçabilité, la vérification des méthodes et du matériel utilisés, les aspects métrologiques, ...Ces évaluations n'existent pas ou de façon beaucoup plus succincte dans le cadre de la certification. Ce point est une différence importante entre les deux systèmes.

L'illustration 2 donne quelques éléments de comparaison de l'accréditation et de la certification pour l'échantillonnage.

Systeme	Avantages	Inconvénients	Besoins en recherche et/ou normalisation
Accréditation	<p>Tierce évaluation de la compétence technique de l'organisme pour le prélèvement</p> <p>Reconnaissance internationale</p> <p>Comparabilité et traçabilité des données démontrées lorsque cela est possible</p> <p>Participation à essais intercomparaison (si disponible)</p>	<p>Coût élevé pour les organisations de petite taille.</p> <p>Besoin de normes sur l'échantillonnage</p> <p>Besoin en essais intercomparaison</p> <p>Le niveau de compétence requis n'est pas défini</p> <p>Besoin de validation des méthodes internes.</p>	<p>Recommandations harmonisées sur les contrôles qualité</p> <p>Validation des méthodes d'échantillonnage</p> <p>Essais d'intercomparaison</p>
Certification	<p>Tierce évaluation de la compétence du préleveur</p> <p>Faible coût pour les organismes ne disposant pas d'une accréditation ou d'un système d'assurance qualité</p> <p>Reconnaissance internationale dans le cas de programme de certification internationaux</p> <p>Formation du personnel définie et harmonisée</p>	<p>Comparabilité et traçabilité non démontrée.</p> <p>Besoin de normes sur l'échantillonnage</p> <p>Evaluation limitée aux individus (pas d'évaluation de l'organisation)</p>	<p>Programmes de certification harmonisés</p> <p>Recommandations pour les formations et les contrôles qualité</p> <p>Validation des méthodes d'échantillonnage</p> <p>Essais d'intercomparaison</p>

Illustration 2: comparaison de deux systèmes d'assurance qualité pour l'échantillonnage (d'après [6])

7.4. AGREMENT

L'agrément est un acte par lequel les pouvoirs publics (ministère, administration, ...) déclarent un organisme compétent pour effectuer des opérations dans le cadre de la réglementation française (ex agrément environnement des laboratoires d'analyses, agrément analyse et prélèvement dans le cadre du contrôle sanitaire, ...).

L'agrément est une formule souple qui permet aux autorités de fixer des exigences spécifiques pour une activité et dans le cadre d'une réglementation donnée. Le référentiel est propre à chaque agrément et il ne constitue pas en lui-même un cadre pour un système d'assurance qualité. La difficulté des systèmes d'agrément réside dans la nécessité pour l'administration de vérifier elle-même les exigences fixées. Elle peut déléguer cette vérification mais elle reste en dernier lieu l'instance qui délivre l'agrément.

L'agrément n'est pas dans sa définition un système d'assurance qualité. Il est souvent un cadre général qui peut s'appuyer sur des systèmes d'assurance qualité déjà existant (accréditation, certification) et ajouter des exigences spécifiques non prises en compte par ces systèmes (formation, contrôles qualité, essais interlaboratoires,...).

Exemples

Les exemples d'agrément sont nombreux. Dans le domaine de l'eau les agréments ont déjà été cités [4,5]. A titre d'exemple, dans le domaine de l'expérimentation animale, un agrément géré par les Directions Départementales des Services Vétérinaires existe pour les laboratoires et les individus travaillant sur cette activité. Cette agrément individuel délivré pour une période de 5 ans comporte deux niveaux et ne fait pas référence à un système d'assurance qualité mais exclusivement à des éléments de formation:

- Niveau encadrement (exigence : niveau bac+3 et stage de 15 jours dans 2 écoles vétérinaires)
- Niveau technique (exigence : formation minimum et stage de formation d'une semaine avec attestation de stage)

7.5. HABILITATION

Une habilitation est la double reconnaissance formelle d'une aptitude et d'une autorisation d'exercer. Cette habilitation peut être délivrée soit dans des contextes réglementaires bien définis (ex : habilitation électrique, risques chimiques) soit dans le cadre d'initiatives « individuelles » de sociétés ou de branches d'activités. Très souvent ces initiatives individuelles sont prises dans le cadre plus général de systèmes

d'assurance qualité de type certification ou accréditation. En général, cette habilitation est donnée par le représentant de l'entreprise.

Il existe un grand nombre de type d'habilitation dans des secteurs d'activités très variés.

Pour ce qui concerne les habilitations électriques et habilitations risques chimiques, la démarche est en général basée sur le suivi de stages de formation spécialisée délivrés par des organismes de formation (éventuellement en intra entreprise) ou par des organismes intervenant dans la sécurité. Cette formation est toujours au minimum basée sur une présentation documentaire (livres, études, film, fiches) des risques du domaine concerné. Lorsque l'habilitation se déroule dans un cadre réglementaire, les exigences en matière de formation (contenu, organismes) sont souvent décrites dans la réglementation.

A l'issue du cycle de formation, dont la durée et le contenu varient suivant le niveau d'habilitation visé, l'organisme dispensateur de la formation fait un contrôle de l'acquis souvent sous forme de questionnaires à choix multiples, éventuellement avec un support visuel de cas concrets.

Au final, l'employeur reçoit l'attestation de formation et une carte renseignée à destination de chacune des personnes ayant suivi le stage. A partir de ces éléments, il prononce ou pas l'habilitation.

La durée de cette habilitation est variable suivant les niveaux ou les types d'habilitation. Elle est en général comprise entre 1 et 5 ans.

Exemple de l'habilitation électrique

La formation habilitation électrique est une formation très encadrée par la loi qui débouche sur une capacité à exercer des travaux sur des installations électriques ou à proximité de conducteurs nus.

L'exigence porte essentiellement sur l'employeur qui se doit de confier les travaux concernés uniquement à des personnes qualifiées pour les effectuer.

La législation est très claire pour cette habilitation. Le cadre général est défini par décrets et arrêtés (88-1056 de 1988) et le cadre technique est défini sous forme de recueil de prescriptions (UTEC 18-510).

L'article 46 du 14/11/1988 indique notamment que « l'employeur doit s'assurer que ces travailleurs possèdent une formation suffisante leur permettant de connaître et de mettre en application les prescriptions de sécurité à respecter pour éviter des dangers ...dans l'exécution des tâches qui leur sont confiées. Il doit le cas échéant, organiser au bénéfice des travailleurs concernés, la formation complémentaire rendue nécessaire notamment par une connaissance insuffisante des dites prescriptions »

Exemple de l'habilitation « risques chimiques »

Cette habilitation est issue d'un accord de branche sur la sécurité au travail. Cet accord prévoit que les entreprises extérieures intervenant habituellement en construction, maintenance sur certains sites à risques chimiques, doivent être habilitées par un organisme extérieur. Cet organisme doit être reconnu par l'UIC (Union des Industries Chimiques).

L'habilitation se fait sur la base d'un référentiel technique. Elle comprend un audit d'habilitation et un questionnaire d'audit. Pour chaque question, l'auditeur évalue la conformité, en demandant, en tant que de besoin, soit par sondage, soit de façon plus systématique, les documents d'enregistrement permettant cette évaluation. Les conditions d'application sur site sont également vérifiées.

A l'issue de l'intervention, l'auditeur établit un rapport d'audit énonçant les résultats et statuant sur l'éventuelle habilitation de l'entreprise. Une réponse négative aux questions, dites « rouges » est éliminatoire, et entraîne automatiquement le rejet de l'habilitation. En fonction du pourcentage ou du nombre de remarques (R) et de non-conformités (NC), l'auditeur accorde l'habilitation pour 3 ans, pour un an ou la refuse, selon un barème défini.

La durée de validité de l'habilitation est de 3 ans. Pendant ces 3 années, un audit intermédiaire éloigné de 16 mois minimum et 20 mois maximum de l'audit initial ou de l'audit de reconduction, sera programmé afin de vérifier que le système est maintenu. Cet audit intermédiaire peut porter sur un ou plusieurs points de contrôle choisis au hasard ou sur le ou les points faibles révélés lors de l'audit initial ou de reconduction.

En résumé, les systèmes d'habilitation présentent les caractéristiques suivantes :

- Souvent un cadre réglementaire bien défini,
- Des formations préparant à l'habilitation basées sur un référentiel technique consensuel ou réglementaire,
- Une habilitation délivrée par l'employeur ou par des organismes reconnus,
- Une évaluation régulière plus ou moins espacée dans le temps par l'intermédiaire d'audits ou de contrôles documentaires.

Un tel système d'habilitation pourrait très bien être adapté pour des activités de prélèvement. Cependant, il ne s'agit pas d'un système d'assurance qualité. En particulier, un des manques importants que l'on peut reprocher à ce système est l'absence d'exigences de contrôles sur les opérations régulières effectuées entre deux évaluations.

8. Quelques points importants d'un système d'assurance qualité « prélèvement »

Outre le système d'assurance qualité à mettre en place (organisation générale), un certain nombre de points techniques paraissent indispensables à prendre en compte quel que soit le système choisi afin d'améliorer la qualité générale des prélèvements.

8.1. REFERENTIELS TECHNIQUES

Les référentiels classiques utilisés sont les normes de la série ISO 5667 (cf. 5.1.2). Ces normes sont souvent assez générales mais elles devraient constituer la base du référentiel. Il faut noter que peu de ces normes ISO sont reprises en norme française.

Les fascicules de documentation récemment publiés par l'AFNOR ou en cours de publication devraient également servir de base pour un référentiel technique (cf. 5.1.2). Elles concernent des parties de normes ISO 5667 non reprises en normes AFNOR (eaux de surface, eaux résiduaires et eaux souterraines). Les éventuels manques dans ces documents devraient être identifiés afin de les corriger lors de leur prochaine révision si nécessaire.

Divers autres documents sont également disponibles et pourraient être utilisés comme par exemple « Le guide du préleveur » rédigé par l'Agence de l'Eau Loire Bretagne ou bien également « Le Guide pratique de l'agent préleveur chargé de la police des milieux aquatiques » de P. Le Pimpec (Ed. CEMAGREF). Ces documents n'ont cependant pas de statuts normatifs. D'autres documents sont aussi disponibles pour les prélèvements en eaux marines (cf Annexe 1).

8.2. FORMATION

La formation est un des points importants à développer dans un système d'assurance qualité sur le prélèvement. La formation sur ces activités est pour l'instant souvent effectuée, notamment dans le cadre de l'accréditation, sur la base de compagnonnages internes souvent limités à des considérations très pratiques sur un nombre de cas restreints.

Or cette activité de prélèvement est spécifique comparée à une activité d'analyse chimique dans un laboratoire. En effet, on ne dispose pas de critères objectifs permettant de juger de la qualité d'un prélèvement (absence de matériaux de référence, de points de contrôle, absence d'essais intercomparaison régulier, ...). La qualité de la prestation réalisée est donc très fortement liée à la compétence de l'opérateur et à ses connaissances théoriques et pratiques.

Un système d'assurance qualité prélèvement devrait donc insister fortement sur ce point en détaillant les aspects de :

- Formation initiale (contenu et modes de formation),
- Maintien des compétences.

Nous reprenons par exemple ci-dessous quelques éléments extraits du document NORDTEST SAMPLER CERTIFICATION.

Dans ce document les formations sont divisées en deux parties : une partie sur les concepts généraux de l'échantillonnage et un volet sur les concepts spécifiques liés aux différents milieux étudiés (eaux de surface, souterraines, marines, ...). La partie générale est théorique et les parties spécifiques sont théoriques et pratiques.

La partie générale développe les points suivants :

- Théorie de l'échantillonnage.
- Statistiques simples sur l'échantillonnage.
- Procédures de contrôle qualité.
- Procédures d'assurance qualité.

Les parties spécifiques développent les points suivants :

- Hygiène et sécurité.
- Objectif du prélèvement.
- Analyse d'un plan d'échantillonnage.
- Principe des techniques de prélèvement (matériel, méthodes, ...).
- Préparation d'une campagne de prélèvement.
- Contrôle des équipements, étalonnage, maintenance.
- Le prélèvement.
- Les principes de conditionnement, conservation, transport.
- Les procédures de contrôle qualité (vérification des équipements, contrôle des contaminations, doubles de prélèvement, blancs équipement, transport, flaconnage, intercomparaison, ...).

- Informations sur les incertitudes liées aux étapes de terrain et les facteurs critiques.
- Traçabilité (identification des échantillons, enregistrement terrain, rapport de terrain, ...).
- Spécificité du milieu considéré (par exemple pour les eaux souterraines : notions d'hydrologie et hydrochimie, prélèvement pour les composés volatils, non volatils, paramètres physico chimiques, pompes refoulantes, aspirantes, ...).

8.3. CONTROLES QUALITE

Ce point est également un des points essentiels à développer dans un système d'assurance qualité sur l'échantillonnage.

La notion de contrôle qualité est largement répandue pour les analyses de laboratoire. Elle doit également être prise en compte dans les étapes de prélèvements (ce qui n'est pas suffisamment le cas à l'heure actuelle). Les contrôles qualité permettent à l'opérateur de vérifier la qualité et la fiabilité de son travail et permettent également à l'utilisateur final de la donnée d'avoir confiance dans les résultats fournis.

Il n'est bien sûr pas envisageable de généraliser ces contrôles comme dans les laboratoires d'analyse notamment pour des questions de coût et de difficultés techniques. Il s'agit plutôt de commencer à introduire ce type de contrôle, de les planifier sur la durée et de les exploiter afin de définir ceux qui, suivant les paramètres, seront les plus pertinents et devront être poursuivis ou amplifiés en raison des informations capitales apportés sur la qualité du prélèvement réalisé. On peut également envisager que le type et le nombre de contrôles qualité pour le prélèvement soient fonction des objectifs du prélèvement et des enjeux liés aux résultats.

De façon générale, tant que l'on ne dispose pas d'éléments chiffrés objectifs, il est très difficile d'améliorer un processus. C'est le cas jusqu'à présent pour les étapes de prélèvement et d'échantillonnage. L'introduction de ces contrôles qualité aurait l'énorme avantage de permettre une évaluation de ces étapes et ainsi de les améliorer.

Ces contrôles peuvent avoir plusieurs objectifs. Il peut s'agir de :

- Montrer l'efficacité de la procédure d'échantillonnage/prélèvement,
- Montrer que les sources d'erreurs sont contrôlées,
- Détecter et surveiller les sources d'erreurs (rejeter données suspectes),
- Évaluer la contribution de l'échantillonnage à l'incertitude totale sur le résultat.

Des exemples de contrôle qualité pour les opérations de prélèvement et d'échantillonnage peuvent être trouvés dans les documents suivants : Norme ISO 5667-14 [8], document Nordtest Sampler Certification [9]., EPA Guidelines Regulatory Monitoring and Testing – Groundwater Sampling. June 2007 [7].

Les contrôles qualité liés à l'échantillonnage permettent d'assurer que les données acquises sont suffisamment fiables pour représenter l'état de la masse d'eau au moment de l'échantillonnage. Un changement significatif de la concentration dans l'échantillon dû au flaconnage, à la manipulation, au transport doit pouvoir être identifié par l'introduction de contrôles qualité.

Des exemples de ces contrôles sont décrits ci-dessous. Ils sont complémentaires.

8.3.1. Blancs

Ils ont pour objectif de détecter à différents niveaux de la chaîne de mesure, des contaminations éventuelles de l'échantillon. Parmi ceux-ci on peut citer [7] :

- Les blancs « terrain » et « transport » : ils doivent détecter les contaminations de sources comme les poussières, les retombées atmosphériques. On peut par exemple remplir au laboratoire 3 flacons avec une eau ultra pure. Sur le terrain, deux flacons sont ouverts pendant la durée du prélèvement puis sont refermés et transportés avec le flacon non ouvert au laboratoire dans les mêmes conditions que les échantillons.
- Blancs « flaconnage » : les flacons sont choisis au hasard dans le stock de flacons du laboratoire. Ils sont remplis d'eau ultra pure puis conservés comme les échantillons. La durée de conservation doit être représentative de la durée de conservation des échantillons entre le prélèvement et l'analyse.
- Blancs « équipement » : ils peuvent être utilisés pour montrer la non contamination ou bien l'efficacité du système de nettoyage du matériel de prélèvement (tuyaux, pompe, seaux, ...). Après application des procédures habituelles, une aliquote d'eau ultra pure est utilisée comme dernière étape de rinçage.
- Blancs de filtration : certains paramètres nécessitent une filtration sur le terrain. La contamination éventuelle apportée par cette étape doit être estimée. Après application des procédures habituelles de décontamination du système de filtration, une aliquote d'eau ultra pure est soumise à filtration.

8.3.2. Doubles

En fonction de la façon de réaliser les doubles sur le terrain, les informations retirées seront différentes.

Des doubles peuvent être effectués par séparation en deux d'un échantillon prélevé. Les analyses effectuées sur ces deux aliquotes donneront une idée de la répétabilité analytique du laboratoire. Si ces doubles sont envoyés à deux laboratoires, les résultats seront une estimation de la variabilité interlaboratoire.

Des doubles peuvent aussi être réalisés en prélevant à deux endroits différents sur un même site ou bien à deux moments différents toujours sur un même site, deux échantillons. Les analyses de ces deux échantillons donneront une information sur l'incertitude globale liée à la mesure incluant également la variabilité du milieu dans un cadre déterminé.

8.3.3. Dopage

Des échantillons peuvent être dopés sur le terrain ou au laboratoire avec des quantités connues d'analyte. Ces échantillons dopés peuvent subir différentes étapes du processus d'échantillonnage afin de vérifier l'absence d'effet de ces étapes (pas de pertes ni d'enrichissement). Ces étapes peuvent être, le transport, la filtration, le conditionnement, ...

8.4. RELATION PRELEVEUR-LABORATOIRE

Dans le domaine de l'environnement il arrive souvent que les structures réalisant les prélèvements et les laboratoires qui analysent les échantillons soient des entités différentes. Afin de fiabiliser l'ensemble de la chaîne de mesure y compris dans le cas où préleveur et analyste appartiennent à la même structure, il est particulièrement important que cette interface soit bien définie en termes de responsabilités et d'exigences techniques du préleveur ou du laboratoire. Un des objectifs d'un système d'assurance qualité à développer pour le prélèvement devrait prendre en compte cet aspect de la relation avec le laboratoire (par exemple contrat de sous-traitance définissant les responsabilités de chacun). Les points techniques à aborder sont nombreux sur ce thème :

- Le flaconnage,
- Le conditionnement des échantillons,
- Les conditions de transport et de stockage des échantillons,
- Les délais avant analyse,
- L'estimation de l'incertitude globale sur la mesure qui doit faire intervenir le préleveur et le laboratoire,

- Les contrôles qualité terrain encore peu répandus mais dont la nécessité apparaît de plus en plus sont à gérer par le préleveur mais ils nécessiteront bien évidemment l'intervention du laboratoire pour la réalisation des analyses.

Le non maitrise de cette interface préleveur-laboratoire pourrait à termes aboutir à des conflits et des rejets de responsabilité entre structures concernant de possibles résultats non-conformes.

9. Conclusion

L'assurance qualité dans les laboratoires d'analyse est maintenant largement répandue principalement à travers l'accréditation et le système d'agrément des laboratoires. En ce qui concerne l'échantillonnage des eaux et des sédiments, la situation est plus contrastée. Compte tenu des enjeux liés à la mise en place de la Directive Cadre sur l'Eau, le renforcement de la qualité et de l'assurance qualité des opérations d'échantillonnage à travers un système à définir réglementairement apparaît comme une nécessité.

Ce renforcement devrait passer à la fois par le choix d'un cadre général de système qualité et par la préparation d'un programme technique décrivant des exigences concrètes pour les activités d'échantillonnage des eaux.

Le choix d'un système est délicat compte tenu notamment de la diversité des organismes susceptibles d'intervenir sur le terrain. Afin de faciliter le choix, une différenciation pourrait être faite entre d'une part les activités de police de l'eau et d'autre part les activités de prélèvement régulier dans le cadre des programmes de surveillance de type DCE. Les systèmes à mettre en place pourraient être différents pour ces deux types d'activité compte tenu des objectifs eux-mêmes différents poursuivis et des types d'organismes impliqués.

Pour ce qui concerne le système à mettre en place dans le cadre des programmes réguliers de surveillance, plusieurs hypothèses semblent envisageables. Seuls deux systèmes sont réellement des systèmes d'assurance qualité. Il s'agit de l'accréditation et de la certification individuelle des préleveurs.

L'agrément est une solution « souple » qui peut s'appuyer totalement ou partiellement sur un des ces deux systèmes ou bien intégrer d'autres exigences par exemple de formation.

L'habilitation implique souvent des exigences fortes de formation initiale. A l'inverse, les exigences concernant la qualité des prestations effectuées pendant la période de validité de l'habilitation sont en général absentes.

A l'heure actuelle en France, c'est principalement l'accréditation qui est utilisée comme système d'assurance qualité pour les activités d'échantillonnage. Dans les études environnementales, l'accréditation n'est cependant pas une exigence réglementaire.

Les exigences de l'accréditation « échantillonnage » restent encore peu harmonisées et parfois insuffisantes. Le COFRAC est en cours d'élaboration d'une nouvelle politique

sur les activités de prélèvement et d'échantillonnage. Cette politique devrait préciser le cadre général de l'accréditation sur ces activités. L'accréditation d'unités ne faisant pas partie de laboratoires mais effectuant des prélèvements ainsi que des analyses sur site accréditées devrait être facilitée. En plus de cette politique générale, des programmes techniques plus développés et harmonisés semblent également nécessaires. Moyennant toutes ces améliorations, l'accréditation pourrait être un système exigeant et facile à mettre en place.

En Europe du Nord, un système particulièrement complet de certification personnelle des préleveurs a été développé. Il met un accent très fort sur la formation et il s'appuie sur un programme technique adapté.

Quelque soit le système, les exigences qui paraissent indispensables à prendre en compte ou renforcer en plus des exigences classiques de l'assurance qualité (traçabilité, métrologie,...) sont les suivantes :

- Un contrôle externe régulier des activités par un organisme tiers.
- Des exigences fortes sur la formation : encore plus que l'activité laboratoire, l'activité de prélèvement pour laquelle de multiples situations peuvent se présenter, nécessite de la part du préleveur un niveau de formation important pour réagir correctement face à ces situations.
- Des exigences en termes de contrôles qualité sur le terrain (blancs, doubles) afin de disposer de données pour améliorer de façon objective les pratiques.

10. Bibliographie

- [1] FD ISO 6107-2 (2006) : Qualité de l'eau – Vocabulaire – Partie 2, AFNOR.
- [2] NF EN ISO/CEI 17025 (2005) : Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, AFNOR.
- [3] Projet de directive de la commission européenne établissant, suivant la Directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil, des spécifications techniques pour l'analyse chimique et la surveillance de l'état de l'eau (en cours d'approbation).
- [4] Arrêté du 29 novembre 2006 portant modalités d'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques au titre du code de l'environnement.
- [5] Arrêté du 24 janvier 2005 relatif aux conditions d'agrément des laboratoires pour la réalisation des prélèvements et des analyses du contrôle sanitaire des eaux.
- [6] Schreiber and al. (2006), Chemical and Environmental sampling: quality through accreditation, certification and industrial standards, *Accred Qual Assur.*, 10:510-514.
- [7] Doug Johnston – "EPA Guidelines – Regulatory Monitoring and Testing – Groundwater sampling – June 2007".
- [8] ISO 5667-14 (1998) Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 14 : Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales, ISO.
- [9] NORDTEST SAMPLER CERTIFICATION - SCHEME HANDBOOK VERSION 1-0 (2005), Nordic Innovation Center.
- [10] NF EN ISO/CEI 17024 (2003) - Évaluation de la conformité - Exigences générales pour les organismes de certification procédant à la certification de personne
- [11] Boos A. et Leroy M (1997), Qualité et assurance qualité en chimie analytique, Techniques de l'ingénieur Ed.

Annexe 1

Prélèvements pour les eaux marines

Cadre Général

Dans le cadre de la mise en œuvre de la Directive Cadre sur l'eau, les prélèvements d'échantillons pour les eaux marines peuvent s'effectuer de deux façons, soit à partir de l'estran ou d'une digue, soit à partir d'une embarcation.

- Le prélèvement à partir de l'estran ou d'une digue ne présente pas de caractéristiques différentes de celui qui est réalisé dans le cadre des eaux continentales. Il faut toutefois prendre en considération l'état de la mer qui peut empêcher dans certains cas, pour des raisons de sécurité des personnes, toute action de prélèvement. Il faut noter que ce type de prélèvement n'est pas toujours représentatif de la masse d'eau et donc qu'il est réalisé à titre exceptionnel (uniquement préconisé lorsque les moyens nautiques ne peuvent être déployés)
- Le recours à une embarcation constitue la spécificité du prélèvement en milieu marin. Sa disponibilité, les critères de sécurité liés à sa mise en œuvre et l'état de la mer sont autant de contraintes à la bonne réalisation du prélèvement. Sur les façades Atlantique et Manche, les critères physiques (courants, heure, coefficient de marée) constituent une contrainte supplémentaire.

Etat des lieux

Les personnels des laboratoires Environnement et Ressources (LERs) de l'Ifremer participent aux prélèvements lorsque i) les points de prélèvements sont facilement accessibles au moyen d'une logistique terrestre courante, ii) les moyens nautiques mis à disposition par l'Ifremer dans chacun de ses laboratoires sont adaptés au type de prélèvement à effectuer. Lorsque ces derniers ne sont plus adaptés, deux possibilités existent :

- Soit, seuls des moyens nautiques extérieurs sont mobilisés, les personnels de l'Ifremer embarquant à bord pour réaliser les prélèvements. Ces moyens peuvent provenir, par exemple, de la gendarmerie maritime, des sapeurs pompiers, de la SNSM.
- Soit des intervenants extérieurs réalisent le prélèvement :
 - Les Cellules Qualité des Eaux Littorales (CQEL), réparties sur l'ensemble des départements littoraux, qui dépendent du MEEDDAT jusqu'en 2010. A partir de cette date, elles seront rattachées au préfet de leur département.
 - Les stations marines dépendant du CNRS et/ou de l'Université,
 - La Marine Nationale, des Laboratoires départementaux littoraux,
 - Des professionnels (par exemple, conchyliculteurs), des bureaux d'études, des associations.

Référentiels

Les manuels de méthodes spécifiques au milieu marin (Aminot & Chaussepied 1983, Aminot & Kérouel 2004) décrivent les bonnes pratiques de prélèvements, notamment pour limiter les possibilités de contamination de l'échantillon, au moment de prélèvement, puis entre le prélèvement et la réalisation de l'analyse. Quelques guides techniques spécifiques à la phase de prélèvement, basés sur les manuels de référence précédents, servent de support à la réalisation des prélèvements d'eau, notamment dans le cadre de la DCE.

- **Guide de prélèvement d'échantillons marins pour l'analyse des contaminants chimiques**, D. Claisse, 2007. Ifremer - R.INT.DCN-BE/2007.05/Nantes
- **Consignes pour le prélèvement d'échantillons d'eau en vue de mesures hydrologiques**, A. Daniel, 2007. Ifremer – Rapport interne du Laboratoire DYNECO-Pelagos.
- **DVD sur le prélèvement hydrologique**, (en cours de préparation), A. Daniel, Ifremer - Laboratoire DYNECO-Pelagos,

Éléments de qualité

Les prélèvements d'eau en milieu marin sont généralement associés à des mesures *in situ* effectuées à l'aide de sondes multi paramètres (température, salinité, turbidité, oxygène dissous). Ces sondes doivent faire l'objet d'un suivi métrologique renforcé.

Etant donné les faibles concentrations rencontrées en milieu marin, il est nécessaire d'utiliser un matériel spécifique et d'avoir des conditions de conservation des échantillons optimales.

Formation

Selon le paramètre à mesurer, des bonnes pratiques de prélèvements doivent être appliquées pour éviter toute dégradation initiale (contamination, dégradation) de l'échantillon, des formations sont organisées par les experts Ifremer (sessions générales ou formation individuelle sur le terrain). Une attestation de formation est généralement délivrée. A ce jour, il n'est pas prévu de réaliser un contrôle des connaissances acquises à l'issue de la formation, ni de vérification de celles-ci après une période déterminée. Toutefois, certains laboratoires LERs réalisent des rappels de formation à intervalles réguliers.

Habilitation

Dans les laboratoires LERs, la réalisation des prélèvements est effectuée par des personnes habilitées. Cette habilitation intervient après une période de tutorage. Pendant cette période, les différents aspects du prélèvement sont revus (sécurité, point de prélèvement, accessibilité, matériel nécessaire, précautions analytiques, etc ...). La pratique régulière des prélèvements vaut maintien de l'habilitation.

Bibliographie

Manuel des analyses chimiques en milieu marin, Aminot et Chaussepied, 1983. CNEXO, 395 pages.

Hydrologie des écosystèmes marins, paramètres et analyses, Aminot A. et Kérouel R., 2004. Ifremer, 336 pages.

Annexe 2

Normes de la série ISO 5667 traitant de l'eau et des sédiments

Les normes soulignées sont reprises en norme française.

NF EN ISO 5667-1 (2007) Partie 1 : lignes directrices pour la conception des programmes et des techniques d'échantillonnage.

NF EN ISO 5667-3 (2004) Partie 3 : lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau.

ISO 5667-4 (1987) Partie 4 : guide pour l'échantillonnage des eaux des lacs naturels et des lacs artificiels.

ISO 5667-5 (2006) - Partie 5 : lignes directrices pour l'échantillonnage de l'eau potable des usines de traitement et du réseau de distribution.

ISO 5667-6 (2005) - Partie 6 : lignes directrices pour l'échantillonnage des rivières et des cours d'eau.

ISO 5667-9 (1992) - Partie 9 : guide pour l'échantillonnage des eaux marines.

ISO 5667-10 (1992) - Partie 10 : guide pour l'échantillonnage des eaux résiduaires.

ISO 5667-11 (1993) - Partie 11 : guide général pour l'échantillonnage des eaux souterraines.

ISO 5667-12 (1995) - Partie 12 : guide général pour l'échantillonnage des sédiments.

ISO 5667-14 (1998) - Partie 14 : Lignes directrices pour le contrôle de la qualité dans l'échantillonnage et la manutention des eaux environnementales.

ISO 5667-15 (1999) - Partie 15 : guide général pour la préservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments.

ISO 5667-17 (2000) - Partie 17 : lignes directrices pour l'échantillonnage des sédiments en suspension.

ISO 5667-18 (2001) - Partie 18 : lignes directrices pour l'échantillonnage des eaux souterraines sur des sites contaminés.

NF EN ISO 5667-19 (2005) - Partie 19 : lignes directrices pour l'échantillonnage des sédiments en milieu marin.



Centre scientifique et technique
Service Métérologie, Monitoring, Analyse
3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34