

# Une tranche d'histoire de l'analyse des sols 1975 – 2006 Contribution du laboratoire d'analyses des sols (LAS) d'Arras

*Collectif<sup>1</sup>*

Cet article est le résultat d'un travail collectif dont l'objectif est de souligner quelques points majeurs ayant contribué significativement à l'évolution de l'unité, sur la période allant de 1975 jusqu'à 2006. On les classera en quelques grands thèmes :

- L'évolution des demandes analytiques et des domaines d'intervention,
- L'évolution des techniques d'analyses et de leur environnement (traitement de l'information, automatisation),
- L'évolution des méthodes,
- La gestion de la qualité,
- Les changements dans les façons de travailler.

## **1. Evolution de la demande**

Lorsqu'en 1975, le LAS d'Arras se voit confier la centralisation des analyses de sols réalisées à l'INRA, les préoccupations relèvent essentiellement d'aspects agronomiques, pédologiques ou cartographiques. L'analyse constitue alors un outil pour améliorer le rendement des cultures, pour préserver le potentiel nutritif des sols ou encore pour caractériser ces derniers à plus ou moins grande échelle. Toutefois, avec le temps, les questions posées à l'analyse prennent une dimension environnementale et concernent la préservation des sols de nos pratiques culturelles, de nos activités industrielles, de nos déchets.

Les paramètres mesurés évoluent des éléments nutritifs majeurs (N, P, K) et oligo-éléments (Cu, Mn, Zn) vers les éléments traces métalliques (ETM : Cd, Hg, Pb) considérés comme indésirables au-delà de leurs teneurs naturelles ou vers les micropolluants organiques (MPO : pesticides, hydrocarbures aromatiques polycycliques- HAP, polychlorobiphényles - PCB). En termes de concentrations on passe du g/kg au mg voire au µg/kg, jusqu'à atteindre les quelques ng/kg dans des cas comme les polychloro-dibenzo-dioxines (PCDD) ou dibenzofurannes (PCDF).

D'une certaine manière, les préoccupations d'une société peuvent s'apprécier dans ce qu'elle mesure ou cherche à mesurer. De ce point de vue, et à des rythmes qui restent toujours bien entendu discutables, il est indéniable que nous évoluons du quantitatif vers plus de qualité en alimentation et que nous nous interrogeons de plus en plus sur la préservation de notre environnement. Dans ce dernier cas l'analyse peut prendre un caractère systématique dans le temps et dans l'espace à travers des programmes de suivi tels que le RMQS (Réseau de Mesure de la Qualité des Sols) ou Renecofor (Réseau National de suivi des ECOSystèmes FORestiers) et on peut supposer que ce type de démarches passera des niveaux nationaux à un niveau européen.

---

<sup>1</sup> INRA Laboratoire d'Analyses des Sols – 273, rue de Cambrai - 62000 Arras - ☎ 03 21 21 86 35  
[Ciesielski@arras.inra.fr](mailto:Ciesielski@arras.inra.fr)

## 2. Evolution des techniques

Les cinq paragraphes de ce chapitre traitent de différents aspects de l'analyse qui ont eu des incidences importantes pour le LAS. Ils peuvent s'inscrire dans des contextes plus larges et faire l'objet de développements plus généraux mais nous sommes attachés à rester dans le cadre de l'unité.

### 2.1. La spectrométrie

En 1975, la technique d'absorption atomique était déjà bien implantée dans les laboratoires et notamment à Arras (première implantation en 1971). En quelques années elle venait de bouleverser les pratiques de la chimie analytique minérale. En associant les principes de la spectrométrie d'émission jusque là dédiée aux éléments alcalins (K, Na) et de la spectrophotométrie (ou colorimétrie), le pas était franchi pour se dégager de façon significative de la liaison chimique (en passant de la molécule à l'atome) et gagner en spécificité et en sensibilité par rapport aux méthodes titrimétriques ou gravimétriques. Dans le domaine de l'analyse de sol, le dosage d'éléments comme le calcium, le magnésium, le cuivre, le fer, le manganèse, le zinc pouvaient se réaliser sans contrainte particulière de milieu et de sensibilité. Certains dosages n'ont d'ailleurs pas subi de modifications fondamentales depuis.

De la sensibilité on continuait toutefois à en manquer pour mesurer des concentrations de l'ordre de quelques  $\mu\text{g/l}$ , mais les progrès de l'absorption atomique n'allaient pas s'arrêter là. Le remplacement de la flamme comme générateur d'atomes par l'atomisation électrothermique (four graphite) allait apporter une solution au problème (première implantation à Arras dès 1972). Malgré une exigence supplémentaire en termes d'efforts à fournir dans la recherche des conditions de spécificité du signal, la voie était ouverte pour le dosage d'éléments traces métalliques en très faibles concentrations (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn).



**figure 1** : *Emission plasma couplée à la spectrométrie de masse*

Si la température de la flamme air-acétylène utilisée en absorption atomique s'avère suffisante pour produire des atomes pour bon nombre d'éléments, elle ne permet pas le dosage simple de ceux conduisant à des composés réfractaires (nécessité d'une flamme plus chaude protoxyde d'azote – acétylène) et reste trop peu sensible pour d'autres. L'énergie fournie reste également insuffisante pour produire des transitions au sein des atomes, source de l'émission de photons et de leur utilisation analytique. Ce pas est franchi à la fin des années 70 avec l'apparition des

sources plasma et de la technique d'émission en plasma induit d'argon (ICP-AES). Le LAS d'Arras s'équipe de cette dernière dès 1980, se simplifiant ainsi la tâche pour les dosages d'éléments comme le bore, l'aluminium, le silicium et bien d'autres. L'intérêt de l'ICP-AES est renforcée par sa capacité potentielle à s'adapter aux dosages multi élémentaires, pratique qui va s'accroître au fil des générations d'appareils avec les progrès réalisés dans les systèmes de détection et la stabilisation du signal de mesure (depuis 1980, le LAS a connu cinq générations de matériel).

Avec des sensibilités qui approchent celles de l'absorption atomique avec atomisation électrothermique, l'ICP va de nouveau connaître des progrès conséquents et déterminants avec le couplage à la spectrométrie de masse (**ICP-MS – figure 1**), instrument incontournable pour le dosage d'éléments traces et ultra-traces (première implantation à Arras en 1998). Du comptage de photons sans masse on passe à celui d'ions pesants rejoignant ainsi un concept déjà largement utilisé en chimie organique.

## **2.2. La détermination des micropolluants organiques**

Le besoin se s'adapter aux évolutions techniques du chapitre précédent prend ici quasiment un caractère d'exigence à cause de l'accroissement continu du nombre, de la diversité et de la complexité des composés organiques considérés comme indésirables dans les milieux naturels.

En s'équipant de systèmes de chromatographie au début des années 1990, l'objectif initial du LAS était de disposer d'outils d'analyses pour intervenir prioritairement dans le domaine du dosage des pesticides dans les sols. Mais très vite il nous a fallu répondre à des préoccupations d'une autre nature en relation avec la réglementation en matière d'épandage des déchets (décret 97-1133 du 8/12/1997 et arrêté du 8/01/1998). Pour la première fois, à la liste classique des éléments traces métalliques, s'ajoutait le suivi de composés organiques dans les déchets : les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et les poly-chloro-biphényles (PCB).

Les mandats confiés par la Commission européenne aux instances de normalisation, les sujets actuellement traités, laissent entrevoir de nouvelles exigences dans le cadre des prochaines directives européennes en relation avec les déchets et le sol. Dans cette perspective le LAS se prépare depuis plusieurs années à devoir analyser des composés comme les nonyl-phénols (détergents), les esters de l'acide phtalique (plastifiants), les poly-chloro-dibenzo-dioxines (PCDD) ou dibenzo-furannes (PCDF) qui s'ajouteront aux HAP et PCB. Cette première liste n'est pas exhaustive et il est vraisemblable qu'il nous faudra envisager rapidement le cas de composés comme les résidus pharmaceutiques ou vétérinaires ou d'autres encore comme les biphényls éthers polybromés (retardateurs de flamme).

Comme on peut le remarquer, il s'agit rarement de rechercher un composé unique mais plutôt de caractériser des ensembles de plusieurs constituants d'une même famille chimique. Des PCB, par exemple, parmi les 209 congénères possibles, on en retient généralement 7 ou 20 nombre qui passe à 17 dans le cas des PCDD et PCDF pour un total de 210. Dans ces conditions, la nécessité d'une meilleure sécurité dans l'identification des composés, ajoutée à l'intérêt que présente l'usage de molécules isotopiquement marquées pour le contrôle des processus analytiques, font converger les choix techniques vers la spectrométrie de masse. Le LAS n'a pas échappé à cette tendance et la panoplie des détecteurs utilisés (ionisation de flamme - FID, azote/phosphore – NPD, à capture d'électrons – ECD) a été renforcée par la spectrométrie de masse classique (déterminations des esters phtaliques, des nonyl-phénols) pour aboutir à la spectrométrie de masse haute résolution (**figure 2**) pour les cas les plus difficiles (PCDD, PCDF).



**figure 2 :** *Spectromètre de masse haute résolution*

### **2.3. L'analyse du solide (teneurs totales)**

L'analyse directe du solide est un vieux rêve de chimiste qui en soumettant l'échantillon à des sources d'énergie diverses (arc électrique, rayonnements divers, énergie thermique) a toujours espéré en extraire des informations analytiques fiables. Cette ambition a cependant toujours été contrariée par la difficulté à surmonter deux obstacles de taille :

- L'hétérogénéité d'une phase solide comparée à son équivalent liquide après une mise en solution ;
- Le caractère très ponctuel de l'impact énergétique auquel le solide est soumis limitant la représentativité du signal recueilli.

Le LAS n'a pas échappé à ces difficultés et il a dû parfois abandonner certaines options techniques. Il en a été ainsi de la fluorescence des rayons X (première implantation en 1974, abandonnée en 2000) qui n'a pas résisté aux méthodes de minéralisation par voie liquide suivies de dosages spectrométriques, surtout lorsque ces derniers ont donné accès à l'analyse multi élémentaire. Dans d'autres cas, cependant, nos efforts ont été couronnés de succès ouvrant la voie aux microanalyses sur des matrices aussi hétérogènes que des sols. Les déterminations du carbone et de l'azote du sol s'effectuent aujourd'hui après combustion de l'échantillon sur des prises d'essai n'excédant pas 50 mg. Une telle masse peut sembler excessivement faible comparée aux quelques milliers de tonnes d'une parcelle agricole. En réalité, comme le montrent les circuits inter laboratoires, elle n'est pas moins représentative que des quantités de quelques grammes, pour peu que l'échantillon soit suffisamment broyé et divisé correctement, mais aussi parce que la matière organique du sol se prête à cette réduction. Il y a donc un prix à payer en terme de préparation de l'échantillon pour analyser un solide mais, en évitant l'usage d'acides concentrés (méthode Kjeldahl pour l'azote) de composés toxiques (oxydation sulfochromique pour le carbone) la contrepartie est importante dans le domaine de la sécurité des agents et de la préservation de l'environnement.



**figure 3** : *Analyseurs de carbone et d'azote*

#### **2.4. Du geste au mouvement, les limites de l'automatisation**

Le succès d'une phase d'automatisation repose en grande partie sur sa capacité à prélever et à déplacer une fraction constante ou mesurable d'un échantillon sans modifier la grandeur à mesurer. La difficulté à maintenir la représentativité de la prise d'essai va s'amplifier avec le degré d'hétérogénéité de l'échantillon en question. Dans ce contexte, la manipulation d'échantillons liquides homogènes pose un minimum de problèmes. Aussi, quelle que soit la cadence analytique, le passeur d'échantillons est devenu le complément indispensable au système d'analyse proprement dit. Les quantités manipulées doivent rester en adéquation avec celles requises par la décontamination des circuits de transfert et par le processus analytique. Lorsque ces deux conditions sont réunies la faisabilité technologique est généralement d'autant plus accessible que les quantités à traiter sont petites. Cette observation s'applique aux échantillons solides avec l'exigence supplémentaire d'une représentativité de la prise d'essai plus complexe à préserver car les quantités manipulées doivent être d'autant plus importantes que la granulométrie est grossière. Il n'y a donc rien de surprenant à ce que l'automatisation impliquant la manipulation de phases solides soit en retrait par rapport à celle concernant des liquides à cause justement du choix initial d'une granulométrie trop grossière des échantillons soumis à essai qu'il est aujourd'hui très difficile de changer, pour des raisons qui seront évoquées plus loin.

#### **2.5. De l'analogique au numérique, de la boîte à outils à l'informatique**

De nos jours, la forme analogique des signaux numérisés n'est plus utilisée qu'à titre d'illustration ou d'esthétique. Au milieu des années 70, le problème était inverse et la question était d'être capable de transcrire un signal analogique (vernier de balance, galvanomètre, enregistreur) sous une forme numérique directement imprimable pour éviter les erreurs humaines de transcription. En quelques années, l'informatique, en décuplant les possibilités des outils de mesure a bouleversé nos pratiques. Claviers et écrans se sont interposés entre les potentiomètres et le technicien et, d'une certaine manière, ils ont dématérialisé ses actions. Dématérialisation également des supports de transfert d'information car quelques feuilles de papier ne suffisent plus à contenir la masse de données générées par des analyses multi élémentaires, par exemple. Il faut dès lors d'adapter à de nouveaux modes de gestion de l'information pour s'assurer de la cohérence de l'ensemble des fonctions d'étalonnage, de leur stabilité dans le temps, de l'absence d'anomalies sur des valeurs

individuelles avant de transférer en toute sécurité un fichier validé vers un système centralisateur.

### **3. Evolution des méthodes**

#### **3.1. Les types de détermination**

Comme nous l'avons vu précédemment, dans une analyse de sol la mesure n'est réalisée sur l'échantillon solide que dans de rares exceptions. Dans la majorité des cas, il est nécessaire d'effectuer préalablement une extraction totale ou partielle des composés ou éléments à déterminer. Dès lors pour un non-spécialiste les choses se compliquent singulièrement puisqu'un laboratoire comme le notre propose jusqu'à six méthodes de détermination du phosphore et sept pour le cuivre et encore s'agit-il d'une sélection. Pour simplifier l'approche, nous avons donc classé les déterminations réalisées en fonction des types de paramètres à quantifier. Encore faut-il distinguer la mesure proprement dite des conditions de milieu choisies pour la réaliser (conditions d'extraction, réactif utilisé, granulométrie de l'échantillon) qui peuvent relever de la convention. C'est sur le degré de convention que repose notre classification dans le cas présent. Sachant que plus la convention concernera des facteurs d'influence décisifs, plus il sera difficile de modifier une méthode.

##### 3.1.a. Les teneurs totales

Sous cette appellation on va rencontrer la détermination des teneurs totales en éléments majeurs, mineurs ou traces ou en certains composés d'intérêt comme le calcaire, les éléments constituant la matière organique ou encore les micropolluants organiques. La notion de teneur totale peut se prévaloir d'une certaine indépendance par rapport aux méthodes utilisées, les résultats doivent converger vers une valeur unique en l'absence de pertes, de contaminations ou d'interférences. Dans ce contexte, on a déjà eu l'occasion d'évoquer les déterminations de l'azote ou du carbone organique selon des méthodes procédant par voie humide ou par voie sèche. On pourrait y ajouter la détermination d'éléments majeurs, comme le fer, ou traces après minéralisation en présence d'acide fluorhydrique ou après fusion alcaline.

Il existe cependant quelques exceptions ou même la notion de teneur totale relève en partie de la convention figeant ainsi les modes de détermination. L'analyse granulométrique, par exemple, réalisée depuis des décennies par pipetage des fractions concernées en cours de sédimentation conduit à des résultats difficilement comparables à ceux obtenus par des techniques plus récentes comme la diffusion laser. Il y a donc obligation de faire un choix et les principes techniques étant figés, les progrès réalisés ont essentiellement concerné des aspects d'automatisation ou d'informatisation des opérations.

##### 3.1.b. Les paramètres de caractérisation spécifiques

On peut regrouper sous cette rubrique des grandeurs qui font l'objet d'une définition physico-chimique relativement précise mais dont les valeurs obtenues peuvent être fortement dépendantes des conditions de milieu choisies pour réaliser la mesure. On y trouve des paramètres comme le pH, les fractions de fer ou d'aluminium sous forme d'oxydes ou d'hydroxydes, les cations échangeables, la capacité d'échange cationique (CEC). Les facteurs d'influence sont essentiellement, la valeur du rapport d'extraction, la granulométrie de l'échantillon voire la durée d'extraction dans le cas d'une cinétique de réaction lente. En l'absence de réactions secondaires, des réactifs différents peuvent conduire à des résultats comparables (cations échangeables mesurés dans des solutions de chlorure de baryum, chlorure d'ammonium ou chlorure de cobaltihexammine) mais dans beaucoup de cas il sera

nécessaire de compléter la définition des paramètres mesurés (pH eau, pH KCl, CEC en milieu tamponné ou à pH du sol, etc.).

### 3.1.c. Les paramètres à fonctionnalité spécifique

Le caractère conventionnel va s'accroître avec des paramètres qui se proposent d'estimer non plus des caractéristiques physico-chimiques mais des interactions entre le sol et son environnement. L'appréciation du niveau de phyto-disponibilité est l'exemple le plus courant. Ici l'usage du résultat ne peut être dissocié d'un référentiel préalablement établi à partir d'une expérimentation (courbes de rendement, teneurs dans les végétaux) et d'une méthode d'analyse d'origine qu'il est difficile de modifier sous peine de dégrader les relations établies. Les exemples d'application sont nombreux et concernent des éléments comme le phosphore, des oligo-éléments ou encore des éléments considérés comme toxiques pour le végétal ou pour l'homme. Pour reprendre le cas du fer déjà évoqué dans les paragraphes précédents on peut citer par exemple la détermination de l'indice de pouvoir chlorosant pour estimer les risques de carence en sols calcaires (cf. **bibliographie 4**). Rappelons que si l'évolution des techniques de mesure n'a pas entamé l'équivalence métrologique, en revanche, les phases d'extraction doivent rester figées en ce qui concerne les facteurs d'influence significatifs. Pour la détermination des oligo-éléments (Cu, Fe, Mn, Zn) par exemple, nous sommes passés d'une succession de mesures mono-élémentaires par absorption atomique à une mesure multi-élémentaire en émission plasma sans problème majeur, alors qu'une simple modification de la granulométrie des échantillons avant extraction entraînerait des écarts significatifs.



**figure 4** : *Système d'émission plasma en mode optique*

## 3.2. La normalisation

Les observations précédentes montrent clairement qu'il est nécessaire pour les laboratoires de disposer de méthodes reconnues et bien définies pour utiliser un langage commun. La normalisation constitue la solution au problème. Il n'y a donc rien de surprenant à ce que des représentants du LAS participent activement aux commissions de normalisation nationales (AFNOR), européennes (CEN) et internationales (ISO).

Une démarche de normalisation prend généralement du temps comme l'illustre le cas de la détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) à l'aide du chlorure de cobaltihexammine ( $\text{Co}[\text{NH}_3]_6^{+++}$ ,  $3\text{Cl}^-$ ). Une première version de norme est publiée à l'AFNOR en 1981 sous la référence NF X 31-130. En 1997, le LAS publie ses travaux

(cf. **bibliographie 1**) proposant une modification conséquente de la méthode de mesure des ions ( $\text{Co}[\text{NH}_3]_6^{+++}$ ) en solution proposée à l'origine. Parallèlement le document NF X 31-130 est modifié et une nouvelle version voit le jour en 1999. L'histoire ne s'arrête pas là car en 2001, la méthode est proposée à la normalisation internationale dans la commission ISO TC 190 « Soil Quality ». Accepté par les différents pays membres, le texte est discuté pendant plusieurs années, des essais inter laboratoires concluants sont réalisés en 2005 et nous sommes aujourd'hui en attente de la publication officielle de la norme ISO 23470. Concernant le LAS, les interventions de ce type ont été nombreuses (ISO 14869-1, 14869-2, 14254, 14235, etc.) (cf. **bibliographie 2**) même si souvent ses propositions d'origine se sont ensuite perdues dans l'anonymat d'un travail collectif et consensuel.

### 3.3. L'usage du résultat, l'inertie du système

Il va de soi que des seuils réglementaires ou des référentiels de diagnostics agronomiques ont besoin de méthodes de référence. Par ailleurs, on a pu observer à travers les différents points évoqués, le tiraillement permanent entre le besoin de changer pour bénéficier des apports des progrès technologiques ou pour gagner en efficacité de production et, la nécessité de conserver en l'état certaines phases du processus analytique, sous peine de biais dans la continuité d'un cadre métrologique parfois très conventionnel.

Dans ces conditions, le changement, la modification de méthode, se réalisent généralement sur les bases d'une équivalence métrologique, d'un consensus ou d'un aménagement des référentiels eux-mêmes.

- Sans citer ce terme, l'équivalence métrologique a déjà été longuement évoquée dans la partie traitant de la spectrométrie. Il est plutôt réconfortant de constater que les évolutions techniques en même temps qu'elles apportaient des améliorations en termes de sensibilité, de fidélité, de facilités d'exploitation n'ont pas perturbé significativement la justesse des résultats assurant ainsi la continuité dans leur comparabilité. Rappelons toutefois l'existence de quelques déterminations réfractaires au changement, la granulométrie par exemple, parce que les principes sur lesquels reposent les techniques de substitution sont trop différents de ceux de la méthode d'origine.
- La notion de consensus nous ramène naturellement à la normalisation. On a pu constater à travers l'exemple de la CEC la forte inertie du système. L'élaboration, la modification d'une norme peuvent prendre plusieurs années. Rien de surprenant donc à l'existence d'autres normes plus fondamentales et portant sur la validation de méthodes alternatives par comparaison à la méthode de référence. Le LAS a utilisé ce type d'approche à de nombreuses reprises mais souvent les démarches ont concerné des détails de modes opératoires comme les temps ou les modes d'agitation par exemple. Une démarche plus fondamentale, qu'on perçoit parfois, consisterait pour le normalisateur à prendre pour référence non plus la simple description d'une suite d'opérations mais une série de critères de base liés à la sensibilité, la fidélité, la justesse, la robustesse auxquels doivent satisfaire les opérations.
- Ce dernier chapitre, concernant les référentiels et l'usage fait du résultat pourrait commencer par une question : « Quel est le niveau d'écart admissible entre deux méthodes sans que l'équivalence fonctionnelle ne soit altérée (on n'obtient pas tout à fait les mêmes résultats mais on aboutit quand même à des conclusions identiques) ? ». Les réponses peuvent différer selon la nature des questions posées et l'importance relative des aspects métrologiques et fonctionnels. Selon que l'on cherche, par exemple,



à quantifier des comportements comme la phytodisponibilité (aspect fonctionnel prédominant), comparer des caractéristiques à un moment donné (aspect métrologique prédominant) ou assurer un suivi sur une période de temps longue (stabilité métrologique prédominante). Pour éviter un développement trop important on se limitera ici aux aspects fonctionnels en reprenant l'exemple de la CEC à la cobaltihexammine. Dans nos travaux (cf. **bibliographie 3**) nous avons pu montrer qu'il était possible de recalculer à partir des résultats donnés par cette méthode les valeurs obtenues par une autre méthode également largement utilisée (CEC selon la méthode de Metson). Les transformations ainsi réalisées n'ont pas un caractère purement statistique mais s'appuient sur des paramètres physico-chimiques clairement identifiés (évolution de la réactivité de la matière organique en fonction du pH). D'autres exemples de ce genre existent mais toujours avec un schéma de réflexion commun qui consiste à corriger des divergences méthodologiques par la prise en compte d'informations à caractère scientifique pour accéder à l'équivalence fonctionnelle. Sans doute s'agit-il là d'un des enjeux majeurs des prochaines années pour faire évoluer certains aspects de l'analyse des sols.

#### 4. La gestion de la qualité

Le LAS utilise des cartes de contrôle pour la quasi-totalité de ses déterminations depuis plus de 30 ans. Ce suivi des niveaux de performance concerne les paramètres de fidélité et de justesse et se traduit par la répétition systématique d'opérations réalisées sur des échantillons témoins insérés régulièrement dans les séries analytiques. La fidélité s'exprime en termes de répétabilité et de reproductibilité qui représentent en réalité des variabilités intra et inter séries de mesures, notions plus simplement formulées en langue anglaise par « within run » ou « between run ». Selon la nature des échantillons témoin utilisés, la notion de justesse prendra un caractère plus ou moins relatif par rapport à une valeur considérée comme vraie. L'usage d'échantillons de référence internes nécessite, par exemple, un raccordement complémentaire par la participation à des circuits inter laboratoires et/ou l'utilisation d'échantillons à valeurs certifiées.

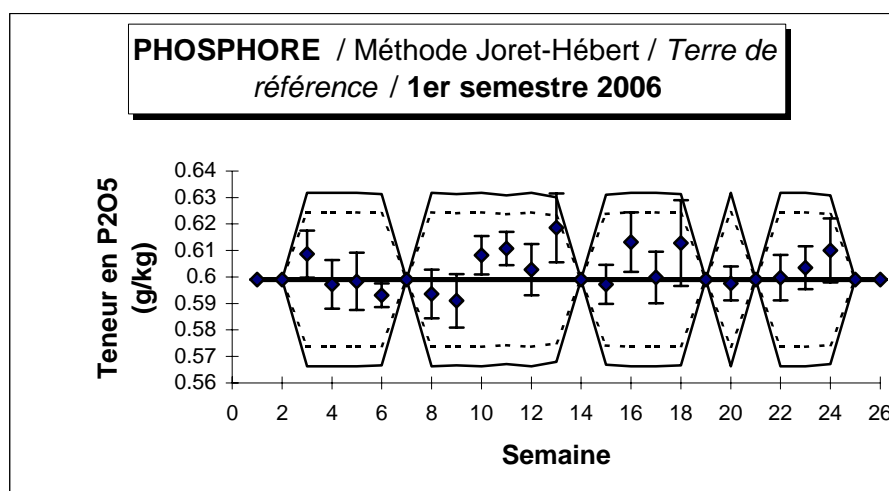


figure 5 : Exemple de carte de contrôle

L'existence de référentiels normalisés relatifs à la qualité (EN 45001 puis EN ISO 17025) permet aujourd'hui aux laboratoires d'accéder à une reconnaissance de leurs compétences. Le LAS, par exemple, est accrédité par le COFRAC (Comité Français pour l'Accréditation) depuis 2003 pour la réalisation de déterminations touchant aux sols et aux boues. La qualité en tant qu'adéquation à des critères de performance (décrits précédemment) prend dès lors une dimension plus globale et qui évolue au gré des réajustements des documents normatifs sur lesquels elle s'appuie. A l'adéquation des moyens disponibles, à la traçabilité, au contrôle du suivi des procédures, s'ajoutent aujourd'hui la notion de management de la qualité avec sous jacente l'optimisation de l'utilisation de l'ensemble des ressources disponibles et de la qualité des réponses apportées aux besoins et attentes des clients.

De l'expérience de notre vécu dans un tel système nous nous limiterons ici à deux enseignements :

- La nécessité de justifier une distinction entre l'essentiel et les aspects secondaires pour éviter la superposition d'actions parfois aussi encombrantes qu'inutiles. Il en est de la démarche qualité comme d'autres du même type, il faut bien à un moment donné rapprocher les notions de probabilité d'occurrence, de fréquence et d'amplitude des impacts pour décider d'une action éventuelle.

- La nécessité de ne pas cumuler les contraintes sans la contrepartie d'une plus grande autonomie ou d'un meilleur positionnement des différents intervenants. La carte de contrôle, par exemple, est un moyen de vérifier la qualité de son travail, elle devient un outil d'amélioration quand on sait hiérarchiser l'importance des différentes contributions à l'incertitude finale. Autre exemple que nous pourrions citer et que formulerons sous forme de question, faute de réponse à apporter : « Comment gérer la traçabilité à caractère biométrique qui se dessine sur le court terme ? ».

## **5. Les méthodes de travail**

Par delà les évolutions thématiques et techniques, il nous a semblé important de faire le point sur les changements qu'elles ont générés au niveau des compétences des uns et des autres et de notre manière de travailler.

### **5.1. Evolution des savoirs et des savoir-faire**

Au fil des années, les méthodes d'analyse se sont instrumentalisées puis les instruments se sont informatisés à tel point qu'il est aujourd'hui impossible d'utiliser un appareil sans connaître le logiciel qui le gère. Aux manipulations se sont substituées des opérations de réglages qui elles mêmes se sont dématérialisées à travers des claviers d'ordinateurs. Le savoir et le savoir-faire fonctionner un système de mesure ont remplacé le savoir manipuler avec tout ce que cette notion pouvait comporter de compétences et de dextérité parfois indéfinissables. Toutefois l'activité d'analyste conserve le sens noble de métier car chacun peut encore valoriser ses propres facultés d'observation en les transformant en décisions techniques qui font que de nos jours le niveau de performance des résultats produits par l'appareil le plus sophistiqué reste, au-delà du minimum requis, indissociable du technicien qui le gère.

De l'avis général, le technicien d'aujourd'hui a une approche moins sectorielle et beaucoup plus globale des différentes activités du laboratoire. Le renforcement de ces dernières en direction de la recherche (Inra ou hors Inra) a entraîné une plus grande diversité dans les actions à mener. Cette tendance concerne tous les intervenants du circuit analytique, du

prétraitement des échantillons jusqu'au choix des conditions de mesure. Elle a nécessité la mise en place de procédures d'information et de décision accessibles par tous les agents concernés par une situation particulière à un moment donné. Il incombe à chacun d'en connaître les règles et de les appliquer.

Comme autre conséquence de la diversification apparaît la nécessité d'une plus grande polyvalence des agents. Toutefois il s'agit aujourd'hui d'une polyvalence qui doit être reconnue, répertoriée et entretenue dans le cadre d'un système d'habilitation.

La notion d'autonomie apparaît comme indissociable de la notion de responsabilité mais pour être pleinement responsable d'un travail il est indispensable de savoir en mesurer le niveau de qualité. L'utilisation généralisée d'indicateurs de performance, leur confrontation à des seuils de conformité constituent des éléments de décision qui au fil des années ont été transférés de l'encadrement vers les techniciens.

## **5.2. L'organisation du travail**

La centralisation des analyses confère au LAS un positionnement qui le fait osciller entre deux types de structures : celle d'une unité produisant exclusivement une prestation de service et celle d'une unité plus ou moins impliquée dans le dispositif de recherche pour lequel elle réalise des analyses à un moment donné. Quelle que soit la tendance générée par une demande, le technicien est rarement directement impliqué dans une thématique de recherche extérieure au LAS. Ajoutée à cela le nécessaire exigence de productivité lorsqu'un travail est réalisé pour un tiers et chacun peut avoir la sensation de réaliser des travaux répétitifs, difficiles à valoriser.

La notion de productivité comporte en soi celle de rentabilité mais d'une rentabilité qu'il faudrait considérer sous différents aspects, économiques bien sûr mais également techniques voire scientifiques. Quoiqu'il en soit ce qui reste vraisemblablement le plus perceptible par le technicien, dans ce contexte, est la nécessité de gérer son temps au mieux avec devant lui la perspective inévitable de délais de rendu des résultats les plus courts possibles.

En rester à une gestion individualisée du temps ne donnerait qu'une image imparfaite de l'ensemble du système. En réalité, elle s'inscrit dans un contexte plus global dans lequel l'organisation est devenue plus interactive et moins « orchestrée » du fait d'une meilleure diffusion des informations. Les logiciels de gestion actuels (LIMS – Laboratory Information Management System) permettent, en effet, de véhiculer les éléments d'information utiles, de les rendre accessibles et de les réactualiser à tout moment.

Le rôle du personnel d'encadrement dont l'effectif est passé de deux à cinq ingénieurs en 30 ans apparaît comme déterminant pour faire évoluer les agents. Des différents points déjà plus ou moins évoqués, on peut retenir : la formation pour améliorer les polyvalences, l'aide technique apportée face à des anomalies ou des dysfonctionnements difficiles à gérer faute d'une compétence suffisante ou de temps disponible, l'intervention pour optimiser les aspects organisationnels, le rôle d'interface avec les demandeurs extérieurs, le développement de travaux de recherche et développement à l'unité.

## **Conclusion**

Le lecteur aura compris que nous n'avons pas voulu dissocier les aspects techniques des aspects humains même si toutes les questions n'ont pas été abordées et que les réponses apportées sont parfois incomplètes.

Des aspects techniques nous retiendrons les progrès incessants vers plus de sensibilité, de spécificité et de fiabilité des systèmes de mesure. Cette évolution est parfois freinée par

l'inertie de référentiels établis de longue date mais qui donnent à la mesure sa dimension fonctionnelle et sa raison d'être. L'évolution technique passe ici par une meilleure connaissance scientifique des milieux observés.

Des aspects humains nous retiendrons la nécessité pour tous d'une approche plus globale de l'ensemble des activités, le développement d'une autonomie plus large, facilité par un accès systématique et généralisé à l'information utile. La diversification et l'uniformisation de compétences de base sont devenues des exigences qui n'empêchent toutefois pas les qualités individuelles de s'exprimer. Il reste toujours possible de faire mieux que des minima requis.

## **Références bibliographiques**

(1) Ciesielski H., Sterckeman T., 1997 – Determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils by means of cobalt hexamine chloride. Effect of experimental conditions. *agronomie*, 17, 1-7.

(2) Normes

NF ISO 14235 – 1998 - Dosage du carbone organique par oxydation sulfochromique.

NF ISO 14254 – 2001 – Détermination de l'acidité échangeable dans un extrait de chlorure de baryum.

NF ISO 14869-1 – 2001 - Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales. Mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique.

NF ISO 14869-2 – 2002 – Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales. Mise en solution par fusion alcaline.

(3) Ciesielski H., Sterckeman T., 1997 – A comparison between three methods for the determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils. *agronomie*, 17, 9-16.

(4) Juste C., Pouget R., 1972 – Appréciation du pouvoir chlorosant des sols. *C.R. Acad. Agric.*, 58, 352-357.