

Référence courrier :
CODEP-MRS-2022-040528

**Monsieur le directeur du laboratoire
PHYTOCONTROL
180 rue Philippe Maupas
30035 Nîmes**

Marseille, le 17 août 2022

Objet : Contrôle d'un laboratoire de mesure de la radioactivité dans l'environnement
Lettre de suite de l'inspection des 11 et 12 juillet 2022 sur le thème « Laboratoires agréés pour les analyses de la radioactivité dans l'environnement » du laboratoire PHYTOCONTROL de Nîmes

N° dossier: Inspection n° INSNP-MRS-2022-0681

Références :

- [1]** Code de la santé publique, notamment ses articles L. 1333-29, R. 13333-166, R.1333-25 et R.1333-26
- [2]** Décision ASN homologuée n° 2008-DC-0099 du 29 avril 2008 modifiée par la décision ASN n° 2015-DC-0500 du 26 février 2015 et par la décision ASN n° 2018-DC-0648 du 16 octobre 2018, relative à l'organisation du réseau national de mesures de la radioactivité de l'environnement et fixant les modalités d'agrément des laboratoires
- [3]** Norme NF EN ISO/IEC 17025 relative aux exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais (version 2017)
- [4]** Liste actualisée des laboratoires agréés établie au 1^{er} juillet 2022 et parue au bulletin officiel de l'Autorité de sûreté nucléaire

Monsieur le directeur,

Dans le cadre du contrôle prévu à l'article 14 de la décision de l'ASN en référence [2], une inspection de l'ASN du laboratoire PHYTOCONTROL sur le site de Nîmes a eu lieu les 11 et 12 juillet 2022 sur le thème de la conformité des pratiques du laboratoire :

- aux exigences réglementaires définies par la décision modifiée, citée en référence [2] ;
- aux exigences de la norme citée en référence [3].

Je vous communique ci-dessous la synthèse de l'inspection ainsi que les demandes, constats et observations qui en résultent rédigés selon le [nouveau formalisme](#) adopté par l'ASN pour renforcer son approche graduée du contrôle.



Synthèse de l'inspection

L'inspection du laboratoire PHYTOCONTROL des 11 et 12 juillet 2022 portait sur le thème « Laboratoires agréés pour les analyses de la radioactivité dans l'environnement ».

Le laboratoire dispose des agréments suivants : mesure de l'activité alpha globale dans l'eau (1_03), mesure de l'activité bêta globale dans l'eau (1_04), mesure de l'activité du tritium dans l'eau (1_05) et mesure de l'activité du radon dans l'eau (1_15).

Les inspecteurs ont examiné en salle et par sondage les documents liés à l'organisation et au fonctionnement du laboratoire. Ils ont vérifié, entre autres, les modalités de gestion/habilitation du personnel, la maîtrise de la documentation, les achats de services et fournitures, la sous-traitance des essais, les méthodes et leur validation et le suivi des résultats issus de la participation du laboratoire aux exercices de comparaisons interlaboratoires.

Les inspecteurs ont visité le laboratoire de mesure de la radioactivité où ils ont réalisé un examen de traçabilité de plusieurs analyses afin de reconstituer les données permettant de valider le résultat. Ces examens ont confirmé le caractère complet de la filière d'enregistrement, au travers de l'utilisation de l'outil de suivi informatique des échantillons et analyses associées.

Les inspecteurs soulignent la transparence des échanges, l'implication des personnes rencontrées et la volonté d'amélioration continue déclinée dans les processus examinés et effectivement mise en œuvre.

Le laboratoire dispose des moyens humains et matériels nécessaires à la bonne réalisation de ses activités. Des projets de mise au point de nouvelles méthodes ont été évoqués et les inspecteurs souhaitent appeler l'attention sur le besoin éventuel d'adaptation de ces moyens humains.

Au vu de cet examen non exhaustif, les dispositions mises en œuvre par le laboratoire au regard des exigences de la décision [2] et de la norme [3] sont globalement satisfaisantes.

Certains écarts ont cependant été notifiés. Ils concernent les exigences structurelles, les conditions ambiantes, les services fournis par les prestataires externes, les actions à mettre en œuvre face aux risques et opportunités, la sélection et vérification de méthodes et la validité des essais.

Les écarts et remarques formulés par les inspecteurs font l'objet des différentes demandes et observations ci-après.

I. DEMANDES A TRAITER PRIORITAIREMENT

Cette inspection n'a pas donné lieu à des demandes à traiter prioritairement.

II. AUTRES DEMANDES

Exigences structurelles

L'article 5.3 de la norme [3] dispose : « *le laboratoire doit définir et documenter le champ des activités de laboratoire pour lesquelles il se conforme au présent document. Le laboratoire ne doit revendiquer la conformité au présent document que pour ce champ d'activité, ce qui exclut de fait les activités de laboratoire assurées de façon permanente par des prestataires externes.* »



Les analyses pour lesquelles le laboratoire PHYTOCONTROL détient un agrément relatif à la mesure de la radioactivité dans l'environnement en vue de l'agrément relatif au contrôle sanitaire des eaux, délivré respectivement par l'ASN et par la direction générale de la santé (DGS) [4], au nombre de quatre, ne sont pas mentionnées dans le système de management.

Demande II.1. : Préciser la description du domaine d'activité relatif à la radioactivité dans le système de management, en y intégrant les analyses pour lesquelles le laboratoire détient un agrément relatif à la mesure de la radioactivité dans l'environnement.

Installations et conditions ambiantes

L'article 6.3.1 de la norme [3] précise que « *les installations et les conditions ambiantes doivent être adaptées aux activités du laboratoire et ne doivent pas compromettre la validité des résultats* ».

L'article 6.3.3 de la norme [3] précise que « *le laboratoire doit surveiller, maîtriser et enregistrer les conditions ambiantes conformément aux spécifications, méthodes et procédures pertinentes, ou lorsqu'ils ont une influence sur la validité des résultats* ».

L'article 6.3.4 de la norme [3] précise que « *les dispositions de maîtrise des installations doivent être mises en œuvre, surveillées et périodiquement revues et doivent inclure sans toutefois s'y limiter b) la prévention contre toute contamination, interférence ou influence négative sur les activités de laboratoire ; ...* ».

Lors de la visite du laboratoire effectuée par les inspecteurs, la climatisation de la salle de comptage ne fonctionnait pas, ne permettant pas de maîtriser le maintien de la température ambiante conformément aux procédures internes. Des analyses d'activités alpha globale et bêta globale par scintillation liquide étaient en cours et vos représentants ont indiqué avoir demandé la réparation dans un délai inférieur à huit jours.

Demande II.2. : Informer l'ASN de la réparation effective de la climatisation et étudier l'impact de l'augmentation de la température sur le fonctionnement du compteur à scintillation liquide et les résultats d'analyse.

Agréments et Services fournis par des prestataires externes

L'article 6.6.1 de la norme [3] précise « *le laboratoire doit s'assurer qu'il n'utilise que des produits et services adaptés, lorsqu'ils sont fournis par des prestataires externes et ont une influence sur les activités de laboratoire, et lorsque ces produits et services sont : a) destinés à être intégrés dans les propres activités du laboratoire, c) utilisés pour contribuer au fonctionnement du laboratoire* ».

Certains produits ou consommables ayant un impact sur les résultats d'analyse, tels que l'agent quenant, l'acide nitrique ou les flacons de scintillations ont fait l'objet d'un contrôle de lot à réception du premier lot commandé, lors de la réalisation des premières analyses. Vos représentants ont indiqué que les prochaines livraisons de consommables reçus seraient utilisés sans contrôle de lot a priori, pour cause de difficulté d'organisation avec les autres services susceptibles de les employer.

Demande II.3. : Effectuer une revue de la liste des produits ayant un impact sur les résultats d'analyse et la compléter si besoin en conformité à la norme [3] et maintenir les



contrôles de lot à réception des nouvelles commandes de consommables ou produits.

Le 4 de l'article 11-1 de la décision [2] prescrit : « *le laboratoire agréé doit : ne sous-traiter, le cas échéant, les mesures de radioactivité de l'environnement qu'à des laboratoires agréés pour les mêmes types de mesure* ».

L'article 6.6.2 de la norme [3] précise : « *le laboratoire doit disposer d'une procédure et conserver les enregistrements pour : a) définir, revoir et approuver les exigences du laboratoire relatives aux produits et services fournis par des prestataires externes, c) assurer que les produits et services fournis par des prestataires externes sont conformes aux exigences établies par le laboratoire, ou, le cas échéant, aux exigences pertinentes du présent document, avant d'être utilisés ou fournis directement au client[...]* ».

Le laboratoire dispose d'une liste de laboratoires auxquels les analyses de la radioactivité peuvent être sous-traitées. Cette liste ne mentionne pas la nécessité pour le prestataire de disposer d'un agrément de l'ASN.

Demande II.4. : Intégrer l'exigence de disposer de l'agrément de l'ASN pour les laboratoires apparaissant dans la liste des sous-traitants.

Demande II.5. : Vérifier que les laboratoires sous-traitants disposent bien de l'agrément ASN pour les analyses considérées.

Actions à mettre en œuvre face aux risques et opportunités

L'article 8.5.1 de la norme [3] précise que « *le laboratoire doit tenir compte des risques et des opportunités liés aux activités de laboratoire afin de a) donner l'assurance que le système de management atteint les résultats escomptés, b) accroître les opportunités permettant de réaliser la mission et d'atteindre les objectifs du laboratoire, c) prévenir ou réduire les effets indésirables et les défaillances potentielles des activités de laboratoires, et d) s'améliorer.*

Les inspecteurs ont consulté l'analyse des risques réalisée par le laboratoire. Certains risques n'y figurent pas, tels que :

- le risque de perte d'agrément du laboratoire ou de l'un de ses sous-traitants potentiels,
- le risque de réception d'un échantillon fortement contaminé, même si pour le moment, le laboratoire réalise en majorité des analyses de radioactivité sur des eaux de consommation.

Par ailleurs, l'équipe « radioactivité » constituée de deux personnes, dont une encore en formation sur certains aspects, est bien dimensionnée au regard du nombre d'analyses traitées actuellement.

Les représentants du laboratoire ont cependant évoqué le souhait de réaliser à court ou moyen terme des analyses de spectrométrie gamma sur des matrices de denrées alimentaires. L'acquisition d'un compteur à spectrométrie gamma a déjà été réalisée dans ce sens, mais celui-ci n'est pas mis en service et la méthode d'analyse n'est pas validée. Dans ce contexte, il peut être nécessaire que le laboratoire adapte les moyens humains de l'équipe « radioactivité » nécessaires à l'obtention de nouveaux contrats ou à la réalisation de nouveaux types d'analyse.



Demande II.6. : Compléter votre analyse avec les risques jugés pertinents et préciser les mesures compensatoires à mettre en place.

Sélection et vérification des méthodes

L'article 7.2.1.1 de la norme [3] précise : « *le laboratoire doit appliquer des méthodes et procédures appropriées pour toutes les activités de laboratoire et, le cas échéant, pour l'évaluation de l'incertitude de mesure ainsi que pour les techniques statistiques utilisées pour l'analyse de données.* ».

L'article 7.2.1.5 de la norme [3] indique : « *le laboratoire doit vérifier qu'il peut correctement appliquer des méthodes avant de les mettre en œuvre en s'assurant qu'il peut atteindre la performance requise. Les enregistrements de la vérification doivent être conservés. Si la méthode est révisée par l'organisme éditeur, il faut procéder à une nouvelle vérification aussi étendue que nécessaire.* ».

L'article 7.2.2.1 de la norme [3] précise : « *le laboratoire doit valider les méthodes non normalisées, les méthodes développées par le laboratoire et les méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu, ou autrement modifiées. La validation doit être aussi étendue que l'impose la réponse aux besoins pour l'application ou le domaine d'application donné.* ».

Le dossier de vérification relatif à l'analyse de l'activité du radon 222 dans les eaux douces de l'environnement fait état de la participation du laboratoire à l'EIL organisé par l'IRSN au 2^{ème} semestre 2019, sans en mentionner les résultats obtenus par le laboratoire.

Le dossier de vérification relatif à l'analyse des activités alpha globale et bêta globale par comptage des scintillations en milieu liquide dans les eaux de l'environnement fait état d'un paramètre de discrimination (PSA) de 125. Le réglage de ce paramètre a évolué et les analyses de routine sont réalisées avec un PSA de 113. Cette modification n'a pas été formalisée.

Demande II.7. : Compléter le dossier de vérification relatif à l'analyse de l'activité du radon 222 dans les eaux douces de l'environnement et conclure au sujet de la validité de la méthode au regard des résultats obtenus.

Demande II.8. : Formaliser la modification du paramètre de discrimination PSA dans le(s) document(s) adéquat(s), à savoir le dossier de vérification de méthode et/ou le mode opératoire de l'analyse.

Assurer la validité des résultats

L'article 7.7.2 de la norme [3] mentionne que « *le laboratoire doit surveiller sa performance en la comparant avec les résultats d'autres laboratoires, si cela existe et est approprié. Cette surveillance doit être planifiée et revue et doit inclure, sans toutefois s'y limiter, l'une des deux ou les deux participations suivantes : a) participations aux essais d'aptitude, b) participation à des comparaisons interlaboratoires autres que des essais d'aptitude.* »

L'article 7.7.3 de la norme [3] précise : « *les données provenant des activités de surveillance doivent être analysées et utilisées pour maîtriser et, le cas échéant, pour améliorer les activités de laboratoire. Si les résultats*



de l'analyse de données des activités de surveillance ne satisfont pas aux critères prédéfinis, une action appropriée doit être prise pour éviter que les résultats incorrects soient fournis ».

Le laboratoire a participé à l'exercice de comparaisons interlaboratoires 169SH300 organisé par l'IRSN au 2^{ème} semestre 2020 et relatif aux mesures d'activité alpha globale et bêta globale, de l'activité du tritium et de la teneur en potassium dans un échantillon d'eau.

Les objets d'essai transmis pour l'analyse de l'activité du tritium dans l'eau contenaient un interférent qui pouvait être à l'origine de certaines difficultés de mesure.

Le dossier de vérification de méthode relatif à l'analyse de l'activité du tritium établi par le laboratoire ne mentionne pas les actions mises en œuvre dans le cas de la présence d'interférents.

Demande II.9. : Mentionner que le dossier de vérification de méthode relatif à l'analyse de l'activité du tritium est applicable aux eaux douces de l'environnement exemptes d'interférents.

Demande II.10. :Intégrer les actions mises en œuvre en cas de présence d'interférents dans le dossier précité.

III. CONSTATS OU OBSERVATIONS N'APPELANT PAS DE REPONSE

Observation III.1. : L'ambiance tritium du laboratoire est surveillée uniquement lors de la réalisation des séries d'analyse. Les inspecteurs rappellent l'importance d'effectuer ce contrôle conformément aux recommandations de la norme NF EN ISO 9698, sur plusieurs mois incluant les périodes sans analyses.

Observation III.2. : Afin de vérifier le bon fonctionnement du compteur à scintillation liquide lors des analyses de tritium dans les eaux douces, un flacon « contrôle qualité » contenant une activité de plus de 1000 Bq/L de tritium est compté avec chaque série d'échantillons. Il conviendra de diminuer l'activité en tritium de ce flacon « contrôle qualité » au niveau des activités mesurables dans l'environnement.

*

* *

Vous voudrez bien me faire part, **sous deux mois et selon les modalités d'envois figurant ci-dessous**, de vos remarques et observations, ainsi que des dispositions que vous prendrez pour remédier aux constatations susmentionnées. Pour les engagements que vous prendriez, je vous demande de les identifier clairement et d'en préciser, pour chacun, l'échéance de réalisation.

Je vous rappelle par ailleurs qu'il est de votre responsabilité de traiter l'intégralité des constatations effectuées par les inspecteurs, y compris celles n'ayant pas fait l'objet de demandes formelles.



Enfin, conformément à la démarche de transparence et d'information du public instituée par les dispositions de l'article L. 125-13 du code de l'environnement, je vous informe que le présent courrier sera mis en ligne sur le site Internet de l'ASN (www.asn.fr).

Je vous prie d'agréer, monsieur le directeur, l'assurance de ma considération distinguée.

L'adjoint au chef de la division de Marseille de l'ASN

Signé par

Jean FÉRIÈS

Modalités d'envoi à l'ASN

Les envois électroniques sont à privilégier.

Envoi électronique d'une taille totale supérieure à 5 Mo : les documents, regroupés si possible dans une archive (zip, rar...), sont à déposer sur la plateforme de l'ASN à l'adresse <https://postage.asn.fr/>. Le lien de téléchargement qui en résultera, accompagné du mot de passe si vous avez choisi d'en fixer un, doit être envoyé à l'adresse courriel de votre interlocuteur, qui figure en en-tête de la première page de ce courrier, ainsi qu'à la boîte fonctionnelle de l'entité, qui figure au pied de la première page de ce courrier.

Envoi électronique d'une taille totale inférieure à 5 Mo : à adresser à l'adresse courriel de votre interlocuteur, qui figure en en-tête de la première page de ce courrier, ainsi qu'à la boîte fonctionnelle de l'entité, qui figure au pied de la première page de ce courrier.

Envoi postal : à adresser à l'adresse indiquée au pied de la première page de ce courrier, à l'attention de votre interlocuteur (figurant en en-tête de la première page).