

4. Types de prise d'échantillon

L'échantillonnage idéal est un échantillonnage à 100% ce qui est impossible lorsque l'on a affaire à des éléments indivisibles que l'analyse conduit à détruire (conserves). Il peut être applicable lorsque l'on a affaire à des produits **en vrac** où une partie aliquote peut être prélevée sans nuire le reste du lot.

4.1. Nombre et volume des échantillons

Un premier problème à résoudre est le contrôle d'une donnée quantitative dont la présence est constante et normale. Il s'agit de contrôler, souvent en continu, le niveau d'une flore ou d'un constituant chimique dans la matière première, le produit fini ou à des stades délicats de la fabrication. Il faut, soit maintenir ces niveaux à l'intérieur d'une fourchette, soit déterminer une valeur moyenne pour le caractère étudié.

Du point de vue statistique un échantillonnage satisfaisant est réalisé en prélevant le nombre d'échantillons égal à la racine carrée du nombre de divisions élémentaires du produit à analyser. Ce nombre devient rapidement excessif. De nombreux auteurs recommandent de prélever au moins 10 échantillons élémentaires quel que soit le nombre d'éléments dans chaque lot.

Le deuxième problème à résoudre, très différent du premier, est la mise en évidence d'un défaut grave et inhabituel dans certains éléments d'un lot, par exemple une contamination bactériologique exceptionnelle. Dans ce cas, la proportion minimum de pièces défectueuses décelables dépend de la dimension de l'échantillon c'est-à-dire du nombre de pièces prélevées et analysées. La détermination de la proportion de pièces contaminées dépend du nombre absolu de pièces prélevées pour composer l'échantillon et non du rapport entre le nombre de pièces échantillonnées et le nombre de pièces du lot.

Exemple du pourcentage de contaminations décelables en fonction du nombre de pièces analysées dans un lot (d'après norme FIL2/1958).

Nombre de pièces échantillonnées	% de contamination décelable
10	37
20	21
30	16
50	10
100	4

Le nombre d'échantillon à prélever (ou à analyser dans un lot) peut être déterminé mathématiquement de façon précise en fonction du degré de sûreté voulu en appliquant la formule suivante :

$$n = \frac{\log(1-p)}{\log(1-d)}$$

n = nombre d'élément à échantillonnée ;

p = probabilité de déceler le défaut (le micro-organisme) dans les éléments prélevées (en général **p** = 0,95) ;

d = pourcentage de défaut dans les éléments du lot entier (souvent inférieur à 0,05) ;

Selon les normes ISO et les normes algériennes (NA), la majorité des techniques utilisées pour l'échantillonnage des produits se présentant sous forme préemballée peuvent être résumées dans trois techniques :

- Technique des pourcentages : pour les lots considérés très importants (1% s'agit d'un grand lot, 10% lorsqu'il s'agit d'un lot plus au moins petit).
- Technique de la racine carrée ($2\sqrt{}$) : pour les lots considérés pas très grands ($2\sqrt{}$ de l'effectif du lot). Un échantillonnage satisfaisant au point de vue statistique avec $n = \sqrt{N}$ dans laquelle **n** est le nombre d'échantillon à analyser et **N** le nombre total de divisions du produit à analyser. Cependant cette méthode conduit souvent à un nombre trop élevé d'analyses, en particulier quand n est supérieur à 10.
- Technique de la racine cubique ($3\sqrt{}$) : pour les lots considérés assez grands ($3\sqrt{}$ de l'effectif du lot).

4.2. Choix des échantillons

- **Prélèvement au hasard:** Il s'agit du choix des échantillons apparemment normaux dans un lot, les échantillons doivent être choisis **au hasard**. Il existe des tables de prélèvement au hasard, elles consistent en une succession de nombres généralement déterminés par tirage au sort. Il suffit de compter les éléments du lot et de prélever correspondant au 1^{er} nombre et ainsi de suite pour les nombres successifs.

Pour effectuer un prélèvement au hasard, on associe à chaque élément un ou plusieurs groupes de chiffres. On lit ensuite les nombres figurant sur la table à partir d'un point et dans un ordre arbitrairement choisis et on compose l'échantillon avec les éléments dont le numéro correspond.

Exemple :

Si l'on désire dans un lot de 90 pièces prélever au hasard 5 pièces, on prélèvera selon la première ligne de la table la 7^e, 59^e, 66^e, 63^e, 46^e, la valeur 97 étant évidemment exclue.

D'autres méthodes : D'autres méthodes sont utilisées :

Exemple 1 : si **N** est le nombre d'éléments d'un lot et **n** le nombre d'échantillons à prélever on calcule $x = N/n$ et l'on compte jusqu'à **x**, on prélève, et ainsi de suite. La périodicité d'un tel prélèvement peut être critiquable.

Exemple 2 : une autre méthode est utiliser : On prend la racine carrée du nombre **N**, soit **y** et on divise le lot en groupes de **y** ; dans chaque groupe on compte de **1** à **y** et on prélève le **y^e** élément dans le 1^{er} groupe puis le **y^e - 1** dans le 2^e groupe et ainsi de suite jusqu'au nombre d'échantillons voulus. Cette méthode est plus satisfaisante.

Ces méthodes de choix sont applicables à des lots par exemple au niveau de stockage ou livraison mais aussi aux lots en cours de fabrication. Les prélèvements s'effectuent alors au fur et à mesure au passage en un point ou à la fin de la chaîne de fabrication.

Pour être significatif, l'échantillonnage doit être étalé dans le temps : un échantillon constitué exclusivement d'éléments successifs est peu représentatif de l'ensemble d'une production ou d'un lot. Il est souvent conseillé d'effectuer des prélèvements espacés d'un moins ¼ d'heure dans les cas d'échantillonnage limité.

4.3. Fréquence des prélèvements et analyses

L'échantillonnage doit être réparti dans le temps, elle dépend essentiellement du niveau de production et des risques de contamination ou de défauts de fabrication des produits.

La fréquence des analyses de routine doit être régulière : elle sera d'autant plus grande que la production sera importante.

Il est intéressant en outre d'effectuer des analyses chaque fois qu'une variation survient au niveau de la fabrication (lot différent de matière première, mise en service, modification ou réparation d'un appareil, etc.).

Remarque : fréquence conseillée : mensuelle.

- Mensuelle ;
- Bimestrielle ;
- Trimestrielle

Le choix de l'unité d'échantillonnage, l'effectif et la fréquence des prélèvements dépendent de nombreux facteurs :

- La nature du produit ;
- Le lot peut être homogénéisé (cas de fluides alimentaires même complexes comme le lait) : dans ce cas, un seul prélèvement minimal est représentatif de l'ensemble du produit ;
- Le lot est hétérogène : il faut considérer le nombre d'individus échantillonnables ;
- Les modalités de production, en continu ou en discontinu.

Le but de l'analyse nécessitant l'échantillonnage :

- Le contrôle systématique des produits finis dont la qualité hygiénique est réglementé,
- Le contrôle en cours de fabrication, où il est alors nécessaire de détecter les microorganismes spécifiques d'un risque particulier en fonction du produit et des conditions de sa fabrication ;
- La valeur des critères à respecter et les tolérances admises.

Au moins cinq sous-échantillons doivent être prélevés et mélangés afin de former un échantillon composite pour chaque installation d'entreposage lors de chaque activité d'échantillonnage.

Le nombre de sous-échantillons requis dépend du volume retiré pour l'épandage pour chaque période couverte par l'échantillonnage (Tableau 01).

Tableau 1 : nombre minimal de sous-échantillons requis par échantillon composite.

Volume retiré pour chaque période couverte par l'échantillonnage	Nombre minimal de sous-échantillons par échantillon composite
Moins de 1 000m ³	5
1 000m ³ à 10 000m ³	10
Plus de 10 000m ³	15