

Compte Rendu

Le 23/03/2012

Séminaire Aquaref sur les Incertitudes

Date et lieu : Date : 07/12/2011
Lieu : LNE, PARIS

Participants : 90 inscrits

Rédacteur : N. GUIGUES (LNE)

1 – Programme de la journée

L'objectif de ce séminaire était d'échanger avec les laboratoires et les donneurs d'ordre sur leurs pratiques et leurs attentes en terme d'outils ou d'informations pour la détermination des incertitudes. Ce séminaire a traité des aspects concernant à la fois les méthodes en hydrobiologie et des méthodes en chimie qui contribuent à l'évaluation de l'état des eaux. Le programme de la journée est jointe en annexe de ce compte rendu.

L'ensemble des présentations est disponible sur le site Aquaref (<http://www.aquaref.fr/de-la-maitrise-de-la-qualite-des-donnees-la-prise-de-decision-quoi-des-incertitudes>).

2 – Synthèse des interventions

Introduction

L'Onema a introduit la journée en rappelant que le niveau de confiance sur la détermination de l'état des masses d'eau ainsi que pour l'évaluation des tendances était un enjeu crucial pour la mise en œuvre de la DCE. L'Onema a aussi mentionné qu'il était très coûteux de s'engager dans un effort de surveillance sans connaître les incertitudes sur les mesures effectuées. Enfin, l'Onema a salué l'initiative de ce séminaire qui associe des personnes produisant les données et celles qui les utilisent. Ceci devrait permettre de définir les usages possibles et souhaitables de ces incertitudes.

Une rapide introduction sur la terminologie du mot incertitude a été présentée par le LNE. Ainsi, il est intéressant de souligner que dans l'usage général, le mot incertitude est associé au concept de doute. Par contre pour les métrologues, les incertitudes de mesure n'impliquent pas de doute sur la validité d'une mesure. Au contraire, la connaissance des incertitudes induit une confiance accrue dans la validité d'un résultat de mesure. L'incertitude est avant tout un outil à la prise de décision.

Les exigences relatives à la surveillance des milieux aquatiques dans la DCE (annexe 5) à travers les exigences de performances de la directive QA/QC ont été abordées par Aquaref. Le lien entre incertitudes et conformité par rapport au NQE (norme de qualité environnementales), ou encore entre incertitudes et évaluation des tendances a été présenté. Il a été noté qu'il y a une confusion possible entre les différentes notions d'incertitudes dans les

textes européens et réglementaires. Enfin la notion d'incertitudes à travers les différents guides européens a été développée. Pour finir, l'accent a été mis sur les champs d'action concernés par Aquaref sur les incertitudes.

Définition, concepts et prise de décision

L'intervention du LNE sur les concepts et définition a souligné qu'il était nécessaire de passer du temps à bien définir le mesurande (grandeur que l'on veut mesurer) car c'est le point essentiel dans la démarche d'estimation des incertitudes. Par ailleurs, il a été aussi rappelé que les incertitudes étaient un indicateur de la qualité du résultat. Enfin, le cas des variables qualitatives a été abordé en rappelant qu'il n'y a pas d'obligation d'estimer les incertitudes dans le cadre de l'accréditation car ce ne sont pas des grandeurs que l'on peut mesurer.

Les incertitudes et la prise de décision, ou comment comparer deux résultats de mesure entre eux ou un résultat de mesure à une valeur seuil réglementaire, ont ensuite été abordées par le LNE Ainsi, en tenant compte des incertitudes, la prise de décision peut se faire en fonction d'un risque jugé acceptable. Enfin la garde (distance entre le seuil de tolérance et le seuil d'acceptation) permet de réduire le risque d'accepter à tort un échantillon non-conforme.

Retour d'expériences

Plusieurs retours d'expériences ont permis d'illustrer différentes situations dans les lesquelles les incertitudes sont utilisées.

Ainsi, dans le cadre du LCSQA (Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air) les estimations des incertitudes de mesures sont en adéquation avec les exigences réglementaires. Par ailleurs un travail d'harmonisation des pratiques d'estimation des incertitudes a été mis en œuvre pour et avec la participation des AASQA (Association Agréés de la Surveillance de la Qualité de l'Air). Enfin les incertitudes sont surtout utilisées comme levier d'amélioration des pratiques et de la qualité des mesures. A noter que les incertitudes ne sont pas à l'heure d'aujourd'hui transmises au Ministère de l'Ecologie ou à l'Europe, mais des discussions sont cependant en cours pour une transmission à moyen terme.

Par ailleurs l'intervention de l'IRSN a montré qu'il était important de prendre en compte les résultats inférieurs à la limite de détection / quantification dans les calculs de moyennes ou pour réaliser des analyses statistiques afin de ne pas introduire de biais dans les calculs. Cette pratique est par ailleurs recommandée par la Royal Society of Chemistry (UK) ainsi que par l'Environmental Protection Agency (US).

Enfin, L'Agence de l'Eau Seine Normandie a indiqué ne pas utiliser actuellement les incertitudes rendues par les laboratoires, et s'interroge sur comment le faire pour, par exemple, agréger les paramètres (calcul indicateurs), ou encore pour hiérarchiser les actions à mettre en place sur le bassin. Par ailleurs, des zones d'incertitudes au niveau des seuils réglementaires existent : par exemple, environ 20 % des stations flirtent entre le bon et le mauvais état écologique ou chimique selon les années.

Les incertitudes en hydrobiologie

Un premier exposé, présenté par Irstea, a abordé la notion d'incertitude en hydrobiologie. Il a été rappelé qu'il y avait trois grands types d'incertitudes : les incertitudes liées à la mesure, les incertitudes liées à la représentativité spatiale et temporelle du milieu, et les incertitudes liées aux règles d'évaluation. Il a été rappelé que le principe de la bio-indication repose sur l'analyse des peuplements en place, l'objectif étant d'intégrer tous les paramètres environnementaux et leurs variations dans le temps. Par ailleurs il a été souligné que les protocoles étaient souvent très différents selon l'élément de qualité biologique (EQB) et les catégories de masses d'eau, et que l'impact de la compétence et de l'expertise de l'opérateur pour certaines étapes du protocole est élevé. Il a été conclu en mentionnant la création en 2012 d'un groupe de travail qui devrait s'occuper de définir une stratégie d'approche (orientation conceptuelle et méthodologique).

Le deuxième exposé concernait les spécificités des eaux marines pour l'estimation des incertitudes en hydrobiologie. Pour l'IFREMER, les objectifs de la démarche d'estimation des incertitudes sont d'identifier les sources de variabilité pour fiabiliser la qualité des données de surveillance et associer systématiquement une incertitude à une mesure. Les EQB concernés sont la composition, l'abondance et la biomasse du phytoplancton, la composition et l'abondance de la flore aquatique (autre que le phytoplancton) et la composition et abondance de la faune benthique invertébrée. En conclusion, il apparaît qu'il existe des spécificités marines mais sans doute pas de nature à justifier une approche métrologique spécifique.

Deux exemples d'approche d'estimation de la variabilité inter- et intra- opérateur pour les macro-invertébrés et la note d'Indice Biologique Diatomée 2007 (IBD) en cours d'eau ont ensuite été présentés par Irstea. Ainsi, il a été montré que, par rapport à 2009, il y avait une nette amélioration des résultats obtenus pour les macro-

invertébrés pour la phase terrain. Ceci traduit une appropriation progressive par les DREALs et les bureaux d'études de la nouvelle norme XP T90-333. Par ailleurs, les métriques les plus sensibles à la variabilité inter-opérateur sont celles basées sur l'abondance, celles se basant sur la richesse étant plus stables.

En ce qui concerne les diatomées, les résultats d'une inter-comparaison réalisée sur 42 sites, avec 12 DREAL/DRIEE, entre 2002 et 2008 ont été présentés. Le jeu de donnée a permis d'estimer une variabilité inter opérateur globale pour les sites suivis. Cependant il est difficile, sur cette base, d'estimer une incertitude globale sur la note IBD, du fait notamment de la gamme restreinte IBD explorée et de la couverture incomplète de l'ensemble du réseau hydrographique français. Une étude sur la rivière Loup a permis d'évaluer l'influence de l'opérateur, de l'étape de prélèvement, de la constitution de la lame et du comptage/détermination fait sur la lame. Il en ressort que l'effet opérateur est largement dominant.

Enfin, pour clôturer cette session, AGLAE a présenté les résultats obtenus lors de l'essai réalisé en 2010, dont l'objectif était de déterminer les compétences des laboratoires en matière de tri, de détermination et de dénombrement des taxons, d'établissement de la liste faunistique et de calcul d'indices IBGN et IBG-DCE. 17 laboratoires ont participé à l'essai. L'essai expérimental fût concluant en termes de faisabilité technique (homogénéité suffisante des prélèvements, dispersion des résultats des participants), mais aussi car il a été possible de réaliser une exploitation statistique à plusieurs niveaux (dénombrement des individus par taxon, variété taxonomique, profil faunistique). Ce type d'outil peut ainsi être utilisé comme contrôle externe de la qualité dans une approche de mise sous assurance qualité des analyses en hydrobiologie.

Les incertitudes en chimie

Un premier exposé par l'INERIS concernait l'homogénéité des pratiques à travers la normalisation. Pour information, il existe 384 documents normatifs faisant référence aux incertitudes de mesures, dont seulement 2 relatifs aux méthodes physico-chimiques dans l'eau : la norme française NF T90-220 (2003) et le projet de norme ISO 11352 dont la publication est prévue en 2012. L'avantage de la norme ISO 11352 est, d'une part, de bien identifier la partie relative à la fidélité et celle relative au biais et, d'autre part, d'utiliser les données de validation, de contrôle qualité et les EILs.

Un deuxième exposé présenté par le BRGM a traité de l'importance d'estimer les incertitudes sur l'ensemble du processus de mesure, c'est-à-dire depuis le prélèvement de l'échantillon jusqu'au résultat rendu au client. Cependant la contribution du prélèvement aux incertitudes de mesure est très peu évaluée à l'inverse de la contribution analytique qui apparaît comme étant de mieux en mieux maîtrisée. Une méthodologie d'estimation des incertitudes pour l'étape de prélèvement a été présentée et illustrée d'exemples sur les eaux souterraines, les eaux de surface et les sédiments.

Les deux présentations suivantes ont décrits les différentes approches utilisées par les laboratoires. Ainsi le Laboratoire de Rouen a illustré l'impact de la prise en compte du biais dans l'estimation des incertitudes ainsi que l'importance du choix du matériau certifié (et notamment du niveau d'incertitudes associé à la valeur certifiée) utilisé lors des contrôles internes. L'Anses a témoigné des pratiques et verrous auxquels elle est confrontée dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux de boisson destinées à la consommation humaine. Outre la mise en évidence que l'incertitude du résultat de mesure doit intégrer l'ensemble de la chaîne analytique depuis l'échantillonnage jusqu'à l'analyse finale, la présentation illustre la très grande hétérogénéité des niveaux de performances revendiquées par les laboratoires pour un même paramètre et la nécessité de se poser la question de l'équivalence des différents scénarios de détermination des incertitudes. La présentation conclut sur la notion de « quelles incertitudes (=doutes) sur les incertitudes ? ».

Enfin la session s'est terminée sur une présentation d'AGLAE sur le zéta-score comme outil de vérification des incertitudes de mesure. Un bilan sur les 5 premiers essais AGLAE avec calcul de zéta-scores pour les métaux, les micropolluants organiques et les paramètres de chimie de base en eaux propres et eaux résiduaires a ainsi été présenté. Ainsi les laboratoires ont d'une part majoritairement rendu une incertitude associée au résultat analytique et d'autre part environ 20 – 30 % des laboratoires sous-estiment leurs niveaux d'incertitudes.

3 – Discussions et échanges avec la salle

Les échanges avec la salle sur les concepts et la prise de décision ont abordé différents points :

- AERMC a soulevé la question de comment estimer les incertitudes pour les variables qualitatives ? Le LNE a mentionné que l'ISO TC 169 tentait de développer une méthode pour apprécier les résultats qualitatifs. Au niveau du GUM, il est prévu de traiter cet aspect dans les prochaines années.

- Le BRGM s'est interrogé sur l'approche la mieux adaptée au cas des NQE entre l'approche risque partagé ou l'approche par la gestion du risque via un intervalle d'acceptation. Selon le BRGM, il y a nécessité à se positionner sur ce sujet, au regard de l'impact de la mise en œuvre.
- L'ONEMA est intervenu pour souligner le fait que l'intervalle d'acceptation demande de connaître le niveau d'incertitudes, par paramètre et par site. Si les niveaux d'incertitudes sont différents, cela peut générer plusieurs intervalles d'acceptation. Le LNE a répondu qu'une démarche possible serait de maximiser le niveau d'incertitude pour l'ensemble des sites par exemple.

En ce qui concerne les retours d'expériences et témoignages plusieurs thèmes ont été discutés :

- L'IFREMER a des difficultés pour comprendre l'existence de valeurs négatives proches des limites de détection. L'IRSN mentionne que pour les mesures de radioactivité, le bruit de fond est soustrait au résultat de mesure.
- L'ONEMA a rappelé que pour les masses d'eau (ou les stations) qui flirtent entre le bon et le mauvais état, il peut être très coûteux d'attendre plusieurs années que les tendances se confirment. Par contre, en intégrant une gestion du risque, il devrait être possible, a priori, d'estimer le risque que la masse d'eau (ou la station) soit en mauvais état. Cette notion rejoint le niveau de confiance attribué à l'état de la masse d'eau. C'est bien en effet la finalité du processus.
- AGLAE mentionne que le risque est calculé depuis plusieurs années sur la zone de doute au niveau des valeurs réglementaires et notamment quand celles-ci sont en dessous des limites de quantification de la plupart des laboratoires lors d'essais d'aptitudes. Un exemple sur l'analyse du cuivre à 1 µg/L a été donné. L'INERIS a souligné qu'il y avait un problème évident entre les capacités des laboratoires et les besoins des donneurs d'ordre.
- Une question posée par Aquaref aux Agences de l'Eau présentes concernait le niveau à partir de quand les Agences de l'eau engageaient-elles des mesures de gestion pour réduire la contamination. AERMC a répondu qu'avant l'existence des valeurs seuils pour les micropolluants, AERMC utilisait un guide avec un niveau de confiance, la chronique des données permettant de prendre des décisions. Aujourd'hui l'attribution de l'état se fait à l'année. S'il la masse d'eau est en mauvais état, des mesures de réduction doivent être mises en place.
- Enfin, AERMC s'est interrogé sur le fait de raisonner en moyenne sachant que la variabilité du milieu peut être importante, ou s'il ne faut pas plutôt raisonner en valeur maximale pour la comparaison aux NQE ?
- Irstea a souligné qu'il ne fallait pas faire supporter à la mesure ce qui est du ressort de la décision

Les discussions faisant suites aux exposés sur les incertitudes en hydrobiologie ont portés sur les sujets suivants :

- L'IFREMER a fait remarquer que la démarche présentée par AGLAE était très proche de ce qui se fait pour les EIL phytoplancton organisé par l'IFREMER.
- La durée de 4 ans et le coût associé de l'opération réalisée sur les macro-invertébrés sont assez conséquents et montrent l'investissement nécessaire pour permettre une estimation des incertitudes en hydrobiologie.

Une brève discussion sur les incertitudes en chimie ont permis d'aborder les points suivants :

- Le BRGM a souligné le danger d'utiliser les cartes de contrôles pour estimer les incertitudes sans intégrer une contribution de justesse.
- Rebondissant sur l'exposé présenté par le Laboratoire de Rouen, le SIAAP s'est interrogé sur comment traiter les incohérences entre cartes de contrôle et les incertitudes. Il s'agit de savoir si l'estimation de l'incertitude n'a pas été sous-estimée, ou si les cartes de contrôles sont réalisées sur des matrices représentatives du domaine d'analyse en routine, d'après le Laboratoire de Rouen.

Pour permettre aux participants de poursuivre les débats, il a été décidé d'ouvrir un forum sur le site Aquaref jusqu'à début janvier 2012.

La question récurrente posée en séance et sur le forum concernait la nécessité ou non de recalculer les incertitudes si la norme ISO 11352 est adoptée au niveau français. La réponse qui a été faite par l'INERIS est la suivante :

« Dans l'hypothèse dans laquelle la commission T90Q choisirait cette norme ISO pour constituer la nécessaire révision de la norme NF T90-220, cette décision n'aurait aucun caractère rétroactif. Le rôle de l'Afnor consiste à maintenir à jour les meilleurs outils possibles pour l'élaboration consensuelle d'un résultat, dans le cas qui nous occupe, les incertitudes.

Ensuite, il appartient, soit aux partenaires commerciaux de prévoir dans les revues de contrat le référentiel à appliquer s'il y a un enjeu, soit aux organismes de contrôle en tierces partie (le COFRAC dans le cas de l'accréditation et de l'agrément), de publier leur politique. Nous vous invitons à vous rapprocher du COFRAC, membre de la commission T90Q, et au sein duquel tous les intérêts liés à l'accréditation sont représentés, pour vous renseigner sur l'état des réflexions et les schémas d'application retenus. »

4 – Conclusions et perspectives

Il ressort de cette journée qu'il est nécessaire de poursuivre les efforts déjà engagés pour estimer les incertitudes de mesure, que ce soit en hydrobiologie ou en chimie, afin de disposer d'un outil d'aide à la prise de décision.

Un des points importants de la journée est que l'étape clé de la démarche d'estimation des incertitudes est la définition du mesurande (grandeur que l'on veut mesurer), notamment afin de lever toute ambiguïté sur l'objet à l'étude.

Ainsi, en ce qui concerne le domaine de l'hydrobiologie, une journée de travail Aquaref est programmée en juin 2012 afin d'avancer et concrétiser le programme 2012 sur la thématique des incertitudes.

Pour les analyses physico-chimiques, il est proposé d'harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes, en accompagnant de manière interactive les laboratoires concernés. La prise en compte de la norme ISO 11352 dans ce processus et l'évolution des pratiques qu'elle va engendrer est primordiale s'il s'avère que la France se prononce favorablement à son adoption au niveau national.

Concernant la contribution de l'échantillonnage aux incertitudes de mesure, et afin d'acquérir des données suffisantes pour pouvoir estimer cette contribution et la comparer à la contribution analytique, il apparaît important à la fois de poursuivre des études ciblées en fonction des différentes classes de substances et de matrices et d'autre part il semble également pertinent dans l'avenir de conduire des études à grande échelle.

Par ailleurs, la poursuite des travaux engagés par les OCILs pour permettre de répondre aux besoins des laboratoires et des commanditaires est nécessaire.

Enfin, il pourrait être pertinent de créer un groupe de travail pour traiter des différents aspects concernant l'utilisation des incertitudes au niveau de la station de suivi jusqu'à la détermination de l'état des masses d'eau. Ce groupe de travail pourrait traiter, par exemple, des incertitudes sur le calcul des moyennes (ou des percentiles) et/ou sur le calcul d'indice (agrégation de paramètres) et la comparaison aux valeurs seuils (NQE par exemple), de l'extrapolation et de l'interpolation pour les masses d'eau disposant de plusieurs stations ou d'aucune station de suivi, du risque associé à une prise de décision intégrant les incertitudes etc.

Annexe : Programme de la journée

- 9:30 Introduction à la journée : S. Vaslin-Reimann, LNE**
- 9:40 Contexte et enjeux de la surveillance des eaux – exigences sur les incertitudes : A. Morin, Aquaref**
- 10:00 Les incertitudes : définitions et utilisations**
- Définitions et concepts métrologiques : *M. Priel, LNE*
 - Les incertitudes et la prise de décision : *N. Fischer, LNE*
- 10:40 Retour d'expérience pour la mise en œuvre et application des incertitudes et leurs limites**
- L'évaluation des incertitudes : quel impact sur la surveillance de la qualité de l'air ? : *T. Macé, LNE*
 - Surveillance de la radioactivité dans l'environnement : *G. Manificat, IRSN*
 - Témoignage d'une Agence de l'Eau : *A. S. Allonier-Fernandes, AESN*
- 11:30 Echanges avec la salle: S. Vaslin-Reimann, LNE et P-F Staub, ONEMA**
- 12 :00 Déjeuner**
- 13:30 Les incertitudes en Hydrobiologie**
- La notion d'incertitude en "mesures" hydrobiologiques : quels concepts, quelles phases d'analyse ? : *C. Chauvin, Irstea*
 - Incertitudes en hydrobiologie : spécificités des eaux marines ? : *D. Soudant, Ifremer*
 - Exemples de variabilités inter-opérateurs lors des phases d'acquisition de données liées au protocole l'échantillonnage des invertébrés en cours : *A. Josset, Irstea*
 - Etude de la variabilité inter et intra opérateur de la note d'Indice Biologique Diatomée 2007 : *F. Delmas, Irstea*
 - Essais interlaboratoires en hydrobiologie : restitution d'une opération concrète réalisée en 2010 par AGLAE : *O. Molinier, AGLAE*
- 15:00 Pause café**
- 15:15 Les incertitudes en Chimie**
- Normalisation : où en est-on ? : *MP. Strub INERIS*
 - Incertitudes liées à l'échantillonnage
 - Méthodologie d'estimation et exemples pour les eaux de surface et les eaux souterraines : *JP. Ghestem, BRGM*
 - Incertitudes liées aux analyses chimiques
 - Exemple d'approches mises en œuvre par un laboratoire d'analyses : *A. Franco, Laboratoire de Rouen*
 - Les incertitudes dans le domaine des eaux destinées à la consommation (humaine) : *C. Rosin, ANSES*
 - Le zéta-score : un outil de vérification des estimations de l'incertitude de mesure : *R. Charpentier, AGLAE*
- 16:45 Echanges avec la salle: JP. Ghestem, BRGM et C. Chauvin, Irstea**
- 17:15 Clôture du séminaire**