Note de synthèse

le 09/02/2009

Réf. : 09-0005A

Construction d'un réseau européen des fournisseurs d'essais d'aptitude soutenant l'exécution de la directive cadre sur l'eau PT-WFD

Auteur(s) : **MP. Strub, (INERIS)** **Avec la participation de :**

1. RESUME

Lors du 1er workshop du projet EAQC-Wise (Paris, 17/11/06), les experts présents ont identifié les essais d'aptitude comme l'un des piliers de la surveillance des milieux aquatiques. Pour autant, des avancées sont encore nécessaires afin que l'offre satisfasse les besoins, à la fois en termes d'adaptation des programmes et en termes d'homogénéité des évaluations de performance. Forts de cette constatation, les organisateurs européens volontaires se sont rencontrés à plusieurs reprises, à Rome ou Bruxelles, sous l'égide de l'ENEA[1] et de l'IWW[2] afin de jeter les bases d'une entente mutuelle visant à corriger ces imperfections.

La réunion du 8 octobre 2008 clôture deux cycles au cours desquels :

- Un accord de consortium a été élaboré,
- des modalités pratiques d'exercices conjoints et de diffusion d'information consolidée sur les offres disponibles ont été recherchées.

Un accord, mis en forme par les instigateurs du workshop initial, a été signé, après ajustements sur la composition des différents collèges. La première assemblée générale du consortium a pu se dérouler ensuite.

Les futurs travaux et moyens de dissémination ont été planifiés.

Il est à signaler que, parmi les organisateurs de circuits interlaboratoires (OCIL) français, intégrés tous deux en cours à l'élaboration des accords sous l'impulsion de l'INERIS, seul le BIPEA est aujourd'hui signataire. AGLAE n'a souhaité poursuivre ni collaboration ni suivi de l'action.

L'attention des partenaires AQUAREF est plus particulièrement attirée sur les paragraphes 4.2 et 4.4.

[1] ENEA : Italian National Agency for New Technologies, Energy and the Environment

[2] IWW : Institut für Wasserbau und Wasserwirtschaft (IWW) (Allemagne)

2. CONTEXTE

Lors du 1er workshop du projet EAQC-Wise (Paris, 17/11/06), les experts présents ont identifié les essais d'aptitude comme l'un des piliers de la surveillance des milieux aquatiques.

Pour autant, ce pilier reste à consolider, comme le souligne l'identification des manques concernant les essais d'aptitude vis-à-vis de la DCE, tant sur le plan de la portée (substances et niveaux de concentration couverts) que sur celui de l'exploitation des données résultantes. Il a été constaté encore récemment lors du workshop EURACHEM-PTS[3] que la liste des améliorations souhaitables restait inchangée, mais les propositions de solutions étaient peu nombreuses.

3. OBJECTIFS

La création d'un consortium d'organisateurs européens d'essais d'aptitude a pour objectif de mettre l'offre en matière d'essais d'aptitude en accord avec les besoins induits par la DCE, à la fois en termes d'adaptation des programmes et en termes d'homogénéité des évaluation de performance.

Le regroupement d'organisateurs de circuits interlaboratoires (OCIL) est une solution pour atteindre la « masse critique » en terme d'audience qui permettrait de résoudre certaines difficultés actuelles liées à une demande trop restreinte (traitement statistique des résultats, équilibre économique, en particulier).

Au-delà des constatations :

- de la nécessité d'organiser les campagnes à l'échelle européenne afin que les paramètres maîtrisés uniquement par quelques laboratoires experts dans chaque pays puissent bénéficier d'essais d'inter comparaison et
- de la nécessité d'harmoniser les modes d'examen statistique des résultats afin d'offrir une évaluation homogène de toutes les campagnes aux laboratoires qui s'adresse à plusieurs organisateurs,

la nécessaire modification des pratiques statistiques, organisationnelles et commerciales de chacun qu'elles sous-tendent constituent des obstacles importants à un fonctionnement collaboratif qu'il convient de lever pour espérer progresser.

4. TRAVAUX ET PRODUITS DE SORTIE

14 organisateurs européens volontaires se sont rencontrés à plusieurs reprises[4], à Rome ou Bruxelles, sous l'égide de l'ENEA et de l'IWW afin de jeter les bases d'une entente mutuelle visant à corriger les imperfections constatées.

La réunion du 8 octobre 2008 a consacré la fin de deux années de discussions qui ont permis de trouver un consensus sur :

- Le but poursuivi (mise à disposition d'essais d'aptitude DCE compatibles)
- Le cadre d'action (matrices représentatives, niveaux de concentrations en rapport avec la demande, évaluation des résultats suivant ISO 13528, pas de systèmes statistiques « novateurs »)
- La structure (un consortium des OCIL commerciaux doté d'un bureau président/secrétaire + 3 administrateurs, et d'un conseil de surveillance)

Ces différents points sont détaillés ci-après.

---

[3] 6th Eurachem workshop on Proficiency Testing in analytical chemistry, microbiology and laboratory medicine- Rome, 6-7 Octobre 2008 (www.eurachem.org)

[4] Comptes rendus des différentes réunions en annexe (version interne AQUAREF)

4.1 MISSIONS

L'objectif du réseau « PT-WFD» est de proposer des campagnes harmonisées d'essais d'aptitude qui répondent aux exigences spécifiques de la DCE, évalués d'une manière harmonisée et comparable. Au-delà de l'évaluation des performances harmonisée des laboratoires, le réseau autorise le développement des synergies entre organisateurs. En outre, la mise en œuvre des stratégies communes aura comme conséquence une plus grande visibilité, un risque de campagne infructueuse minimisé, et une maîtrise des coûts.

La valeur ajoutée d'un tel réseau se situe dans:

- l'évaluation harmonisée des performances des laboratoires européens impliqués dans le contrôle de surveillance DCE, augmentant de ce fait la comparabilité des données obtenues dans l'ensemble de l'Europe,
- la diminution du coût des matériaux d'essai : la part des coûts la plus importante est fixe, correspondant non pas à leur production mais à leur caractérisation ; plus le nombre de flaconnages de matériau produit et distribué est élevé, moins le coût final de chaque flaconnage l'est. Il y a également un avantage pour les participants qui verront les coûts attachés aux essais d'aptitude diminuer ;
- l'opportunité d'organisation au niveau européen de campagnes pour les analytes qui sont analysées seulement par quelques laboratoires dans chaque pays ;
- l'augmentation de la connaissance mutuelle des OCIL nationaux européens dans le cadre du réseau, favorisant ainsi une la mise en places de synergies propices à la diminution de la prise de risque financier ;
- la surveillance de l'état de l'art, afin de combiner les forces disponibles faces à l'émergence de nouveaux besoins. Un maintien à jour des connaissances s'appuyant sur le renouvellement régulier des membres du conseil de surveillance augmentera également la réputation et la reconnaissance externe du réseau.

4.2 CARACTERISTIQUES DES CAMPAGNES PREVUES

Les campagnes organisées par le réseau ont pour but de soutenir des programmes de contrôle nationaux en relation avec la DCE.

Pour prétendre à la qualité d' « essai interlaboratoires DCE compatible » tel qu'agréée par le réseau, les essais d'aptitude organisés doivent répondre à un certain nombre de critères.

4.2.1 MATERIAUX D'ESSAI

Le choix du matériau d'essai sera fait en tenant compte des niveaux de concentration à surveiller, de l'homogénéité et la stabilité des échantillons, et des équipements de transport et de stockage. Généralement, des échantillons réels, éventuellement dopés, seront préférés à échantillons synthétiques ou à des solutions étalons.

Les caractéristiques des matrices peuvent varier considérablement, dans le temps et l'espace, et les laboratoires doivent s'assurer que les méthodes qu'ils emploient sont adaptées aux types de matrice qu'ils examinent. C'est pourquoi les matériaux d'essai seront caractérisés[5] par l'organisateur au moins sur les paramètres suivants (s'ils ne doivent pas être analysés comme paramètre d'essai) :

- Pour les sédiments et boues : type (sédiment de rivière, de dragage, …) et COT,

[5] A la demande de la France

- pour les eaux : par exemple, type de l'eau (douce, estuarienne ou marine), dureté totale, taux de matières en suspension, DCO. Des paramètres caractéristiques pourront être ajoutés selon a portée de l'essai ;
- Pour le biote : espèces, type de tissu.

Une part considérable des substances prioritaires apolaires d'un échantillon d'eau chargée est adsorbée sur la matière en suspension. Pour les essais relatifs à ces substances, le matériau d'essai fourni contiendra si possible des matières particulaires. Pour les composés polaires, un matériau d'essai sans matières en suspension peut être suffisant, ces substances étant principalement contenues dans la fraction dissoute.

Les recommandations de la DCE, de ses directives filles et de documents associés « CMA[6] » seront suivies. Tous les matériaux d'essai seront en principe « prêts à analyser ». En cas d'impossibilité technique, une matrice réelle accompagnée d'une solution dopante est acceptable.

4.2.2 ANALYTES ET CONCENTRATIONS

Analytes et concentrations seront définis à l'avance. On définira également (si nécessaire) les congénères ou les isomères qui doivent être mesurés, et comment le calcul du résultat final doit être réalisé (par exemple, dans les cas où les concentrations de plusieurs isomères ou congénères doivent être considérées). On définira également si l'échantillon d'eau total doit être analysé ou si certains prétraitements sont nécessaires ou recommandés (par exemple, mesure de la fraction dissoute seulement ou seulement sur les MES pour les composés qui sont connus pour être contenus préférentiellement dans une des deux fractions).

Le choix des niveaux de concentration pour les substances prioritaires sera en rapport avec à la fois les normes de qualité environnementales annuelles moyennes (AA) et les concentrations maximales annuelles admissibles (MAC-EQS) indiquées dans la version en cours[7] du projet de directive fille « NQE ». Les matériaux d'essai auront une concentration allant des valeurs MAC-EQS jusqu'à environ 10 fois la NQE. Si des échantillons de concentrations inférieures aux NQE sont distribués, la concentration sera choisie après s'être assuré que les résultats ne soient pas systématiquement au-dessous des LQ, en prenant en compte les exigences de la directive QA/QC.

Ceci s'appliquera également aux échantillons de biote.

4.2.3 PARAMETRES DE CONSTITUTION

Les paramètres de constitution sont des paramètres généraux énumérés dans la DCE qui sont employés pour définir le type d'eau :

- Teneur en MES ou turbidité,
- Eléments nutritifs (majeurs),
- Salinité,
- Oxygène dissous,
- Acidité.

La sélection des paramètres de constitution appropriés sera discutée et fixé par le réseau.

Cette disposition constitue une avancée particulièrement importante pour la conaissance de la représentativité des campagnes interlaboratoires.

---

[6] Groupes d'experts européens « chemical monitoring activities »

[7] Projet de "Directive on environmental quality standards in the field of water policy and amending directive 2000/60/EC" (EQS directive) – version au 1/10/08, date de finalisation des travaux. A actualiser.

4.2.4 VALEURS ASSIGNEES

Si la préparation des matériaux d'essai peut fournir des valeurs assignées fiables, en tenant compte des contributions de matrice, alors la valeur assignée sera déterminée ainsi. Si ce n'est pas possible, la valeur assignée sera calculée à partir des résultats rapportés, conformément à l'ISO 13528. La variabilité utilisée pour l'évaluation des performances sera calculée selon des méthodes internationalement acceptées, des lignes directrices ou choisie *a priori (*protocole« standard deviation for proficiency assessment » ou SDPA).

Pour les analytes inorganiques et les paramètres physico-chimiques (par exemple : Cd, Ni, Hg et Pb, paramètres de constitution), un SDPA de 10% et 0,1 unité de pH seront utilisés.

Pour les substances organiques (par exemple, les substances prioritaires) les règles suivantes s'appliqueront :

- Aux niveaux de concentration égaux ou supérieurs à la NQE, un SDPA de 25% (c-à-d. écart-type imposé = 0.25 * valeur assignée) sera utilisé ;
- Aux concentrations inférieures à la NQE, un SDPA fixe de 0,25 * NQE sera utilisé.

Des exceptions aux valeurs de SDPA mentionnées (10% ou 25%) pourront exister en cas de nécessité (*et nécessité devrait être monnaie courante, NDLR*).

Le BIPEA utilise le SDPA pour certains essais d'aptitude qu'il organise, en particulier les métaux.

4.2.5 EVALUATION DES PERFORMANCES

L'évaluation des performances des laboratoires participant sera réalisée au moyen des z-scores, en utilisant l'interprétation de la norme ISO 13528 :

	|z-score|	≤ 2.0	résultat satisfaisant
2.0 <	|z-score|	≤ 3.0	résultat douteux
	|z-score|	> 3.0	résultat non satisfaisant

Cette grille d'évaluation est la grille déjà utilisée par AGLAE pour ses essais d'aptitude, et par l'INERIS à l'occasion des essais interlaboratoires organisés dans el cadre de ses travaux pour les pouvoirs publics.

4.3 STRUCTURE DU CONSORTIUM

La structure du consortium est constituée de deux collèges, les membres, et les « experts externes ». L'organisation à titre onéreux d'essais d'aptitude dans le domaine des eaux environnementales est la première condition à l'accession à la qualité de membre. Les OCIL qui organisent des essais sans contrepartie financière, tels que l'INERIS, peuvent solliciter le statut d'« expert externe ».

Le consortium est doté d'un bureau, dont U. Borchers (IWW) est président et le représentant de Quality consult (I) le secrétaire.

La présidence du conseil de surveillance est confiée à Roberto Morabito en remerciement des efforts déployés pour la construction du réseau.

Les membres actuels du consortium sont :

- AQS-BW Institut pour la technologie, la qualité de l'eau et la gestion sanitaires de déchets solides – Université de Stuttgart (Allemagne)
- BIPEA (France)
- Institut Pasteur de Lille- Département eau and Environnement (France)
- IWW Water Center Allemagne)

- LGC Standards – essais d'aptitude-(Allemagne)
- Kemijski Institut Ljubljana (National Institute of Chemistry of Slovenia)
- QUALITYCONSULT " Association pour le développement de la qualité environnementale" (Italie)
- QUASIMEME (Pays-Bas)
- VITUKI - Institut de protection de l'environnement et de recherche en gestion de l'eau – Assurance et contrôle qualité (Hongrie)

Le conseil de surveillance comporte 5 membres :

- ENEA (Italie)
- AQUAREF (France)
- IFA-Tulln Université de Vienne - ressources naturelles et sciences de la vie appliquées : département Agrobiotechnologie , (Autriche)
- JRC-IRMM –(Commission Européenne - Belgique)
- RWS-WD Rijkswaterstaat Waterdienst (RWS Centre pour la gestion de l'eau) (Pays-Bas)

L'admission de nouveaux membres est possible après examen de leurs candidatures. Les nouvelles candidatures seront reçues par le président de l'assemblée générale qui vérifiera les critères de recevabilité et soumettra par mail les candidatures à l'approbation des autres membres.

4.4 ACTIONS CONCERTEES

4.4.1 CAMPAGNES INTERLABORATOIRES

Celles-ci sont de deux types :

- Campagnes indépendantes : chaque membre du réseau possède déjà un programme propre. Si des campagnes de ces programmes sont cohérentes avec l'approche harmonisée décrite ci-dessus, ces programmes peuvent porter le logo PT-WFD. La décision est prise par les instances du réseau, sur requête d'un membre ;

- Programmes communs : plusieurs membres du réseau peuvent se regrouper pour satisfaire aux besoins exprimés plus haut. Chaque fournisseur en assurera la publicité, et la logistique associée. La confidentialité chaque organisateur et les participants qui s'adressent à lui sera assurée. Le matériau d'essai sera produit par un organisateur pour tous les autres et le même programme sera affiché par tous. Les résultats restitués à chaque organisateur seront alors traités dans un unique jeu de données. Le traitement des données et le reportage (en anglais) seront réalisés par un organisateur unique ; chaque organisateur sera libre de traduire ensuite le rapport dans sa langue nationale.

A ce jour, deux campagnes communes sont proposées, COHV et pesticides sélectionnés. Les éléments d'information disponibles sont disponibles sur le site du consortium[8].

4.4.2 TRAVAUX STRATEGIQUES COMMUNS

Interaction avec EA/ILAC : EA (European Accreditation) cherche des OCIL en opérant dans le cadre de la DCE pour participer à des travaux en vue d'étudier la possibilité d'étendre le processus de reconnaissance mutuelle aux OCIL. Les pré-requis sont les suivants :

[8] www.pt-wfd.eu

- Avoir une activité multinationale (> 15-20 %),
- Accepter de dévoiler ses protocoles d'évaluation statistique,
- S'engager à participer aux réunions.

L'IRMM y prend part, d'autres OCIL en métrologie dimensionnelle ou mécanique ont déjà accepté de représenter leur secteur. L'IRMM accepte d'organiser la représentation du consortium auprès d'EA .

Site internet du consortium PT-FWD : IWW administre un site informatif de démarrage, dans l'attente d'une structuration plus élaborée. (www.pt-wfd.eu)

Harmonisation de l'Evaluation statistique : IWW va faire préparer des jeux de données test, de différents types :

- Optimal,
- Réel,
- Essai « organiques » très dispersé,

à deux niveaux de nombre de participants dans chaque cas, de manière à ce que chaque OCIL les soumette à son applicatif statistique, en vue de comparer les évaluations résultantes.

Dans cette même réflexion, QUASIMEME a déjà réalisé une comparaison des différentes méthodes statistiques sur plus de 100 jeux de données. Il en résulte que toutes les méthodes actuellement utilisées par les OCIL sont équivalentes en termes de puissance :

- Aussi bonnes les unes que les autres si > 70 participatants
- Toutes aussi biaisées les unes que les autres sur des jeux de données restreints (< 30)

Dans le contexte de ce consortium on opèrera donc toujours dans le 2° cas. La proposition des jeux de données test est donc particulièrement pertinente.

Rencontres : les membres tiennent assemblée générale une fois par an pour faire le point de l'évolution des manques à combler, des campagnes organisées au cours de la période écoulée, planifier les nouvelles campagnes et examiner les propositions que le comité scientifique lui a transmis. Ce dernier se réunit en tant que de besoin pour préparer ces propositions.

En dehors de ces rencontres institutionnelles, le réseau souhaite organiser des rencontres à destination des laboratoires participants. En 2009, un workshop, ouvert aux membres et partenaires potentiels, sera organisé au printemps à l'IPL. Son programme prévisionnel s'établit comme suit :

- Besoins de nouveaux EIL
- Utilisation de différentes valeurs de référence (moyenne, robuste, médiane, …) au travers d'un jeu de données tests mouliné par chaque OCIL avec ses outils de manière à les comparer
- Programmes 2010
- Conséquences de la transformation du guide ISO 43 en norme ISO 17043 (Les membres qui auront accès à ISO/DIS 17043 dans les semaines à venir sont invités de la faire passer aux autres).

Une assemblée générale se tiendra en fin d'année, à Rome ou en conjonction avec la deuxième conférence internationale sur l'essai d'aptitude, organisée par EURACHEM à Sibiu, Roumanie, du 16 au 18 septembre 2009.

Nous engageons les OCIL français à ne pas se tenir en marge de cette initiative.

5. ANNEXES

- Compte-rendu de la réunion du 02/04/07
- Compte-rendu de la réunion du 08/10/08
- Accord de consortium
- Déclaration d'engagement volontaire (mission statement)