

**Incertitudes analytiques et  
limites de qualité dans les EDCH:  
la cohabitation est elle possible  
?**

**C. ROSIN, Laboratoire d'hydrologie de Nancy**



contexte des EDCH  
Exigences actuelles  
Evolutions

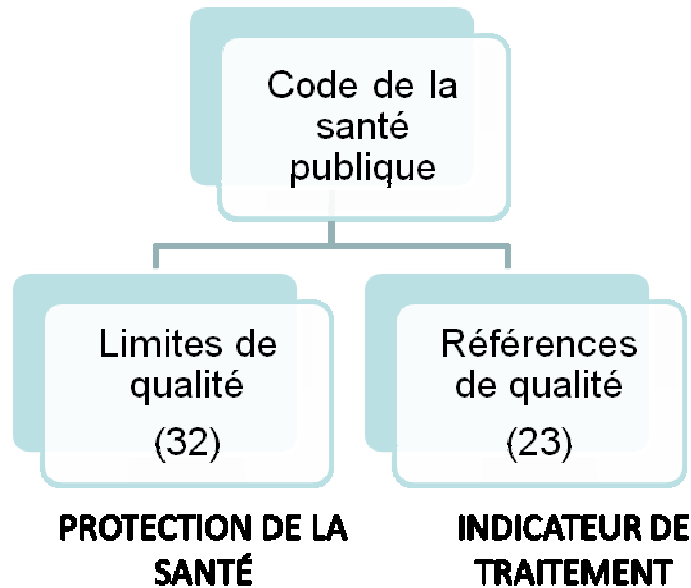


Incertitudes analytiques et gestion des non conformités

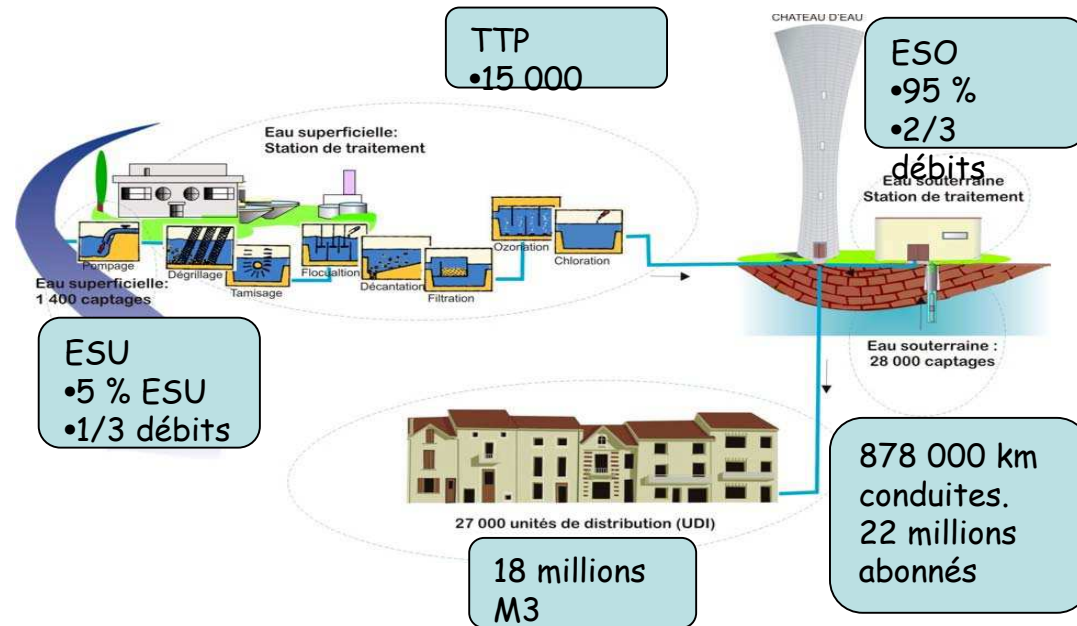
- Avantages
- limites



Des incertitudes sur la détermination des incertitudes ?



**CONTRÔLE SANITAIRE : 300 000 PRÉLÈVEMENTS / 8 MILLIONS DÉTERMINATIONS**



**VALEURS LIÉES À DES RISQUES SANITAIRES:**

- Effet déterministe
- Effet stochastique

**AUTRES CRITÈRES DE FIXATION DES VALEURS**

- Acceptable par le consommateur
- Seuil de détection analytique
- Valeurs de protection du patrimoine

**Domaine concurrentiel :**

- Changement de laboratoires
- Changement de méthodes

**Besoin d'assurer la comparabilité des données**

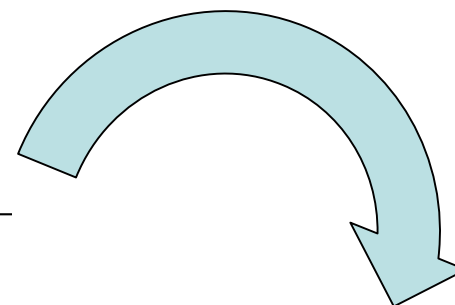
- Accréditation
- Exigences de performances
  - LoQ (1/3 LQ)
  - Justesse /fidélité
  - EIL

agrément

## Contexte réglementaire

### Directive 98-83

Parameters	Trueness % of parametric value (Note 1)	Precision % of parametric value (Note 2)
Selenium	10	10
Sodium	10	10
Sulphate	10	10
Tetrachloroethene	25	25



### Arrêté méthode 17 septembre 2003

PARAMÈTRES	VALEUR paramétrique	JUSTESSE en % de la valeur paramétrique (note 1)	FIDÉLITÉ en % de la valeur paramétrique (note 2)
Sélénium	10 µg/L	10	10
Sodium	200 mg/L	10	10

Difficultés observés pour certains paramètres (précision < 10 % métaux.

## ENDWARE (European Network of Drinking Water REgulators)

Conseils et propositions sur la révision de  
critères de performances des méthodes  
Incertitudes de plus en plus utilisées (NF  
EN ISO 17025)



Legislative act	Field of activity	Performance characteristics						
		LOD	LOQ	Specificity	Trueness	Precision	Recovery	Uncertainty
Council Directive 98/83/EC of 3 November 1998	Water intended for human consumption	✓			✓	✓		
Council Directive 2002/70/EC of 26 July 2002	Dioxins and dioxin-like PCBs in feedingstuffs	✓			✓	✓	✓	
Commission Decision 2002/657/EC of 12 August 2002	Residues in live animals and animal products	*	*	✓	✓	✓	✓	◆
Commission Regulation 2004/882/EC of 29 April 2004	Official control in feed and food animal health and animal welfare rules	✓	✓		✓	✓	✓	✓
Council Directive 2004/107/EC of 15 December 2004	Total atmospheric deposition Ambient air							✓
Council Directive 2005/7/EC of 27 January 2005 amending Directive 2002/70/EC	Dioxins and dioxin-like PCBs in feedingstuffs							✓
Commission Regulation 2006/401/EC of 23 February 2006 <sup>14</sup>	Mycotoxin in foodstuffs	✓	✓	✓		✓	✓	✓•
Commission Regulation 2006/1883/EC of 19 December 2006 <sup>15</sup>	Dioxins and dioxin-like PCBs in foodstuffs	✓			✓	✓	✓	
Commission Regulation 333/2007/EC of 28 March 2007 <sup>16</sup>	Foodstuffs	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓•
Council Directive 2008/50/EC of 21 May 2008	Ambient air							✓
Advanced Draft Commission Directive Version of 7 March 2008	Water (monitoring within dir 2000/60/CE)		✓					✓

## Transposition des critères de justesse et fidélité.

### Première approche

Paramètre	Justesse	fidélité	Incertitude (k=2)
physico chimie	10 %	10 %	28 %
Éléments traces	25 %	25 %	70 %

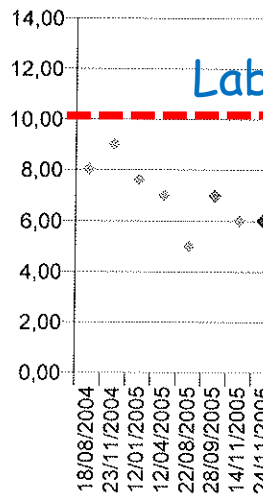
$$I = 2 X \sqrt{J^2 + F^2}$$



Des difficultés d'interprétation pour le gestionnaire

Sélénium

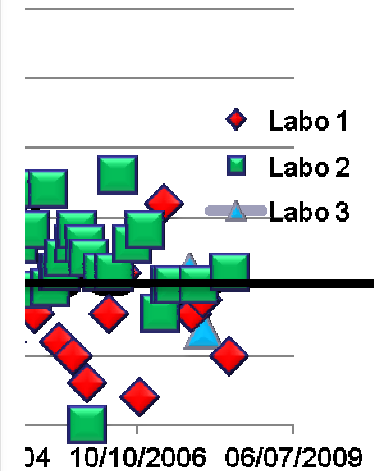
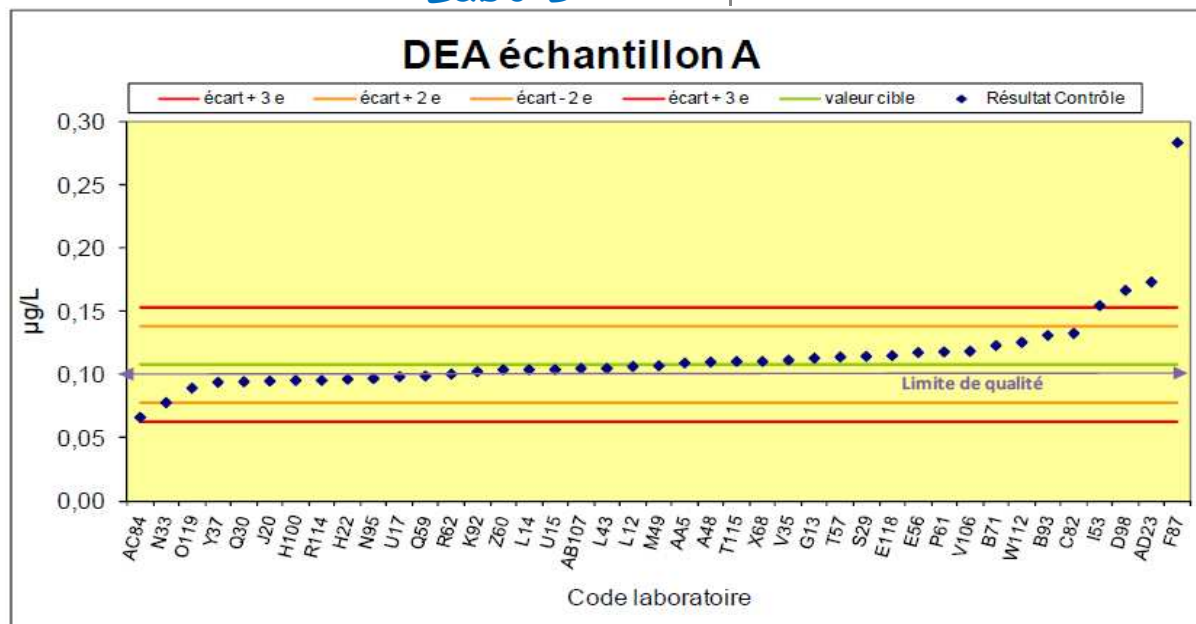
- Changement de prestataire
- Limite de qualité = 10 µg/L

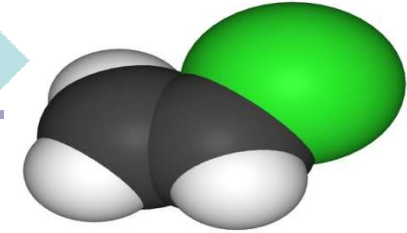


Déséthylatrazine

- Même ressource contrôlée
- Limite de qualité = 0.1 µg/L

Labo B





## Exemple du MVC

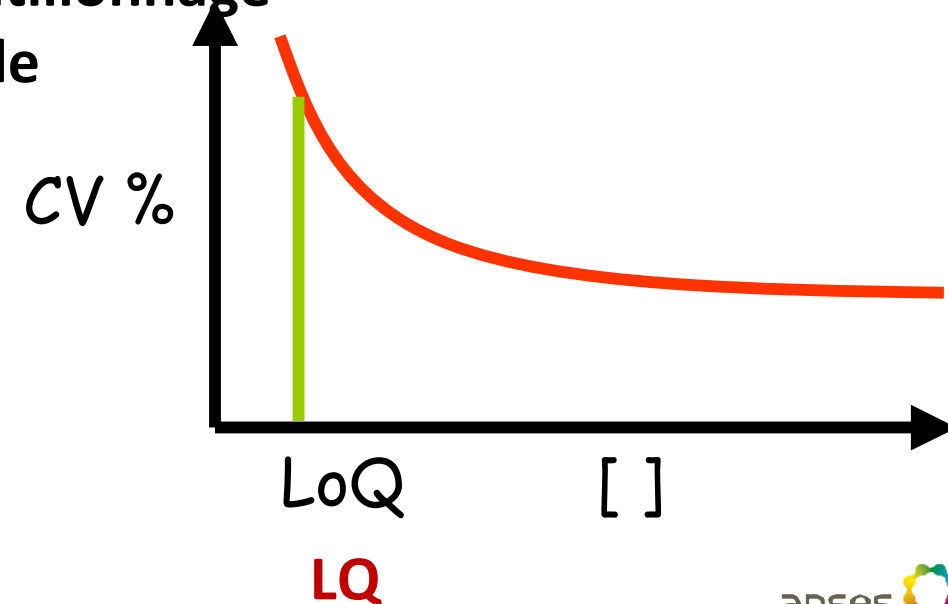
### Contexte

- Monomère résiduel présent dans les canalisations en PVC produites avant 1980,
- Mutagène et cancérogène (angiosarcomes hépatiques),

### Gestion compliquée:

- Résultats positifs généralement  $< 1 \mu\text{g/L}$
- Très dépendant de l'échantillonnage
- Aucune dérogation possible

**Composé très volatil**







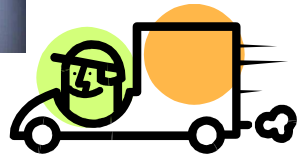
Effet soutirage

Site dépendant



Effet privt/  
préleveur

# Problématique MVC



transport

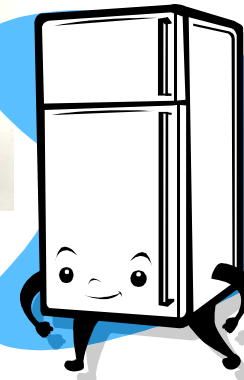


Effet aliquotage  
Perte de 15 à 20 %



Effet laboratoire

CVR = 30 %  
à 50 %



Effet stockage



Effet méthode  
CVR = 10 % CVr = 5 %

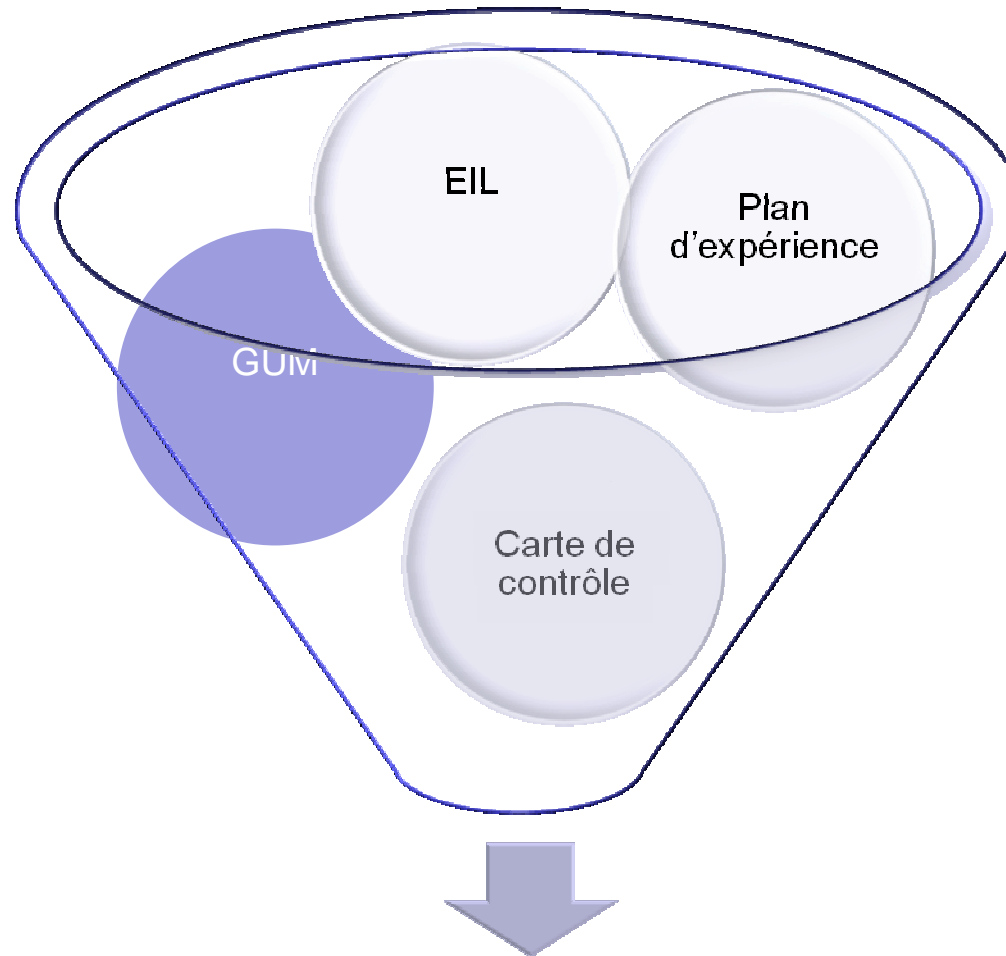
Répétabilité CC	Répétabilité échantillons
5 %	10-15 %

Ok si conforme norme CVR = 10 % CVr = 5 %

Incertitude méthode 25 %

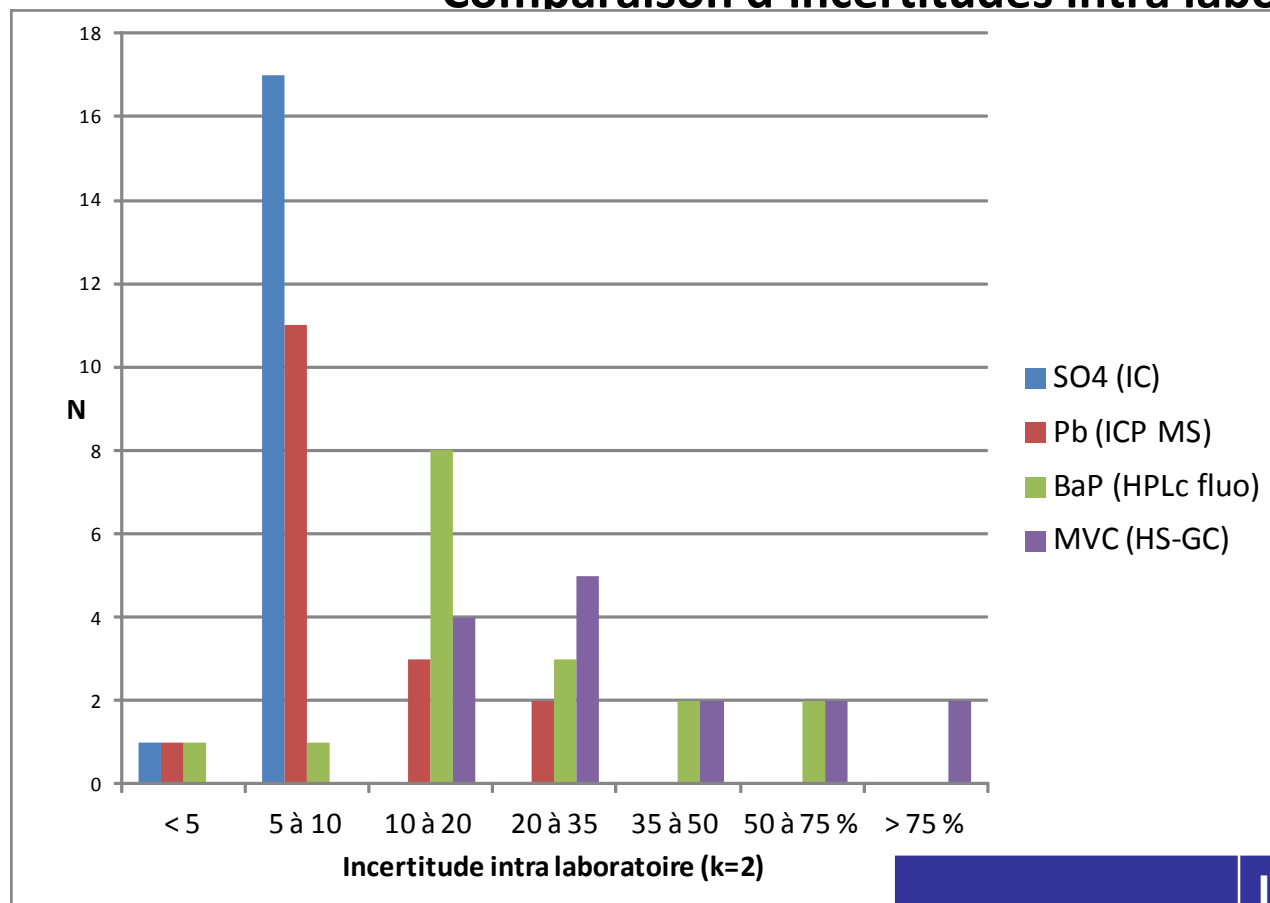
Incertitude sur le résultat : 40 à 50 %

## XP T 90 220



Résultat équivalent ?

## Comparaison d'incertitudes intra laboratoires



**Démarches privilégiées :**  
**Cartes de contrôle**

	Incertitude moyenne	Écart type
SO4 (IC)	10	3
Pb (ICP MS)	15	7
BaP (HPLc fluo)	30	18
MVC (HS GC)	50	48

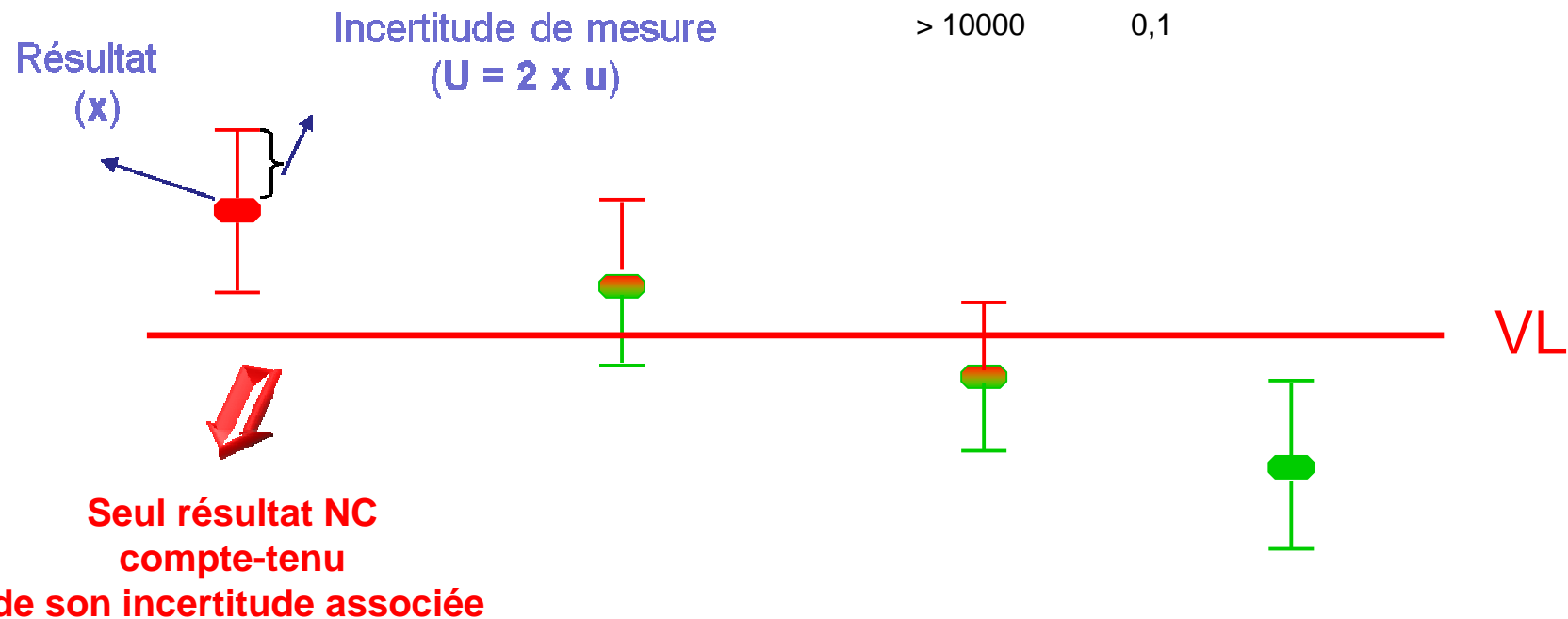
RÈGLEMENT (UE) N°836/2011 de la commission du 19 août 2011 modifiant le règlement (CE) N°333/2007 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ... dans les denrées alimentaires

Pour une VL donnée : Incertitude de mesure  $u < U_f$  calculée selon :

Incertitude de mesure maximale

$U_f = ((\text{LOD}/2)^2 + (aC)^2)^{1/2}$  avec

C (µg/kg)	a
< 50	0,2
51-500	0,18
501-1000	0,15
1001-10000	0,12
> 10000	0,1



# En résumé

Notion intégré dans l'interprétation des résultats

Aide pour l'explication des résultats :

Intra laboratoire : suivi des historiques

Inter laboratoires : changement de prestataire

Des incertitudes qui empoisonnent la prise de décision

$LQ=LOQ$

Cas des situations de non conformités non dérogeables

Besoins d'améliorations :

- Baisser l'incertitude des incertitudes
- Incertitudes sur le résultat et non sur la méthode
- Définir une incertitude maximale en fonction du niveau de concentration ?
- Incertitudes et agréments ? Risque de choisir la méthode de détermination des incertitudes la plus optimiste ?