

JOURNÉE TECHNIQUE "L'ESSENTIEL DE LA NORME NF ISO 11352 : SIMPLIFIER SA MISE EN ŒUVRE AVEC L'OUTIL MUKIT"

J. Cabillic, G. Labarraque

Décembre 2015

Programme scientifique et technique
Année 2015



Contexte de programmation et de réalisation

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2015.

Auteur (s) :

Julie Cabillic
LNE
julie.cabillic@lne.fr

Guillaume Labarraque
LNE
guillaume.labarraque@lne.fr

Vérification du document :

Laurence Amalric
BRGM
l.amalric@brgm.fr

Les correspondants

Onema : Pierre-François Staub
pierre-françois.straub@onema.fr

LNE : Sophie Vaslin-Reimann, sophie.vaslin-reimann@lne.fr

Référence du document : J. Cabillic, G. Labarraque – JOURNÉE TECHNIQUE « L'essentiel de la norme 11352 – Simplifier sa mise en œuvre avec l'outil MUKit » – Rapport AQUAREF 2015 –11p

Droits d'usage :	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	
Niveau géographique :	National
Niveau de lecture :	Donneurs d'ordre, experts analystes
Nature de la ressource :	Support de formation

SOMMAIRE

1. CONTEXTE	5
2. ORGANISATION DE LA JOURNEE	5
3. SYNTHESE DES INTERVENTIONS.....	5
4. CONCLUSIONS	8
5. LISTE DES ANNEXES	9

ANNEXE 1 PROGRAMME DE LA JOURNEE

1. CONTEXTE

La journée technique « L'essentiel de la norme 11352 – Simplifier sa mise en œuvre avec l'outil MUKit » s'intègre dans les actions d'AQUAREF destinées à améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques. Suite à la publication de la norme ISO 11352¹ en 2012 et son adoption en France en 2013 (en remplacement de la NF T90-220), AQUAREF a organisé, le 28 Novembre 2014, une première journée technique destinée à présenter les principes généraux de la norme NF ISO 11352 et le logiciel de calcul d'incertitude MUKit. Ce logiciel, mis à disposition gratuitement par l'institut finlandais du SYKE, est un outil simple pour la mise en application de la norme NF ISO 11352.

Pour faire suite à ce séminaire et aux remarques des participants, AQUAREF a proposé une nouvelle journée de présentation de la norme NF ISO 11352 (2013) et du logiciel MUKit le 23 Novembre 2015. En plus des principaux thèmes abordés l'année précédente, la nouveauté a été l'organisation de travaux pratiques en salle informatique au cours desquels chaque participant a eu la possibilité de tester le logiciel avec des exemples de données de validation. Le logiciel MUKit est un outil adapté à la mise en application de la norme au sein des laboratoires car :

- il suit le même type d'approche (reproductibilité intralaboratoire et biais) et utilise les mêmes formules de calculs que la norme,
- il est simple d'utilisation et téléchargeable gratuitement sur internet.

Ce rapport fait le point sur le déroulement de cette journée et des discussions dans le cadre des échanges entre AQUAREF et les laboratoires participants.

2. ORGANISATION DE LA JOURNEE

La programmation de la journée technique (Annexe I) a été envoyée aux laboratoires agréés dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques par le ministère chargé de l'environnement (liste extraite de la base LABEAU par l'ONEMA comprenant 150 laboratoires) et a été annoncée par le biais du site AQUAREF et de la commission de normalisation T91M « Micropolluants organiques ».

La journée technique s'est déroulée le 23 Novembre 2015 à Paris, dans une salle de formation du LNE spécialement équipée en matériels informatiques. Malgré les événements du 13 novembre 2015, quatorze laboratoires dont neuf laboratoires agréés sur une vingtaine d'inscrits ont participé à cette journée technique.

3. SYNTHÈSE DES INTERVENTIONS

Présentation de la norme NF ISO 11352 et du logiciel MUKit²:

La première partie de la journée était dédiée à la présentation de la norme NF ISO 11352 « Qualité de l'eau - Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de

¹ NF ISO 11352 "Qualité de l'eau – Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité »

² http://www.syke.fi/en-us/Services/Calibration_services_and_contract_laboratory/MUKit__Measurement_Uncertainty_Kit

validation et de contrôle qualité » et du logiciel MUKit. Elle s'est déroulée en deux parties :

- Une présentation de la norme NF ISO 11352 :
 - Avec un rappel sur le concept et le contexte normatif des incertitudes : il a été rappelé que de nombreuses décisions sont prises en se fondant sur des données de mesures, ce qui rend primordiale la fiabilité du résultat et donc de l'estimation de son incertitude associée.
 - Avec une présentation détaillée des différentes approches proposées par la norme : pour l'estimation des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques.

- Une présentation du logiciel MUKit :
 - Avec l'origine du développement du logiciel : une étude des comparaisons inter laboratoires finlandaises³ a mis en évidence des différences au niveau des résultats du calcul des incertitudes de mesures pour un même mesurande. 65 laboratoires finlandais ont, à la suite de l'essai, exprimé au cours d'une enquête le besoin d'un outil logiciel pour l'estimation de mesure. C'est pourquoi le SYKE (Finnish Environment Institut) a développé MUKit (Measurement Uncertainty Kit), une application logicielle permettant de calculer l'incertitude de mesure à partir des données de contrôle qualité et de comparaisons inter laboratoires. L'estimation de l'incertitude développée dans ce logiciel est basée sur le rapport NORDTEST TR 537, qui a servi de base à la norme ISO 11352.
 - Avec une comparaison des tableaux synoptiques de la norme NF ISO 11352 et du logiciel MUKit : les équations utilisées dans le logiciel ont été comparées à celles de la norme. Pour illustrer ce constat, les exemples issus de la norme NF ISO 11352 ont été repris dans le logiciel en direct devant les participants pour visualiser le produit de sortie et réaliser une démonstration de l'outil, et pour montrer la cohérence des résultats obtenus avec ceux de la norme. Il a été montré qu'aucune différence significative n'a été observée.

Il a été souligné l'importance des pré requis de la norme, notamment en ce qui concerne la définition du mesurande, le descriptif détaillé de la méthode d'analyse, de son domaine d'application et l'identification par la méthode des 5 M de toutes les sources d'incertitudes réparties entre la composante « reproductibilité intra-laboratoire » et la composante « biais ».

En amont de la mise en œuvre du logiciel et de l'évaluation des incertitudes, le choix des plans d'expérience et la pertinence des données ne peuvent être réalisés que grâce à l'expertise et les connaissances des utilisateurs. Pour conclure cette première partie, il a été rappelé que ces présentations avaient pour but de présenter la norme et les différentes approches qui y étaient proposées afin de s'assurer par la suite que le logiciel était en accord avec celles-ci.

Par ailleurs, les échanges avec les participants ont permis de découvrir les préconisations qui leur étaient faites par les OCIL sur les moyens d'estimer leurs incertitudes. Nous avons à cette occasion pris connaissance d'un document AGLAE, fourni par un des

³ T. Näykki et al, "Comparison of measurement uncertainty estimates using quality control and validation data", J. Chem. Metrol. (2014) 1-12

participants, donnant la possibilité aux laboratoires d'utiliser les résultats des essais interlaboratoires pour évaluer leurs incertitudes globales.

Retours d'expériences

Suite à la première journée technique de présentation du 28/11/14, Mme Lefresne du laboratoire SGS utilise le logiciel MUKit au sein de son laboratoire. Son retour d'expérience a permis de mettre en évidence les quelques problèmes que pouvaient rencontrer les laboratoires lors de l'utilisation du logiciel. Différents exemples utilisant plusieurs cas de figure de la norme ont été présentés.

Cette intervention a permis de confirmer la facilité d'installation de l'outil, sa prise en main rapide et sa convivialité.

Travaux dirigés

La deuxième partie de la journée a été consacrée à l'utilisation du logiciel MUKit par les participants ce qui en faisait une nouveauté par rapport à la première journée technique de 2014.

Des exemples de calculs d'incertitudes issus du SYKE et de la norme ont été testés par les participants au cours de travaux dirigés.

Pour illustrer ce constat, les exemples issus de la norme NF ISO 11352 ont été repris dans le logiciel en direct avec les participants pour réaliser une démonstration de l'outil, et pour montrer la cohérence des résultats obtenus avec ceux de la norme.

En conclusion, ces travaux dirigés se sont révélés être un moment très interactif avec les participants. Il a été souligné à nouveau l'importance du rôle de l'utilisateur dans l'estimation de l'incertitude de mesure. Il est essentiel d'utiliser le logiciel MUKit comme un outil de calcul et de rester vigilant sur les informations qui lui sont fournies. Cela est particulièrement vrai pour le nombre minimum de mesures (par exemple pour l'estimation des erreurs systématiques la norme préconise 6 mesures alors que le logiciel accepte de réaliser les calculs à partir de 2 valeurs) et pour l'étude de rendement⁴ (le logiciel calcule un biais par rapport à une valeur théorique de 100%). Par ailleurs, cet outil ne dispense pas de l'étape préalable de définition du mesurande et d'identification des sources d'incertitudes de la méthode d'analyse. Il a été rappelé aux laboratoires que, vis à vis du Cofrac, il est impératif qu'ils apportent la preuve de la validation en interne de tout logiciel de calcul ; dans le cas de MUKit, les exemples de calculs d'incertitudes traités dans la norme NF ISO 11352 représentent de bonnes opportunités.

Points clés du logiciel :

La dernière présentation était dédiée aux précautions d'utilisation du logiciel et notamment le nombre minimum de mesures qui n'est pas le même dans la norme et dans le logiciel. Il est donc nécessaire d'être très vigilant lors de l'utilisation du logiciel. Par ailleurs, le problème des rendements a été soulevé avec notamment une proposition de solution pour utiliser le logiciel même lorsque l'on utilise un rendement moyen pour le calcul du biais. Ce point a déjà été évoqué au travers d'un livrable AQUAREF coordonné

⁴ Rendement = pourcentage de recouvrement après dopage

par le BRGM⁵ qui présente l'influence de la prise en compte ou non du rendement sur l'estimation de l'incertitude.

Les travaux réalisés par le SYKE⁶ ont montré la nécessité d'homogénéiser les méthodes de calcul des incertitudes de mesure face à la grande diversité des pratiques d'un laboratoire à l'autre.

Enfin la question de la modélisation de l'incertitude sur tout le domaine de travail, discuté dans un livrable AQUAREF coordonné par le BRGM⁷ a été présentée afin de donner des outils aux laboratoires pour disposer d'une incertitude sur tout le domaine de mesure de leur méthode.

Discussions et échanges avec la salle :

Lors de cette journée, nous avons noté que les échanges s'étaient facilement engagés, non seulement entre les orateurs et les participants, mais aussi entre participants, lesquels ont fait librement part de leur expérience sans qu'aucune attitude protectionniste ne soit observée.

La majorité des questions était axée sur l'utilisation du logiciel en lui-même, ainsi que sur la mise en œuvre de la norme.

4. CONCLUSIONS

Cette journée technique a permis de présenter aux laboratoires un outil gratuit, développé et évalué par le LNM finlandais, leur permettant de mettre en application plus rapidement et simplement la norme NF ISO 11352.

Pour faciliter l'utilisation de ce logiciel, il a été proposé aux participants de la journée de prendre contact avec les organisateurs pour répondre à leurs questions. Dans l'éventualité où le nombre de questions serait important, une FAQ pourrait être mise en place sur le site AQUAREF aussi bien pour des questions portant sur l'explication de la norme que sur l'utilisation du logiciel.

⁵ Note sur la détermination de l'incertitude pour les analyses de polluants organiques avec et sans prise en compte du rendement d'extraction, JP Ghestem, C. Margoum, C. Brach Papa, A. Papin – rapport AQUAREF 2011 –14pages

⁶ N. Teemu, "Novel Tools for Water Quality Monitoring – From Field to Laboratory", 2014

⁷ Modélisation d'incertitudes d'analyse physico-chimique, Ghestem JP – rapport AQUAREF 2013

5. LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 1	Programme des sessions d'échange	1

ANNEXE 1

Programme de la journée technique

L'objectif de ce séminaire est de présenter aux laboratoires un outil permettant une mise en œuvre simplifiée de la norme NF ISO 11352 pour l'estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité.

9:30 **Accueil des participants**

10 :00 **Introduction à la journée** : *S. Vaslin-Reimann, LNE*

10:20 **Présentation de la norme NF ISO 11352 « Qualité de l'eau - Estimation de l'incertitude de mesure basée sur des données de validation et de contrôle qualité »**

- Contexte normatif : *B. Lalere, LNE*
- Présentation des différentes approches proposées par la norme : pour l'estimation des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques :
G. Labarraque, LNE

10:50 **Outil MUKit**

- Présentation du logiciel : *B. Lalere, LNE*
- Comparaison des flow chart de la norme NF ISO 11352 et du logiciel MUKit :
J. Cabillic, LNE
- Retour d'expérience : *I. Lefresne, SGS*

11:50 **Questions/réponses avec la salle**

12 :15 **Déjeuner**

14:00 **Travaux pratiques**

- Utilisation du logiciel MUKit : utilisation de jeux de données de validation de méthode

15:30 **Points clés du logiciel**

- Difficultés, précautions d'utilisation : *J.Cabillic, LNE*

16 :00 **Bilan de la journée** : *S. Vaslin-Reimann, LNE*