



pollution expertise métrologie  
géolocalisation traçabilité sécurité  
accessibilité circuits courts **Indépendance**  
maintenances développement des territoires  
supervision planification proximité  
**prélèvement** cartographie

[www.lpi-prelevements.com](http://www.lpi-prelevements.com)

eau – sols – terres – aliment – air intérieur



2

# Journée technique du 10 décembre 2018

**Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?**



3



Retours d'expériences  
d'acteurs de la surveillance  
sur la mise en œuvre de  
plans d'expériences  
spécifiques

**En tant qu'organisme de prélèvement**



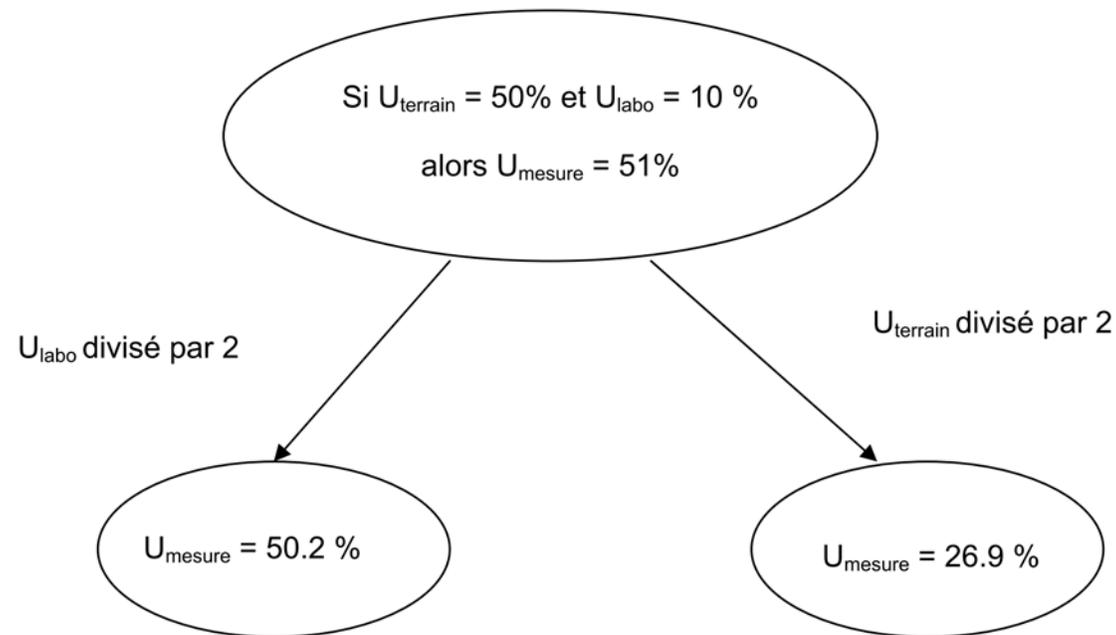
4

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

## Sommaire:

- *Introduction*
- *Partie 1: prélèvement instrumenté*
- *Partie 2: prélèvement ponctuel*
- *Conclusion*
- *Discussion*

Pour estimer l'incertitude de la mesure, il faut en connaître les sources...



Extrait FDT 90-524: La Figure ci-dessus montre qu'il est primordial de connaître les deux types d'incertitude (échantillonnage ( $U_{terrain}$ ) et laboratoire ( $U_{labo}$ )) afin de savoir sur quelle partie de la chaîne de mesure il est préférable de porter son effort pour diminuer l'incertitude globale de la mesure ( $U_{mesure}$ ).

NF EN ISO CEI 17025 de 2017:

## **7.6 Évaluation de l'incertitude de mesure**

**7.6.1** Le laboratoire doit identifier les contributions à l'incertitude de mesure. Lors de l'évaluation de l'incertitude de mesure, toutes les contributions importantes, y compris celles issues de l'échantillonnage, doivent être prises en compte, en utilisant des méthodes d'analyse appropriées.

**7.6.3** Un laboratoire procédant à des essais doit évaluer l'incertitude de mesure. Lorsque la méthode d'essai ne permet pas une évaluation rigoureuse de l'incertitude de mesure, il faut faire une estimation sur la base d'une connaissance scientifique des principes théoriques ou d'une expérience pratique de la performance de la méthode.



## 1<sup>ère</sup> partie:

# Prélèvement instrumenté



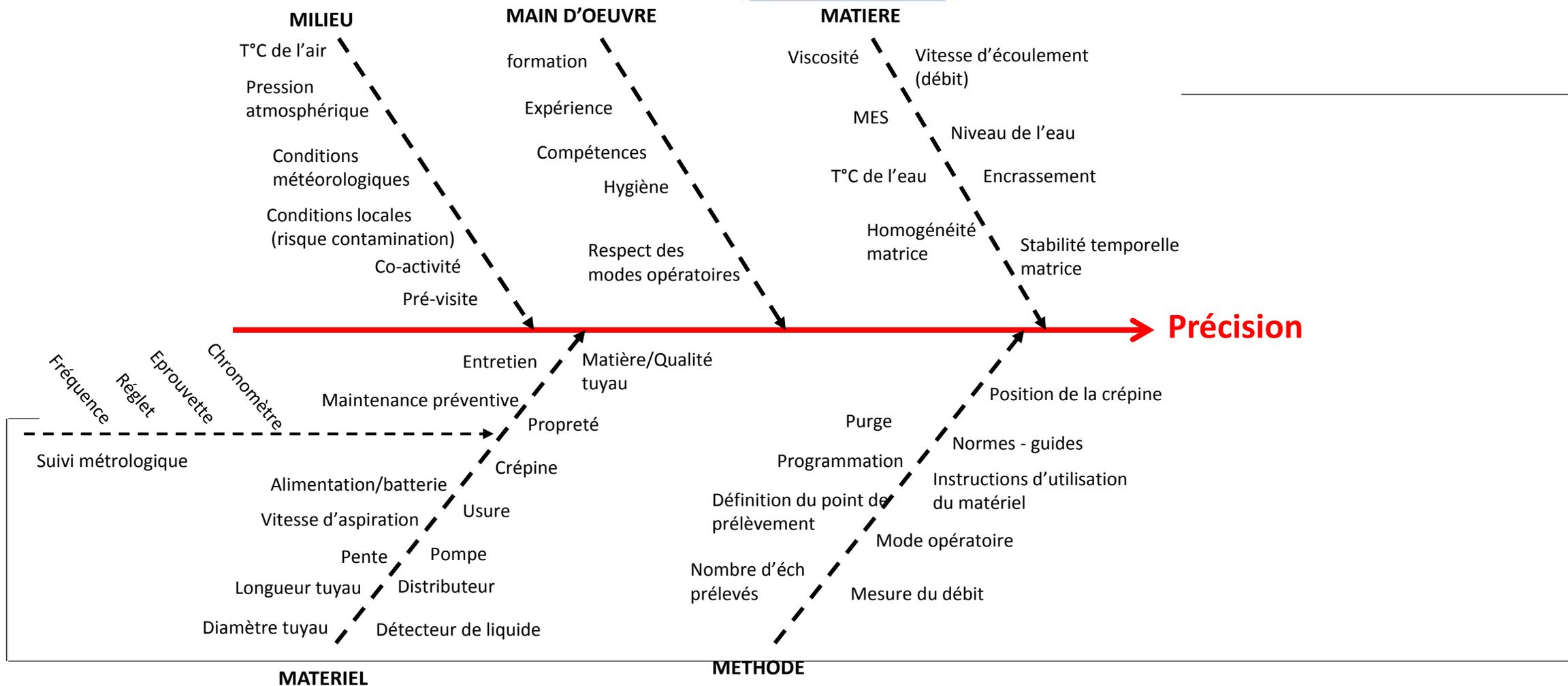
8

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

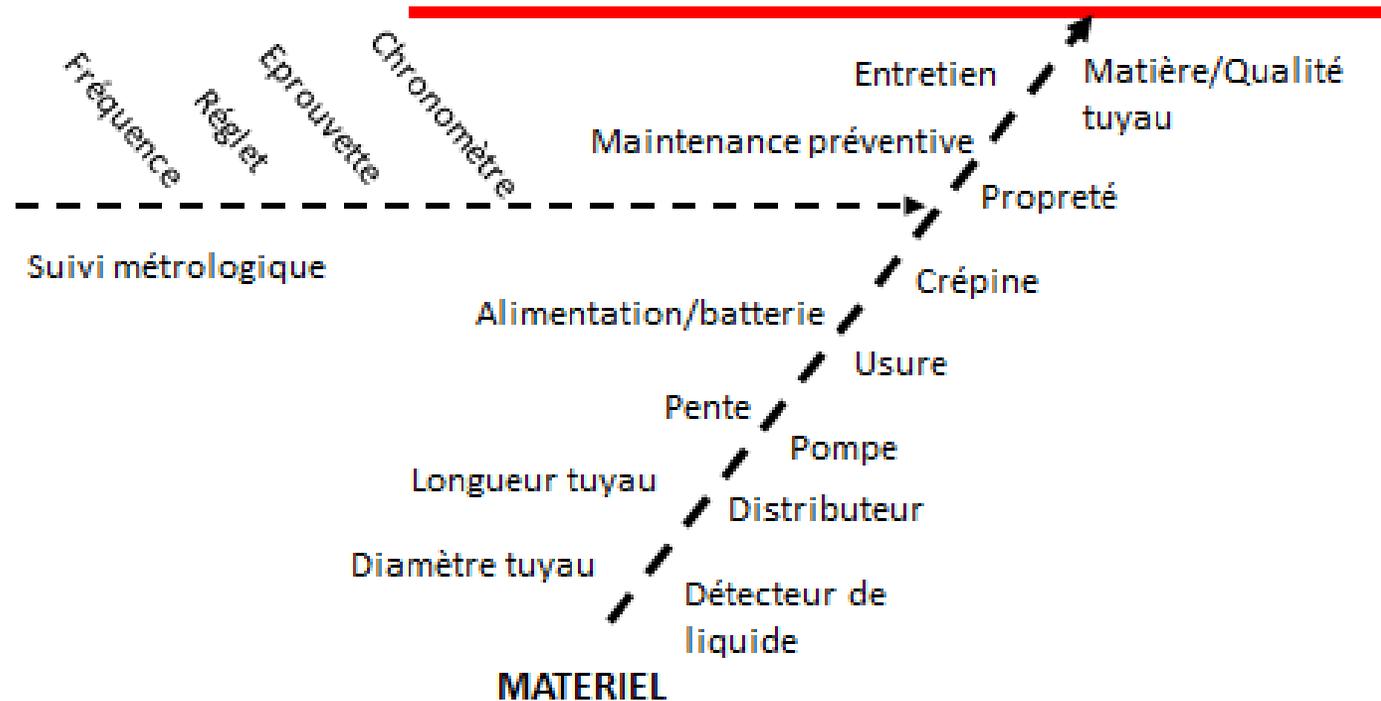
## Démarche:

- Identifier toutes les composantes de l'incertitude
- Evaluer leur importance
- Déterminer l'incertitude



*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
 Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*



Incertitude du chronomètre:  
 0,2s environ  
 Soit 2,28% (\*)

Incertitude du réglet:  
 0,5 mm environ  
 Soit 1% (\*)

Incertitude de l'éprouvette:  
 0,5 ml (100ml)  
 Soit 0,5%

(\*) hauteur d'aspiration 5 m environ)

## Les autres données sources d'incertitudes (matériel):

A partir de l'historique des vérifications internes des préleveurs automatiques,  
estimation de l'incertitude de :

- justesse :	2,71 %
- répétabilité :	10,35 %

Ainsi, l'incertitude globale du préleveur automatique peut être évaluée à:

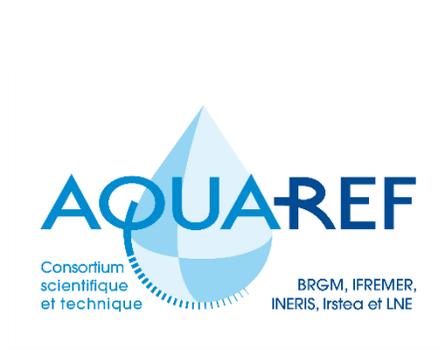
$$U_{\text{prel auto}} = \sqrt{U_{\text{épreuve}}^2 + U_{\text{chronomètre}}^2 + U_{\text{répétabilité}}^2 + U_{\text{justesse}}^2}$$

$$U_{\text{prel auto}} = \sqrt{0,5^2 + 2,28^2 + 10,35^2 + 2,71^2}$$

$$U_{\text{prel auto}} = 10,94 \%$$

Les autres données sources d'incertitudes (matériel):

		Incertitude: Oui? Non?	Pourquoi ?
<del>Vitesse</del>	Hauteur d'aspiration Diamètre du tuyau Matière du tuyau Pompe		
<del>Alimentation électrique (12V)</del>			
<del>Usure</del>			
	<del>Propreté</del>	→ Blanc matériel	
			<del>Entretien</del> <del>Maintenance préventive</del>



13

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## Les autres données sources d'incertitudes (Main d'œuvre):

Formation

Expérience

Compétence

Hygiène

Respect des modes opératoires

Source d'incertitude ?

**OUI !**

Comment l'évaluer ?

**Intra-comparaison !!**



14

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## Les autres données sources d'incertitudes (Méthode):

Programmation

Purge

Définition du point de prélèvement

Nombre d'échantillons prélevés

Position de la crépine

Source d'incertitude ?

**OUI !**

Comment l'évaluer ?

**Intra-comparaison !!**

Normes - guides

Instruction d'utilisation du matériel

Mode opératoire prélèvement

Mode opératoire mesure du débit

Source d'incertitude ?

**OUI !**

Comment l'évaluer ?

**Audit interne !!**



15

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## Les autres données sources d'incertitudes (Milieu):

Température de l'air  
Pression atmosphérique  
Conditions météorologiques  
Conditions locales (contamination)  
Co-activité  
Pré-visite

Source d'incertitude ?

**OUI !** mais...

**La plupart du temps, ces sources d'incertitudes sont aussi responsables de l'échec ou pas du prélèvement**

Comment l'évaluer ?

**Blanc terrain !!**

Si blanc terrain contaminé, alors incertitudes  
Si blanc conforme, alors incertitude nulle



16

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## Les autres données sources d'incertitudes (Matière):

Viscosité

MES

Température de l'eau

Homogénéité de la matrice

Vitesse d'écoulement

Niveau de l'eau

Encrassement

Stabilité temporelle de la matrice

Source d'incertitude ?

**OUI !** mais...

**La plupart du temps, ces sources d'incertitudes sont aussi responsables de l'échec ou pas du prélèvement**

Comment l'évaluer ?

**Intra-comparaison !!**



17

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

Avons-nous fait le tour ?

NON !

Il manque  
l'homogénéisation de l'échantillon  
et  
la mesure du débit



18

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

Avons-nous fait le tour ?

**NON !**

L'homogénéisation de l'échantillon

Une étude réalisée en interne démontre que l'incertitude est de **10%** environ:

- pour des concentrations de 100mg/l, 250 mg/l et 500mg/l,
- pour une homogénéisation réalisée à la main, par une recirculation avec uniquement la pompe péristaltique ou avec l'utilisation d'une hélice.



Avons-nous fait le tour ?

**NON !**

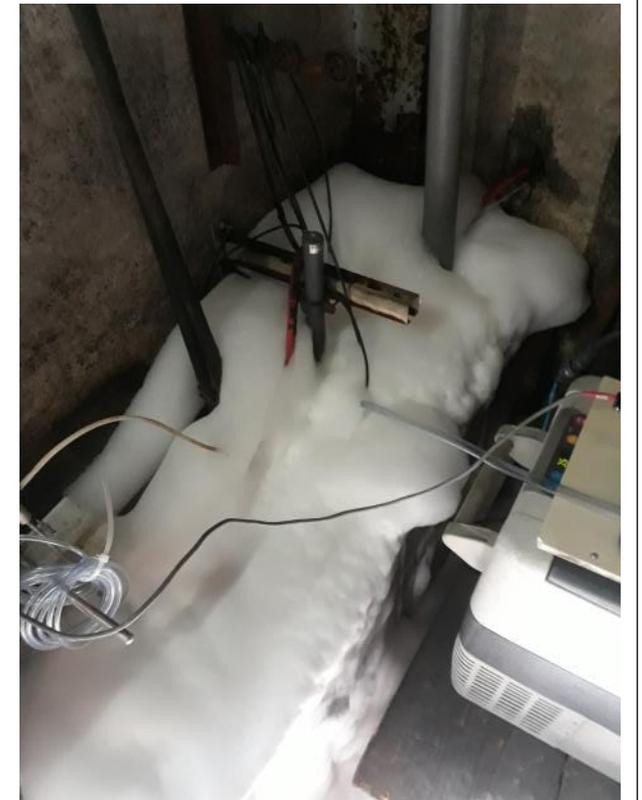
La mesure du débit pour l'asservissement

La plupart des canaux déversoirs ont une incertitude du fabricant de l'ordre de **5%**.

A celle-ci, il faut ajouter l'incertitude liée à la pause du débitmètre.

L'incertitude de la mesure aura un impact sur la donnée de débit, mais l'impact sur l'échantillon est moindre.

Son évaluation se fait au travers des essais intra-laboratoires.





20

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

En résumé :

Nous avons une incertitude de matériel quantifiable.

Nous avons une incertitude d'homogénéisation quantifiable.

Pour le reste, nous allons nous baser sur les résultats d'un  
essai intra-laboratoire.



21

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## L'essai intra-laboratoire:

Cahier des charges :

- avoir un site pouvant accueillir au moins 5 mesures en parallèles
- avoir un dispositif de mesure de débit pour 5 mesures en parallèles
- avoir au moins 3 ou 4 techniciens disponibles
- avoir 5 jeux complets d'appareils de prélèvement
- un laboratoire pour les analyses

## L'essai intra-laboratoire:

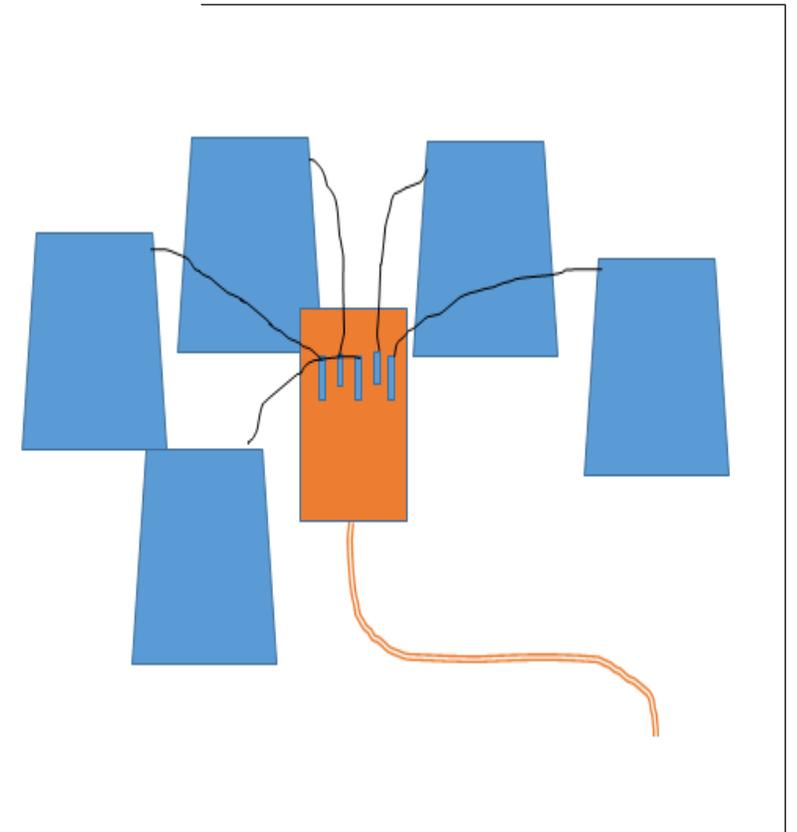
Cahier des charges :

- avoir un site pouvant accueillir au moins 5 mesures en parallèles

Installation sur le point d'entrée d'une STEP pour avoir un échantillon suffisamment chargé.

Pour avoir un échantillon équivalent pour les 5 mesures et éviter les perturbations des purges des préleveurs automatiques :

- installation d'une pompe vide cave, refoulement dans un seau par le fond jusqu'à débordement,
- les crépines seront installées sur un support pour être suffisamment espacées les unes des autres.





23

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## L'essai intra-laboratoire:

Cahier des charges :

- avoir un dispositif de mesure de débit pour 5 mesures en parallèles:

soit la station est équipée en entrée d'un canal de mesure de débit,  
soit la sortie est suffisamment proche de l'entrée pour asservir au débit de sortie.

- avoir au moins 3 ou 4 techniciens disponibles

1 technicien au moins réalise deux mesures: ***répétabilité***

3 autres techniciens réalisent chacun leur mesure: ***reproductibilité***



24

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## L'essai intra-laboratoire:

Cahier des charges :

- avoir 5 jeux complets d'appareils de prélèvement

Pour faire une exploitation statistique des résultats, il est bon d'en avoir plus de deux, dix serait l'idéal, mais serait aussi difficile à mettre en œuvre.

- un laboratoire pour les analyses

Les analyses doivent être pertinentes et idéalement réalisées par un seul technicien.

Par exemple:

- MES avec une incertitude labo généralement de l'ordre de 20%

- Autre(s) paramètre(s) dont l'incertitude est plus faible (~5%) (ex :DCO)



25

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*1<sup>ère</sup> partie: prélèvement instrumenté*

## L'essai intra-laboratoire:

### Exploitation des résultats : exemple 1

	Résultat (mg/l)	Incertitude labo	Incertitude de l'essai (k=2)	Incertitude prélèvement	
Préleveur 1	360	20%	47,22 %	$U_{\text{prélèvement}} = \sqrt{U_{\text{essai}}^2 - U_{\text{labo}}^2}$	$U_{\text{prélèvement}} = 42,78 \%$
Préleveur 1	380	20%			
Préleveur 2	425	20%			
Préleveur 3	385	20%			
Préleveur 4	390	20%			

## L'essai intra-laboratoire:

### Exploitation des résultats : exemple 2

	Résultat (mg/l)	Incertitude labo	Incertitude de l'essai (k=2)	Incertitude prélèvement	
Préleveur 1	360	20%	24,08 %	$U_{\text{prélèvement}} = \sqrt{U_{\text{essai}}^2 - U_{\text{labo}}^2}$	$U_{\text{prélèvement}} = 13,41 \%$
Préleveur 1	380	20%			
Préleveur 2	370	20%			
Préleveur 3	385	20%			
Préleveur 4	390	20%			

## L'essai intra-laboratoire:

Exploitation des résultats : il faut vérifier la cohérence de l'incertitude de prélèvement avec les incertitudes du préleveur automatique et de l'homogénéisation.

$$\sqrt{U_{\text{prel auto}}^2 + U_{\text{homogénéisation}}^2} = 14,82 \%$$

Exemple 1 :  $U_{\text{prélèvement}} = 42,78 \%$

$$U_{\text{main d'œuvre / matière / méthode}} = \sqrt{U_{\text{prélèvement}}^2 - U_{\text{prel auto - homogénéisation}}^2}$$

$$U_{\text{main d'œuvre / matière / méthode}} = 40,12 \%$$

## L'essai intra-laboratoire:

Exploitation des résultats : il faut vérifier la cohérence de l'incertitude de prélèvement avec les incertitudes du préleveur automatique et de l'homogénéisation.

$$\sqrt{U_{\text{prel auto}}^2 + U_{\text{homogénéisation}}^2} = 14,82 \%$$

Exemple 2 :  $U_{\text{prélèvement}} = 13,41 \%$

$$U_{\text{main d'œuvre / matière / méthode}} = \sqrt{U_{\text{prélèvement}}^2 - U_{\text{prel auto - homogénéisation}}^2}$$

$$U_{\text{main d'œuvre / matière / méthode}} = \text{IMPOSSIBLE}$$

## 2<sup>ème</sup> partie:

# Prélèvement ponctuel

Eau de consommation

Légionelles

Piscines

Eaux usées

.../...





30

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*2<sup>ème</sup> partie: prélèvement ponctuel*

Comme vu précédemment, l'incertitude du prélèvement ponctuel va pouvoir être évaluée au travers d'essais intra-laboratoire.

Exemple d'essai intra-laboratoire pour une eau de consommation:

- disposer d'un volume d'eau suffisant et homogène (cubitainer 1000L + agitation)
- faire circuler l'eau à travers une rampe équipée de robinets (pompe)
- doper l'eau avec des analytes pertinents (germes mésophiles,...)
- prélever
- exploiter les résultats



31

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

*2<sup>ème</sup> partie: prélèvement ponctuel*

Exemple d'essai intra-laboratoire pour une eau superficielle:

- disposer d'une station de mesure pouvant accueillir plusieurs techniciens ou une station dont la stabilité de l'eau peut être démontrée (suivi historique par ex)
- faire un suivi pH/cond/temp/O<sub>2</sub> avant, pendant et après le prélèvement
- prélever
- analyser
- exploiter les résultats

A ces essais intra-laboratoires, il faut ajouter les données de l'assurance qualité (FD T 90-524: essai en double, dopage...).



32

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

## Conclusion:

Il est possible d'évaluer une incertitude de prélèvement :

- en réalisant des essais intra-laboratoires,
- en exploitant les résultats de l'assurance qualité,
- en réalisant des essais inter-laboratoires (BIPEA, AGLAE, ARSATESE...)

(appel aux organisateurs de CILs pour aller sur des essais d'intercomparaison de prélèvements et pas uniquement de la mesure physico-chimique)



33

*Incertitude liée à l'échantillonnage :  
Comment l'évaluer ?*

Merci pour  
votre attention



BRGM, IFREMER,  
INERIS, Irstea et LNE



FIN