

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

**D3(a) : Amélioration des pratiques intégrées des  
opérateurs en prélèvement et analyses chimiques**

**J. Cabillic, G. Labarraque**

Décembre 2014

Programme scientifique et technique  
Année 2014



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2014.

Auteur (s) :

*Julie Cabillic*  
LNE  
[julie.cabillic@lne.fr](mailto:julie.cabillic@lne.fr)

*Guillaume Labarraque*  
LNE  
[guillaume.labarraque@lne.fr](mailto:guillaume.labarraque@lne.fr)

---

Vérification du document :

*Arnaud Papin*  
INERIS  
[Arnaud.papin@ineris.fr](mailto:Arnaud.papin@ineris.fr)

## Les correspondants

---

Onema : Pierre-François Staub  
[pierre-françois.straub@onema.fr](mailto:pierre-françois.straub@onema.fr)

LNE : Julie Cabillic  
[julie.cabillic@lne.fr](mailto:julie.cabillic@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 2014 -11p

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

SOMMAIRE

---

<b>1. CONTEXTE .....</b>	<b>5</b>
<b>2. ORGANISATION DE LA JOURNEE .....</b>	<b>5</b>
<b>3. SYNTHESE DES INTERVENTIONS.....</b>	<b>5</b>
<b>4. CONCLUSIONS .....</b>	<b>7</b>
<b>5. LISTE DES ANNEXES .....</b>	<b>9</b>

**ANNEXE 1 PROGRAMME DE LA JOURNEE**

## **1. CONTEXTE**

Cette journée technique s'intègre dans les actions d'AQUAREF destinées à améliorer les opérations d'analyses physico-chimiques. Elle fait suite à la publication de la norme ISO 11352 en 2012 et son adoption en France en 2013 (en remplacement de la NF T90-220). Ce changement va engendrer des modifications dans la manière d'évaluer les incertitudes et nécessiter des adaptations dans les pratiques des laboratoires concernant l'estimation de leurs incertitudes analytiques. L'objectif de cette journée technique est de présenter le logiciel de calcul des incertitudes (MUKit) testé sur des jeux de données issus de différentes origines (laboratoires d'analyse et exemples de la norme). Ce logiciel 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 du déroulement de cette journée et des discussions dans le cadre des échanges entre AQUAREF et les laboratoires prestataires.

## **2. ORGANISATION DE LA JOURNEE**

La programmation de la journée technique a été envoyée aux laboratoires agréés (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 « Micro-polluants organiques ».

La journée technique, conformément au programme distribué sur le site AQUAREF, s'est déroulée le 28 Novembre 2014 dans l'amphithéâtre du LNE à Paris (42 inscrits, 39 participants). 80% des laboratoires participants étaient des laboratoires agréés.

## **3. SYNTHÈSE DES INTERVENTIONS**

### **Présentation de la norme NF ISO 11352 :**

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 validation et de contrôle qualité ». Elle s'est déroulée en trois parties :

- un rappel du contexte normatif (de l'incertitude à la norme NF ISO 11352)
- un état des lieux des différences statistiques entre les approches de l'ancienne norme XP T90-220 et la norme NF ISO 11352
- une présentation détaillée des différentes approches proposées par la norme : pour l'estimation des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques.

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 celle-ci. Il a été souligné le rôle important de l'utilisateur dans l'évaluation des incertitudes de mesure et notamment pour les étapes en amont du logiciel telles que la définition du mesurande et la liste des facteurs d'influence afin de pouvoir estimer au mieux leurs incertitudes.

### **Outil MUKit**

La deuxième partie de la journée était consacrée au logiciel MUKit avec dans un premier temps une explication des origines du logiciel. En effet, une étude des comparaisons inter laboratoires finlandaises<sup>1</sup> 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'un sondage 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 5372, qui a servi de base à la norme ISO 11352.

Dans un deuxième temps, les équations utilisées dans le logiciel ont été comparées à celles de la norme. Il a été montré qu'aucune différence significative n'a été observée. 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.

### **Retours d'expériences**

Trois retours d'expériences ont permis d'illustrer différentes situations dans lesquelles les résultats obtenus avec les logiciels des laboratoires tests et le logiciel MUKit ont été comparés.

Ainsi, le laboratoire Eurofins a mis en place la norme ISO 11352 depuis 2012. EUROFINS a développé un logiciel interne qui lui permet de calculer les incertitudes selon la NF ISO 11352. La seule différence qui a été observée entre les résultats obtenus respectivement avec son logiciel interne et MUKit était liée au cas de l'évaluation du biais avec une étude de rendements. En effet, dans ce cas particulier, le laboratoire corrigeait son résultat final du biais et donc calculait un biais par rapport à un rendement moyen différent de 100% alors que le logiciel calculait un biais par rapport à 100%. D'où les différences au niveau de la composante de l'incertitude liée au biais. Le laboratoire a mis en avant la simplicité d'utilisation du logiciel MUKit et son adéquation avec les exigences normatives de la NF ISO 11352 et du référentiel NF EN ISO/CEI 17025.

Par ailleurs, l'INERIS a illustré l'utilisation de MUKit pour des applications autres que pour la matrice eau (filtres dans le cadre de l'analyse de l'air et supports solides). Il a été mis en avant l'augmentation des valeurs d'incertitudes en comparaison avec les résultats obtenus avec l'ancienne approche NF T 90-220 qui est principalement liée à la prise en compte du biais dans la nouvelle approche NF ISO 11352.

Enfin, le dernier retour de Eau de Paris a confirmé la concordance des résultats délivrés par le logiciel avec ceux obtenus directement en appliquant la norme NF ISO 11352, au travers de différents exemples sur l'eau.

En conclusion, ces présentations ont 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 et de rester vigilant sur les informations qui lui sont fournies. Cela

---

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

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 rendement (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'énumération des facteurs influents sur la méthode. Les trois laboratoires ont confirmé la facilité d'installation de l'outil, sa prise en main rapide et sa convivialité.

#### **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 par le BRGM<sup>3</sup> qui présente l'influence de la prise en compte ou non du rendement sur l'estimation de l'incertitude.

Les travaux réalisés par le SYKE<sup>4</sup> 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 BRGM<sup>5</sup> 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 la discussion s'était facilement engagée, 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 fait suite au séminaire sur les incertitudes organisé par le LNE dans le cadre d'AQUAREF en 2011. Elle 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. A la fin de cette journée, un questionnaire relatif au programme AQUAREF 2015 a été distribué pour permettre d'évaluer l'impact de la norme NF ISO 11352 comme outil d'harmonisation des

---

<sup>3</sup> 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

<sup>4</sup> N. Teemu, "Novel Tools for Water Quality Monitoring – From Field to Laboratory", 2014 (<http://hdl.handle.net/10062/42500>)

<sup>5</sup> Modélisation d'incertitudes d'analyse physico-chimique, Ghestem JP – rapport AQUAREF 2013

incertitudes. Il était notamment demandé si les laboratoires pensaient utiliser le logiciel MUKit, 60% ont répondu positivement.

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 dans laquelle le nombre de questions serait important, une FAQ serait mise en place sur le site AQUAREF.

Par ailleurs, pour répondre à la demande des laboratoires concernant l'utilisation du logiciel MUKit, une 2<sup>ème</sup> journée pourrait être organisée en 2015 à l'intention des laboratoires n'ayant pas participé à la première session.



## 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** Introduction à la journée : *S. Vaslin-Reimann, LNE*
- 9:50** 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 : *M-P. Strub, INERIS*
  - Différences d'un point de vue statistique entre l'ancienne norme XP T 90-220 et la norme NF ISO 11352 : *M. Desenfant, LNE*
  - Présentation des différentes approches proposées par la norme : pour l'estimation des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques :  
*G. Labarraque, LNE*
- 11:00** Outil MUKit
- Présentation du logiciel : *B. Lalere, LNE*
  - Incertitudes calculées par MUKit pour les exemples de la norme NF ISO 11352 : *J. Cabillic, LNE*
  - Comparaison des flow chart de la norme NF ISO 11352 et du logiciel MUKit : *J. Cabillic, LNE*
- 12 :15** Déjeuner
- 14:00** Retours d'expérience
- Retour d'expérience de laboratoires utilisateurs tests :
    - *A. Papin, INERIS*
    - *M. Val, Eurofins*
    - *F. Ferrier, Eau de Paris*
- 15:00** Points clés du logiciel
- Difficultés, précautions d'utilisation : *J.Cabillic, LNE*
- 15:30** Questions/réponses avec la salle
- 16 :00** Bilan de la journée : *S. Vaslin-Reimann, LNE*