

Compte-rendu

le 06/06/2019

Réf. : DRC-18-158271-11751A

Journée technique AQUAREF : évaluation des incertitudes liées à l'échantillonnage

Date et lieu : 10/12/2018,
Espace Vocation-République, Paris

Participants : voir la liste en Annexe 1

1 CONTEXTE

Depuis 2016, AQUAREF organise des journées techniques d'échanges autour des questions relatives aux opérations d'échantillonnage dans le cadre des programmes de surveillance environnementale. Ces journées s'adressent principalement aux opérateurs d'échantillonnage et aux gestionnaires.

Elles permettent de :

- Présenter des informations générales sur l'échantillonnage : réglementation, normalisation, aspects techniques, activités AQUAREF ;
- Faire un focus sur un thème spécifique.

La première journée, organisée en 2016, portait sur le thème « Risques de contamination lors des opérations d'échantillonnage ». Elle a eu lieu au LNE à Paris et a rassemblé 80 personnes de sociétés ou organismes différents. Le programme, les présentations et le bilan de cette journée sont accessibles sur le site d'Aquaref¹.

Une seconde journée, organisée en 2017, portait sur le thème « Echantillonnage des rejets canalisés ». Elle s'est déroulée au Ministère de la Transition Ecologique et Solidaire à Paris, La défense. Le programme, les présentations et le bilan de cette journée sont accessibles sur le site d'Aquaref².

Une troisième journée a été programmée pour 2018. Ce compte-rendu présente le programme et les retours des participants.

2 PRESENTATION DE LA JOURNEE

2.1 DESCRIPTIF

Sur la base des retours³ de l'enquête réalisée à l'issue de la journée technique « échantillonnage des rejets canalisés », AQUAREF a organisé le 10 décembre 2018 une journée technique d'échanges sur l'évaluation des incertitudes, liées aux opérations d'échantillonnage dans le cadre des programmes de surveillance des milieux aquatiques.

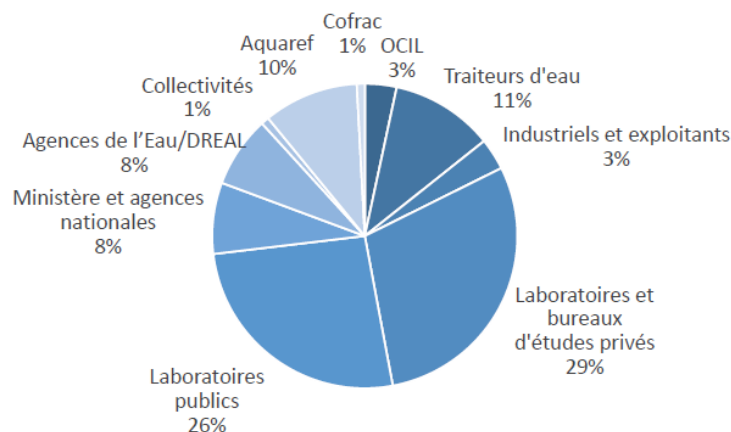
La journée a regroupé 105 participants (sur 115 personnes inscrites).

Elle a réuni des acteurs de différents domaines :

¹ Programme, Présentations et bilan de la journée accessibles sous <https://www.aquaref.fr/journee-technique-risques-contamination-lors-operations-echantillonnage>

² Programme et présentations de la journée accessibles sous <https://www.aquaref.fr/journee-technique-echantillonnage-rejets-canalises>

³ Compte rendu de la journée technique « Echantillonnage des rejets canalisés » DRC-18-158271-11736A.



L'annexe 1 liste les différents organismes ayant participé à cette journée.

2.2 ORGANISATION

L'annonce de cette journée a été faite en octobre 2018 (annexe 2) via le mailing Aquaref et mise en ligne sur le site internet Aquaref. L'inscription des participants a été gérée directement en ligne par le site internet Aquaref.

Le programme final (annexe 3) a été envoyé, en novembre 2018, aux personnes inscrites et déposé en parallèle sur le site internet Aquaref.

Le programme de la journée a été articulé de la façon suivante :

- Un volet « actualités » abordant la réglementation, l'accréditation en lien avec le thème de la journée par l'intervention de correspondants de l'Agence Française de la Biodiversité (AFB) et du COFRAC ;
- Des informations générales sur l'échantillonnage des eaux (AQUAREF) ;
- Des discussions et échanges sur le thème « Incertitudes liées à l'échantillonnage » à partir
 - De présentations d'études techniques AQUAREF ;
 - De présentations de bureaux d'étude, laboratoires, organisateurs de comparaisons inter-laboratoires et d'agences de l'eau basées sur leurs retours d'expérience.

Les présentations⁴ ont été mises à disposition des participants sur le site Aquaref en décembre 2018.

⁴ Programme et présentations accessibles sous <https://www.aquaref.fr/journee-technique-incertitudes-echantillonnage>

3 MINUTES DES ECHANGES SUITE AUX PRESENTATIONS

Arrêté agrément : les évolutions à venir :

- La notion de présomption de conformité devrait être utilisé pour les normes de référence citées dans l'arrêté agrément comme ce qui est actuellement appliqué pour la santé.
- Pour l'autosurveillance, les analyses doivent être faites par un laboratoire agréé ? Quelles sont les implications ?

Dans le cas de l'autosurveillance des eaux de rejets, les notes techniques RSDE/STEU du 12/08/2016, du 29 janvier 2018 (DROM) et l'AM RSDE du 24 août 2017 permettent aux exploitants de réaliser eux-mêmes les prélèvements s'ils disposent de procédures nécessaires à assurer la fiabilité et la reproductibilité de leurs pratiques d'échantillonnage et de mesures de débit.

Par conséquent dans ce cadre, les prélèvements, s'ils sont réalisés par les exploitants, ne sont pas réalisés sous accréditation.

Toutefois, concernant l'AM RSDE, il est clairement stipulé que l'exploitant réalisant lui-même les opérations d'échantillonnage devra faire réaliser un calage initial et des recalages externes par un organisme de prélèvement accrédité selon la norme NF EN/CEI 17025.

Nota : Il n'est pas possible d'être accrédité sur le prélèvement seul, il faut aussi être accrédité sur des essais (terrain ou laboratoire).

Les différentes approches pour évaluer l'incertitude : principes généraux :

- En complément des approches présentées, il est aussi possible d'utiliser les essais inter-laboratoires avec le zêta-score.

Effectivement, c'est une possibilité. Si les échantillonnages sont doublés, il est aussi possible de faire la répétabilité en même temps.

Retours d'expérience d'acteurs :

- Quid de l'évaluation des incertitudes sur les analyses bactériologiques du fait de la forte variabilité ? Il n'y a pas encore de norme pour l'évaluation des incertitudes sur ce sujet.

La bactériologie ne fait pas partie des missions d'AQUAREF. Les textes normatifs devraient arriver. La Loi de Poisson permet tout de même d'avoir des informations.

- Attention à la position du point de prélèvement au sein d'une station car il peut exister une grande variabilité entre les différents points possibles.

Dans les études Aquaref (Etudes Bassin Artois Picardie ou Loire Bretagne), c'est la variabilité à l'échelle du bassin qui a été prise en compte. Cette variabilité à l'échelle du bassin est intégrée par le fait que l'on travaille sur des stations de différentes typologies.

- Faire la part entre l'incertitude liée à l'échantillonnage "uniquement" et l'incertitude liée à la stratégie d'échantillonnage. Car in fine, pour l'interprétation des résultats, c'est le global qui compte.

L'objectif était dans un premier temps de déterminer l'incertitude sur l'échantillonnage uniquement. Dans l'étude avec l'Agence de l'eau Loire-Bretagne, la variation du milieu a été prise en compte pour déterminer uniquement l'incertitude sur l'échantillonnage.

Essai sur site « Orléans 2018 » :

- Quel traitement est utilisé pour les valeurs aberrantes ?
L'algorithme A robuste minimise le poids des valeurs extrêmes. Il peut tout de même y avoir des éliminations de valeurs sur avis d'expert (cas par exemple d'une donnée aberrante dont on comprend la cause et qui est différente d'un facteur 10).

Questions complémentaires :

- Quid des stratifications dans l'eau à prendre en compte pour le prélèvement ? Cas d'hydrocarbures non retrouvés lors de l'analyse de l'échantillon du fait que le prélèvement a été réalisé à 30 cm sous la surface de l'eau alors qu'il aurait dû être fait à la surface.
Il s'agit plus d'une question de protocole mal choisi. A priori, c'est un cas de pollution de surface continue. La norme (FD T 90-523-2) précise les points de vigilance à respecter pour les pollutions de surface.
- La campagne RSDE demande de vérifier le volume prélevé à l'issue du prélèvement 24h. Certains utilisent la pesée. Quid de la vérification du peson : raccordement requis ? Quel REX ?
La nouvelle version de la ISO/CEI 17025 devra conduire à évaluer le risque de raccorder ou pas le peson.
- Remarque sur le type de pompe du préleveur automatique : péristaltique ou pompe à vide, qui a une influence sur le résultat en MES (matière en suspension).

4 RETOURS DE L'ENQUETE

Une enquête de satisfaction a été distribuée à l'issue de la journée technique à l'ensemble des participants afin de recueillir l'avis de chacun dans une démarche d'amélioration continue.

86 participants ont renseigné l'enquête. Les réponses aux diverses questions sont présentées ci-dessous.

Cette rencontre a-t-elle répondu à vos attentes ?

80% des participants ont déclaré que la journée a répondu à leurs attentes. Pour les 20% restants, la journée a partiellement répondu à leurs attentes. Les commentaires (non exhaustifs) suivants ont été émis :

- Cofrac, agrément, manque de clarté dans la présentation de l'évolution ;
- Pas d'engagement sur la réalisation des EIL pour les prélèvements des EU sur 24h ou 48 h ;
- Manque de clarté quant à l'évolution de l'arrêté agrément ;
- Trop rapide sur les normes ;
- Suffisant pour ma part, données fournies pour creuser le sujet ;
- Le sujet étant complexe la réflexion doit continuer. Captivant ;
- A poursuivre ;
- Thème intéressant sur lequel il faudrait faire un point dans quelques années après la mise en place des incertitudes dans les labos, pas assez d'infos sur incertitude prélèvement ponctuels eau conso/sanitaires ;
- Une application technique pour illustrer plus pas à pas la démarche aurait aidé des non-statisticiens dont je suis.

Souhaitez-vous qu'AQUAREF organise d'autres évènements de ce type ? A quelle fréquence ?

100% des participants souhaitent qu'Aquaref poursuive l'organisation de ce type d'évènement. 91% indiquent qu'une fréquence annuelle est appropriée, 4% indique une fréquence plus espacée (1 fois tous les 2 ans) et 5% n'ont pas répondu.

Serez-vous prêt à y participer en tant qu'orateur ?

21% des participants sont prêts à venir présenter leurs retours d'expérience sur un thème particulier.

Quels sujets souhaiteriez-vous qu'Aquaref aborde à l'avenir ?

Les sujets cités par ordre de préférence sont les suivants :

- Incertitudes à poursuivre (autres sources, au niveau de la LQ, bilan à moyen terme) : 11 retours
- Représentativité de l'échantillonnage et problématique MES : 6 retours
- Evolutions réglementaires, normatives : suivi de l'impact : 5 retours
- Echantillonnage eau souterraine : 5 retours
- Essais interlaboratoires échantillonnage eaux de rejets : 4 retours
- REX RSDE : 4 retours
- Outils innovants (apports, incertitude) : 4 retours
- Microbiologie (échantillonnage et incertitude) : 3 retours
- Contrôles qualité (blanc, dopage) : fréquences et bénéfiques : 3 retours
- Prétraitement des échantillons sur le terrain - Quels bénéfiques ? : 3 retours
- Débitmétrie (cours d'eau, eau de rejet) : 3 retours

5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES DE LA JOURNEE

Bilan/enseignement des présentations (AQUAREF) :

D'après ces premiers résultats, le prélèvement ne vient pas grever le budget incertitude (équivalent budget analyse) sur le résultat global mais certaines composantes sont encore à affiner (MES, substances hydrophobes notamment).

Attendus en termes d'essais inter-laboratoires (EIL) par les participants :

- Echantillonneurs automatiques (eaux de rejets)
- Sites chargés en matières en suspension (MES) et en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)
- Prélèvements composites (matrice à définir)
- Quid de la filtration sur site pour la chlorophylle a ? Sur les essais interlaboratoires analytique qui sont réalisés sur le paramètre chlorophylle a, les résultats sont très dispersés, ce qui conduit à des bons z-scores. Quels seraient les résultats si la filtration était faite sur place (initialement, la filtration devrait se faire sous 8h, mais les cahiers des charges des agences sont plutôt basés sur une filtration à 24h). Une étude AQUAREF est prévue au programme 2019.
- Eaux souterraines.
- Projet en cours de monter un EIL eaux de rejets sur STEU.

ANNEXE 1 : Liste des organismes participants

ACP Logistique	IRH Ingénieur Conseil
Aéroports de Paris	ISSeP
AFB	LABÉO
Agence de l'Eau Artois-Picardie	LABOCEA
Agence de l'eau Rhône Méditerranée Corse	Laboratoire d'analyse QUALYSE
AGLAE	LABORATOIRE DE L'ENVIRONNEMENT ET DE L'ALIMENTATION DE LA VENDEE
ALPA CHIMIES	Laboratoire de Touraine
ANALY-CO	Laboratoire départemental d'analyses du Morbihan (LDA56)
Andra	Laboratoire départemental d'analyses du Tarn
AQUA MESURE	Laboratoire Départemental d'Analyses et de Conseils de la Nièvre
AQUABIO	Laboratoires des Pyrénées et des Landes
AQUANALYSE LABORATOIRE	LAEPS
Aquaref	LD31EVA
Aqua-Virgo	LDA39
Aspect service environnement	LDA77
AVEYRON LABO	LDAE 95
BIPEA	LDAR
BRGM	LDAR 24
CAPSIS	LDAR16
CAR	LNE
CEA Paris-Saclay	LPI Les Préleveurs Indépendants
CEA VALDUC	LPL
CERECO	Métropole Européenne de Lille
CERECO NORD	MTES/DRIEE
Cofrac	SAS IANESCO
Conseil départemental de la Mayenne	SAVOIE LABO
DEKRA	SGS
DRIEE IDF	SIAAP
EAUX ZONES ENVIRONNEMENT	SOCOR
EDF	SOLVAY
EHESP	SUEZ RV
Eurofins hydrologie Est	WESSLING
FLANDRES-ANALYSES	
INERIS	
INOVADIA	

ANNEXE 2 : Annonce Journée technique Echantillonnage

Journée technique AQUAREF « Echantillonnage »

10 décembre 2018

Depuis 2016, AQUAREF organise des journées techniques d'échanges autour des questions relatives aux opérations d'échantillonnage dans le cadre des programmes de surveillance environnementale.

Ces journées s'adressent principalement aux opérateurs d'échantillonnage et aux gestionnaires. Elles permettent de :

- présenter des informations générales sur l'échantillonnage : réglementation, normalisation, aspects techniques, activités AQUAREF ;
- faire un focus sur un thème spécifique.

Focus sur les incertitudes liées aux opérations d'échantillonnage

La fiabilité des données acquises dans le cadre des programmes de surveillance environnementale est liée, entre autres, aux opérations d'échantillonnage.

Au cours de ces opérations, les principales sources d'erreurs et d'incertitudes sont :

- la composition du matériel d'échantillonnage et la performance des instruments de mesures utilisés ;
- les pratiques de l'opérateur ;
- la stratégie et le protocole d'échantillonnage.

Cette journée permettra d'échanger sur les méthodes et les outils de calcul existants pour évaluer les incertitudes liées à l'étape d'échantillonnage. Ces points seront abordés par la présentation de travaux récents et de retours d'expérience.

Inscription gratuite, avant le 16 novembre 2018

Contact : Marie LAMBERT (INERIS) : marie.lambert@ineris.fr

► Lieu : Espace Vocation République – 22 rue René Boulanger, 75010 Paris



© INERIS



© INERIS



© INERIS



© INERIS



© INERIS

AQUAREF

Consortium
scientifique
et technique

BRGM, IFREMER,
INERIS, Irstea et LNE

Avec le soutien de :
**AGENCE FRANÇAISE
POUR LA BIODIVERSITÉ**
ÉTABLISSEMENT PUBLIC DE L'ÉTAT



MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET SOLIDAIRE

ANNEXE 3 : Programme de la journée

MATIN

9h00 - 09h45 **Accueil**

Informations générales

09h45 – 10h00 **Introduction de la journée**

Christine Feray (Aquaref)

10h00 – 10h50 **Actualités : réglementation – accréditation**

Arrêté agrément : les évolutions à venir

Nicolas Gaury (AFB)

Accréditation échantillonnage : les nouveautés

Fabien Lecoq (Cofrac)

Aquaref : les dernières nouveautés

Jean-Philippe Ghestem (BRGM/ Aquaref)

Agence de l'Eau : les besoins pour fiabiliser les données

*Cédric Halkett - Dorothée Bolzan (Agence de l'Eau
Artois Picardie)*

10h50 – 11h15 **Discussions et échanges**

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

11h15 - 11h35 **Les différentes approches : principes généraux**

Nathalie Guigues (LNE / Aquaref)

11h35 - 12h25 **Retours d'expériences d'acteurs de la surveillance
sur la mise en œuvre de plans d'expériences
spécifiques**

En tant qu'organisme de prélèvement

Stéphane Béri (Les Préleveurs Indépendants)

Synthèse des études Aquaref relatives à l'incertitude

Jean-Philippe Ghestem (BRGM -Aquaref)

Bénédicte Lepot (INERIS - Aquaref)

APRÈS-MIDI

12h25 – 13h05 **Discussions et échanges**

13h05 – 14h30 **Déjeuner**

14h30 - 15h20 **Comment valoriser les essais interlaboratoires pour estimer l'incertitude ?**

Essai sur site « Orléans 2018 » : identification de sources d'erreurs et éléments pour estimer son incertitude

Eric Ziegler (BIPEA)

Synthèse des essais interlaboratoires sur site (2017/2018) : incertitude profession et incertitude du participant

Ronan Charpentier (AGLAE)

15h20 – 16h00 **Discussions et échanges**

16h00 - 16h15 **Clôture de la journée**

