

*Nota : ce document a été émis et est géré par DRC/ CARA / ASUR*

**COMPARAISON INTERLABORATOIRES  
ANNÉE 2021****« Air Ambiant »****Pesticides dans l'air ambiant****2021 : Attention changement de modalités d'inscription**

<https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>



« Ineris-205220-2711497 12/04/2021 »

Organisateur : Ineris – MIV

Fonction	Prénom et Nom	Coordonnées	
		email	téléphone
Responsable de l'unité « Accompagnement à la SURveillance de la qualité de l'air et des eaux de surfaces »	Caroline Marchand	<a href="mailto:caroline.marchand@ineris.fr">caroline.marchand@ineris.fr</a>	03.44.55.63.24
Coordonnateur Unité « Accompagnement à la SURveillance de la qualité de l'air et des eaux de surfaces »	Fabrice Marliere	<a href="mailto:fabrice.marliere@ineris.fr">fabrice.marliere@ineris.fr</a>	03.44.55.65.75
Coordonnateur suppléant Unité « Méthodes et Développements en Analyses pour l'Environnement »	Sylvain Bailleul	<a href="mailto:sylvain.bailleul@ineris.fr">sylvain.bailleul@ineris.fr</a>	03.44.55.62.96

*Ineris*

*Parc technologique Alata – BP 2- F-60550 Verneuil-en-Halatte*

 +33 (0)3.44.55.66.77  +33 (0)3.44.55.66.99 Site web : [www.ineris.fr](http://www.ineris.fr)

***TABLE DES MATIÈRES***

<b>1. CONTEXTE .....</b>	<b>3</b>
<b>2. OBJECTIF .....</b>	<b>4</b>
<b>3. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GÉNÉRALES.....</b>	<b>4</b>
3.1. Modalités d'inscription .....	4
3.2. Tarifs.....	5
3.3. Engagements de l'Ineris .....	5
3.4. Engagements des participants .....	5
3.5. Communication.....	6
<b>4. ANNEXES.....</b>	<b>7</b>

## 1. CONTEXTE

Bien que n'étant pas couverts par une réglementation nationale ou européenne quant à leur niveau de présence dans l'air ambiant, les pesticides d'origine agricole font l'objet de nombreux travaux métrologiques et méthodologiques.

Le prélèvement et l'analyse de substances phytosanitaires dans le milieu atmosphérique font l'objet de normes expérimentales nationales NF X 43 058 et NF X 43 059.

Les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) effectuent, pour certaines depuis plus de dix ans, des campagnes de mesures selon la méthodologie décrite dans la norme NF X 43 058 afin de renseigner et caractériser cette pollution. Le traitement analytique des échantillons recueillis est réalisé en sous-traitance par des laboratoires indépendants. Ces laboratoires mettent en œuvre un processus d'extraction et d'analyse en cohérence avec les prescriptions de la norme NF X 43 059. De plus, dans la continuité de la campagne nationale exploratoire des pesticides dans l'air ambiant réalisée en 2018-2019, ce suivi de la concentration des pesticides dans l'air ambiant va être pérennisé.

L'article 16 de l'arrêté du 19 avril 2017 relatif au dispositif national de surveillance de la qualité de l'air impose que ces AASQA vérifie la participation des laboratoires réalisant des analyses chimiques pour leur compte aux comparaisons interlaboratoires préconisées par le LCSQA.

Etant donné la diversité des substances recherchées et les différents laboratoires consultés par les AASQA, des comparaisons interlaboratoires analytiques sont organisées périodiquement dans le cadre du LCSQA, dans le respect de la norme NF EN ISO/CEI 17043 et du LAB CIL REF 2. Ces essais ne s'inscrivent pas dans une logique d'agrément ou d'accréditation. Ils sont ouverts à tout laboratoire souhaitant évaluer ses performances analytiques dans le domaine et notamment les laboratoires sous-traitants habituels des AASQA.

Ils ont pour objectif de garantir la cohérence des mesures sur l'ensemble du territoire. Ils contribuent également à établir un point sur l'évolution des techniques et appareillages mis en œuvre lors de l'analyse des pesticides.

Dans ce contexte, cet essai est organisé par l'Ineris, en collaboration avec le LNE, dans le cadre du dispositif de surveillance de la qualité de l'air, et est basé sur le volontariat des laboratoires.

Le présent document rassemble toutes les informations nécessaires pour s'inscrire en toute connaissance de cause à une comparaison interlaboratoire (CIL).

Il contient :

- ◆ les modalités de participation ;
- ◆ la description de la CIL pour l'année 2021.

## 2. OBJECTIF

Pour les laboratoires, ce type d'exercice permet l'identification des problèmes liés à l'analyse des pesticides à des niveaux de concentration variables dans différentes matrices (supports de prélèvements) spécifiques aux prélèvements de substances semi-volatiles dans l'air ambiant.

L'objectif final est l'adéquation et l'amélioration des techniques utilisées par rapport aux supports, aux substances recherchées et aux niveaux de concentration. De plus, cet exercice permettra de faire ressortir les évolutions nécessaires à intégrer dans la mise en œuvre de la norme NF X 43059 qui doit être appliquée pour l'analyse des pesticides dans l'air ambiant.

Pour les AASQA, ce type d'exercice facilite l'inter comparabilité des données dans tout le territoire et permet d'estimer les incertitudes élargies de la méthode en absence de calcul théorique.

Afin d'écarter toute ambiguïté, le programme de la CIL est consultable sur le site internet de la CIL par les participants potentiels afin qu'ils soient en mesure de prendre la décision de participer ou non aux essais.

Les consignes spécifiques seront consultables après la fin du délai d'inscription.

## 3. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GÉNÉRALES

### 3.1. MODALITÉS D'INSCRIPTION

Depuis janvier 2021, la participation aux comparaisons interlaboratoires organisées par l'Ineris s'effectue depuis un nouveau site web.

Les participants pourront s'inscrire du **12 avril au 7 mai 2021** en se rendant directement à l'adresse suivante :

<https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>

Lors de la première connexion, le laboratoire devra créer son compte afin d'accéder aux fonctionnalités de la plateforme. A cette fin, le laboratoire devra se munir des éléments suivants :

- ◆ Identifiant de son entreprise (SIRET, DUNS,...) ;
- ◆ Code NAF (France uniquement) ;
- ◆ Numéro de TVA intracommunautaire (Europe uniquement).

Après **validation du compte** par l'Ineris, le laboratoire pourra alors s'inscrire aux comparaisons interlaboratoires proposées. Une aide en ligne est disponible sur le site.

Durant la phase d'inscription, le laboratoire devra obligatoirement se doter des éléments suivants :

- ◆ L'identifiant de son entreprise (SIRET, DUNS,...) ;
- ◆ Une **commande** éditée par ses services.

# COMPARAISON INTERLABORATOIRES PROGRAMME ANNUEL « 2021 »

Trois semaines maximum après la date de clôture des inscriptions, une confirmation est envoyée aux participants par courrier électronique à l'adresse indiquée lors de la création de son compte. Cette confirmation résume les comparaisons auxquelles le laboratoire est inscrit ainsi que le numéro d'identifiant confidentiel pour le programme.

## 3.2. TARIFS

TARIFS			
Comparaison interlaboratoire	Montant en € HT	TVA 20% en €	Montant total en € TTC
<b>Pesticides dans l'air ambiant</b>	1950	390	2340

La facturation sera établie à l'envoi des matériaux d'essai de la deuxième comparaison interlaboratoires. Le paiement pourra être réalisé :

- ◆ Par virement = à l'ordre de l'Agent Comptable de l'Ineris DRFIP PARIS (voir RIB joint en annexe) ;
- ◆ Par chèque = à l'ordre de l'Agent comptable de l'Ineris, à notre adresse.

Le paiement par carte bancaire n'est pas autorisé.

## 3.3. ENGAGEMENTS DE L'INERIS

L'Ineris s'engage à respecter la norme NF EN ISO/CEI 17043 et le LAB CIL REF 02 du COFRAC dans l'organisation de ses comparaisons interlaboratoires.

L'Ineris s'engage à assurer la confidentialité des informations lors de la restitution des résultats en ligne et l'anonymat lors de l'envoi du rapport en attribuant à chaque participant un code confidentiel, un identifiant et un mot de passe.

L'Ineris s'engage à préserver la confidentialité de l'identité de chaque participant en limitant l'accès du code confidentiel à un nombre restreint de personnes collaborant à la coordination des essais.

L'Ineris s'engage à avertir rapidement les participants de toute modification dans la conception ou le fonctionnement du programme d'essais d'aptitude.

L'Ineris s'engage à examiner toute réclamation et à engager des actions si nécessaire. Les réclamations devront être transmises par écrit à l'attention du coordonnateur.

## 3.4. ENGAGEMENTS DES PARTICIPANTS

Au moment de leur inscription, les participants s'engagent à :

- ◆ renseigner et restituer l'accusé réception IM-0223 ;
- ◆ respecter pour chaque paramètre les consignes spécifiées dans le formulaire IM-1541 ;

- ◆ restituer les résultats en toute intégrité sans falsification ni collusion en acceptant de participer à cette (ces) CIL(s), le participant s'engage formellement à restituer ses résultats en toute intégrité et sans collusion :
  - En cas de NON RESPECT, l'Ineris se réserve le droit de ne pas prendre en compte les données du participant concerné et engagera les actions appropriées.
- ◆ remettre les résultats selon le calendrier prévu, sauf panne appareillage signalée avant la date limite de restitution des résultats ;
- ◆ fournir les métadonnées associées telles que demandées.

### 3.5. COMMUNICATION

Tous les échanges entre l'Ineris et les participants sont essentiellement électroniques. La responsabilité de l'Ineris ne saurait être engagée en cas de non-réception d'un courriel. Le code confidentiel devra être rappelé dans toute correspondance avec le coordonnateur.

Les documents relatifs aux comparaisons interlaboratoires peuvent être téléchargés à partir du site dédié aux CIL Ineris <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>.

Le rapport final sera mis en ligne sur le site du LCSQA (diffusion publique) et envoyé aux participants. Les laboratoires participants seront mentionnés mais l'anonymat des résultats sera assuré par l'attribution d'un numéro à chaque laboratoire. La correspondance entre ce numéro et le laboratoire ne sera pas précisée et ne sera connue que du coordonnateur de la CIL.

**4. ANNEXES**

<b>Annexe n°</b>	<b>Titre</b>	<b>Pages</b>
1	Liste des matériaux d'essais	1
2	Liste des substances à rechercher	1
3	Organisation générale d'une comparaison interlaboratoires	3
4	Traitement statistique et restitution de la comparaison	2
5	Relevé d'Identité Bancaire	1

**Annexe n°1 : Matériaux d'essais**

Référence	Matrice	Conditionnement	Commentaires
MousseC0	3 Mousses PUF 75 mm vierges	3 sachets	Blanc de mousse
MousseC1	3 Mousses PUF 75 mm vierges dopées	3 sachets	Environ 100 à 1500 ng/substance semi-volatile déposés sur chaque mousse
MousseC2	3 Mousses PUF 75 mm vierges dopées	3 sachets	Environ 150 à 3000 ng/substance semi-volatile déposés sur chaque mousse
MousseC3	3 Mousses PUF 75 mm vierges dopées	3 sachets	Substances semi-volatiles présentes et quantités non précisées
RéférenceC1	1 vial + 1 secours	1 sachet	Environ 100 à 1500 ng/ml par substance
RéférenceC2	1 vial + 1 secours	1 sachet	Environ 100 à 1500 ng/ml par substance
RéférenceC3	1 vial + 1 secours	1 sachet	Substances semi-volatiles présentes et quantités non précisées
FiltreC1	3 filtres vierges dopés	3 sachets	Environ 50 ng de glyphosate déposés sur chaque filtre
FiltreC2	3 filtres vierges dopés	3 sachets	Environ 500 ng de glyphosate déposés sur chaque filtre
Filtre polluéC1	3 filtres pollués et dopés	3 sachets	Environ 50 ng de glyphosate déposés sur chaque filtre
Filtre polluéC2	3 filtres pollués et dopés	3 sachets	Environ 500 ng de glyphosate déposés sur chaque filtre

Les différents niveaux de dopage correspondent à :

- C0 = absence de dopage
- C1 = dopage de faibles quantités en moyenne
- C2 = dopage de fortes quantités en moyenne
- C3 = dopage de quantités non précisées

Le traitement statistique portera sur les 3 résultats transmis pour chaque référence.

Ainsi :

- pour chaque référence de mousse et filtre, 3 matrices identiques sont fournies et devront subir un traitement analytique complet (extraction et analyse).
- pour ce qui est des références sous vials, les analyses de chaque vial devront être triplées.



**Annexe n°2 : Listes des substances à rechercher**

<b>2,4D</b>	<b>fenpropidine</b>	<b>permethrine</b>
<b>alpha-HCH</b>	<b>fluazinam</b>	<b>propyzamide</b>
<b>boscalid</b>	<b>folpel</b>	<b>prosulfocarbe</b>
<b>chlorothalonil</b>	<b>glyphosate</b>	<b>pyrimethanil</b>
<b>chlorpropham</b>	<b>lindane (gamma HCH)</b>	<b>s-métolachlore</b>
<b>chlorpyriphos methyl</b>	<b>métazachlore</b>	<b>spiroxamine</b>
<b>chlorpyriphos-ethyl</b>	<b>oxadiazon</b>	<b>tebuconazole</b>
<b>cyprodinyl</b>	<b>pendiméthaline</b>	<b>triallate</b>
<b>deltaméthrine</b>	<b>pentachlorophenol</b>	

**Annexe n°3 : Organisation générale d'une comparaison interlaboratoires**

Pour chaque comparaison, la chronologie des événements sera la suivante :

- ◆ étude de faisabilité pour définir les bonnes conditions de la future comparaison si besoin ;
- ◆ prélèvement, dopage éventuel, conditionnement, envoi des matériaux d'essai ;
- ◆ expédition (j=-1) des matériaux d'essais aux différents participants par l'Ineris et réception par les participants (j =0) ;
- ◆ extraction des matériaux d'essais par les participants (J+1 à J+15) et analyse (j =+1 à +30) ; et suivi à l'Ineris et au LNE de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais envoyés ;
- ◆ saisie des résultats par les participants (j=+38 max) sur le site informatique <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr> ;
- ◆ traitement des données et exploitation statistique par l'Ineris ;
- ◆ diffusion du rapport final accompagné de l'enquête de satisfaction 4 mois après la fin de la saisie des résultats.

L'organisation générale de la comparaison interlaboratoires est la suivante :

**1. Etude de faisabilité des comparaisons**

Chaque matériau d'essai fait l'objet d'une étude de faisabilité sur plusieurs semaines. Toutefois si l'homogénéité et la stabilité ont déjà fait l'objet d'une étude antérieure sur des matériaux d'essais similaires (matrice, niveau de concentration) et préparés suivant les mêmes procédures, l'étude de faisabilité ne sera pas renouvelée.

**2. Annonce de la comparaison**

L'Ineris informe les laboratoires de l'organisation d'une comparaison en leur transmettant le programme annuel IM-1540.

**3. Inscription des participants**

L'Ineris reçoit les demandes d'inscription et confirme l'inscription de chaque participant par le biais du site web. Un numéro d'identifiant confidentiel est alors attribué à chaque participant. Le formulaire de consignes IM-1541 est transmis aux participants, avant ou/et à l'envoi des matériaux d'essai, afin de les informer des consignes (substances à doser, moyens de conservation mis en œuvre, type de flaconnage utilisé, etc...) et des délais à respecter. Il sera également mis en ligne sur le site internet : <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>.

**4. Préparation des matériaux d'essais**

Les matériaux d'essais sont préparés et conditionnés par l'Ineris et le LNE, dans le respect des exigences des textes officiels. Ces exigences concernent en particulier la nature de la matrice mise en œuvre, le niveau de concentration et principalement la préparation des matériaux d'essais afin d'assurer leur qualité en termes de stabilité et d'homogénéité.

L'envoi des matériaux d'essais est réalisé en emballage à restituer à l'Ineris.

**5. Acheminement des matériaux d'essais**

L'acheminement des matériaux d'essais est réalisé en livraison express. La qualité de la prestation fait l'objet d'un suivi par l'Ineris.

Les documents suivants seront joints aux matériaux d'essais :

- ◆ Accusé de réception IM-0223 : **dès réception des colis**, le participant doit envoyer ce document dûment rempli à l'Ineris ;
- ◆ Formulaire de consignes IM-1541.

Les matériaux d'essais seront préférentiellement expédiés en tout début de semaine afin de permettre aux participants d'engager le processus analytique avant la fin de semaine.

Les formulaires de saisie de résultats et le questionnaire complémentaire relatif au traitement analytique appliqué sont accessibles sur le site <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>.

### 6. Réception et analyse des matériaux d'essais par le participant

Dès ouverture du colis, le participant :

- ◆ effectuera un contrôle de la température dans le cas d'un envoi en emballage réfrigéré. Il reportera le résultat de sa mesure sur l'accusé réception IM-0223 ;
- ◆ contrôlera l'état du colis ainsi que sa composition et inscrira ses résultats sur l'accusé réception IM-0223 ;
- ◆ mettra immédiatement en œuvre les moyens de conservation appropriés ;
- ◆ informera rapidement l'Ineris de la réception des colis et de leur état par retour de l'accusé réception dûment rempli par fax ou mail.

Le participant engagera le processus analytique, en appliquant les méthodes spécifiées.

### 7. Suivi des matériaux d'essai par l'organisateur

Des contrôles sur les matériaux d'essais envoyés seront réalisés pendant la phase d'analyse par les participants. L'Ineris et le LNE s'assureront que les matériaux d'essais sont stables et homogènes en effectuant des essais de répétabilité sur plusieurs échantillons durant la phase d'analyse soit un minimum de 10 analyses effectuées sur les substances représentatives de chaque famille.

### 8. Restitution des données de la comparaison

Le participant dispose d'une période limitée pour effectuer les analyses et rendre ses résultats. Cette période est généralement de 3 à 4 semaines.

Les résultats seront transmis par le participant via le site <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>.

Pour cette saisie en ligne, le participant devra se connecter au site web.

Pour certaines comparaisons, un formulaire complémentaire pourra être soumis aux participants. Dans ce cas, la saisie des résultats ne pourra être validée qu'après l'avoir renseigné.

Une aide à la saisie sera disponible en ligne afin d'aider le participant à l'utilisation de ce progiciel de saisie.

Un participant pourra, pour des raisons qui lui sont propres, ne pas effectuer l'analyse d'une ou plusieurs substances. Les bulletins d'analyses incomplets sont acceptés.

**COMPARAISON  
INTERLABORATOIRES  
PROGRAMME ANNUEL « 2021 »**

Dans tous les cas, les résultats non pris en compte dans les traitements statistiques sont :

- ◆ des valeurs restituées inférieures à la limite de quantification ;
- ◆ des valeurs saisies comme nulles « 0 » ;
- ◆ des valeurs pour lesquelles une erreur de dilution ou de restitution dans l'unité imposée est mise en évidence (par exemple un facteur 1000)

La méthodologie retenue sera la suivante :

Restitution de 3 valeurs

	<b>Données reçues</b>	<b>Données prises en compte</b>
<b>1<sup>er</sup> cas</b>	C, C, C	C, C, C
<b>2<sup>ème</sup> cas</b>	C, C, <LQ	C, C
<b>3<sup>ème</sup> cas</b>	C, <LQ, <LQ	Aucune donnée
<b>4<sup>ème</sup> cas</b>	<LQ, <LQ, <LQ	Aucune donnée

## Annexe n° 4 : Traitement statistique et restitution de la comparaison

Le traitement statistique présenté ci-après est envisagé en première approche, et est susceptible d'être revu et/ou complété d'une analyse complémentaire en fonction du nombre de participants à la CIL et de la dispersion globale des résultats transmis.

### 1. Traitement statistique

Le traitement statistique des résultats répond à la norme NF EN ISO/CEI 17043 et au LAB CIL REF 02 du COFRAC. Il est effectué par l'Ineris conformément aux prescriptions :

- ◆ des normes de la série NF ISO 5725 : « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure »,
- ◆ de la norme NF ISO 13528 : « Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires »,
- ◆ de la norme NF X06-050 « Application de la statistique – Etude de la normalité d'une distribution ».

Les matériaux d'essais sont préparés à partir de matrices réelles représentatives de l'environnement. La valeur assignée reposera sur le consensus des résultats de l'ensemble de la population participant à la comparaison. Elle sera calculée à l'aide de méthodes statistiques robustes.

L'intérêt de l'analyse robuste est que les calculs de la valeur assignée (valeur de référence), les intervalles de confiance et les statistiques de performance ne sont pas affectés par le jugement de l'analyste des données. **Les résultats des participants sont traités en toute impartialité et transparence.**

Les écarts-types pour les évaluations de l'aptitude  $\sigma_{pt}$  choisis sont égaux à l'écart-type robuste  $s^*$  qui est déterminé à partir des résultats des participants en appliquant l'Algorithme A de la norme NF ISO 13528 (2015). Toutefois, si des exigences réglementaires ou normatives sont existantes quant à l'incertitude,  $\sigma_{pt}$  pourra être fixé.

Lorsque des matériaux d'essais préparés à partir de matrices réelles représentatives de l'environnement sont mis en œuvre lors de la comparaison, l'évaluation de la performance sera réalisée à l'aide du score z. Ainsi chaque participant pourra se positionner par rapport à la valeur de référence.

La recherche de valeurs suspectes ou aberrantes sera réalisée en utilisant plusieurs tests statistiques (Cochran, Grubbs et Mandel). L'objectif est d'aider l'organisateur et le participant, dans une démarche d'amélioration et à tirer ainsi profit d'une recherche des causes ayant conduit à l'obtention de ces valeurs. L'organisateur se réserve le droit de ne restituer aux participants que les résultats de certains tests du fait que certains d'entre eux ont le même objectif.

### 2. Restitution des comparaisons

La restitution de chaque comparaison sera réalisée. Les informations fournies sont de plusieurs natures et concernent pour chaque matériau d'essai :

- ◆ Les valeurs écartées du jeu de données,
- ◆ Les résultats bruts : moyenne et écart-types avant traitement,
- ◆ La moyenne et les écart-types de référence après traitement statistique,
- ◆ La courbe de répartition de la moyenne de l'ensemble des participants,

# COMPARAISON INTERLABORATOIRES PROGRAMME ANNUEL « 2021 »

- ◆ Un histogramme reportant sur un même graphe la performance des laboratoires (score z ou score-z'),
- ◆ L'évaluation de la performance score z ou score z' (qui tient compte de l'incertitude type associée à la valeur assignée si elle n'est pas négligeable et/ou de l'hétérogénéité du matériau d'essai telle qu'elle est décrite dans nos dispositions),
- ◆ Des avis et des interprétations générales et individuelles.

Le rapport final sera mis en ligne sur le site du LCSQA (diffusion publique) et envoyé aux participants. Les laboratoires participants seront mentionnés mais l'anonymat des résultats sera assuré par l'attribution d'un numéro à chaque laboratoire. La correspondance entre ce numéro et le laboratoire ne sera pas précisée et ne sera connue que du coordonnateur de la CIL.

**INERIS**

# COMPARAISON INTERLABORATOIRES PROGRAMME ANNUEL « 2021 »

## Annexe n° 5 : Relevé d'Identité Bancaire Ineris

A l'ordre de l'Agent Comptable :

TRESOR PUBLIC

RELEVÉ D'IDENTITÉ BANCAIRE

PARTIE RÉSERVÉE AU DESTINATAIRE DU RELEVÉ

Le relevé ci-contre est destiné à être remis à vos créanciers ou débiteurs, français ou étrangers, appelés à faire inscrire des opérations à votre compte (virements, paiement des quittances etc...)

Identifiant national de compte bancaire - RIB				
Code banque	Code guichet	N° de compte	Clé RIB	Domiciliation
10071	75000	00001000334	48	TPPARIS RGF

Identifiant international de compte bancaire - IBAN

IBAN (International Bank Account Number)							BIC (Bank Identifier Code)
FR76	1007	1750	0000	0010	0033	448	TRPUFRP1

TITULAIRE DU COMPTE :

AC INERIS