

**COMPARAISONS INTERLABORATOIRES (CIL)
« MESURES A L'EMISSION SUR BANC D'ESSAIS » 2025**

Le présent plan de campagne est complété par les dispositions définies dans les « Modalités de participation aux comparaisons interlaboratoires sur banc d'essais 2025 » et par les conditions générales de vente de l'Ineris (DI-1075-AA).

En cas de modification du programme d'essais, l'indice de la version modifiée est incrémenté (version 1.0, puis 2.0, 3.0...) et la nouvelle version est déposée sur le site internet des CIL <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr/home> à la place de la version précédente.

Les participants sont informés par mail des corrections si la nouvelle version porte sur un élément important concernant le déroulement des CIL (par exemple modification du nombre d'essais, erreur sur les paramètres mesurés...).

Les corrections apportées dans la version 2.0 portent sur les critères de déclenchement d'un signal d'alerte mentionnés en annexe 2, page 15 : les changements apportés sont repérés par une police rouge et un trait dans la marge.

1. CONTEXTE DES COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

L'Ineris est mandaté par le Ministère en charge de l'écologie pour organiser, à l'attention des organismes ayant obtenu ou désirant obtenir un agrément de la part du Ministère en charge de l'écologie, des comparaisons interlaboratoires (CIL) portant sur le mesurage de composés gazeux ou de poussières à l'émission de sources fixes.

L'Ineris est accrédité par la section Laboratoires du COFRAC, selon la norme NF EN ISO/IEC 17043 : accréditation n°1-2291 - (portée fixe disponible sur www.cofrac.fr et portée détaillée communiquée sur demande), pour l'organisation de comparaisons interlaboratoires portant sur des mesures d'effluents gazeux en conduit, pour les paramètres suivants : mesurages des concentrations en O₂, CO₂, NO_x, CO, COV, HCl, SO₂, NH₃, poussières totales et de la teneur en vapeur d'eau.

Les essais se déroulent sur le site de Verneuil-en-Halatte (Oise) sur un banc d'essais permettant de simuler des effluents gazeux issus d'installations de combustion ou d'incinération d'ordures ménagères.

Le programme des essais porte sur la réalisation de mesurages à l'émission de sources fixes, de composés faisant l'objet d'un agrément ou requis dans le cadre des agréments (vapeur d'eau). Il a été défini en accord avec le Ministère en charge de l'écologie.

Les finalités des comparaisons interlaboratoires portant sur les mesures sont les suivantes :

- Evaluer l'aptitude de chaque participant en lui fournissant :
 - la justesse de ses résultats par rapport à la valeur assignée (valeur prise comme « référence »),
 - la répétabilité sur site¹ de ses mesurages grâce à la mise en œuvre simultanée de deux dispositifs de mesurage conformes au référentiel normatif appliqué.
- Evaluer la performance de chaque méthode de mesurage et l'incertitude associée à sa mise en œuvre :
 - en déterminant les intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité pour les niveaux de concentration générés.

¹ Voir paragraphe E de l'annexe 2

Les intervalles de confiance de reproductibilité permettent notamment d'évaluer si l'incertitude associée aux résultats des mesurages mis en œuvre par les organismes de contrôle lors de l'étalonnage des dispositifs d'autosurveillance (AMS) est suffisamment faible au regard des incertitudes imposées à ces derniers par la réglementation,

- en suivant l'évolution de la qualité de la mise en œuvre des procédures normalisées par les organismes agréés en France, année après année.

Le tableau au chapitre H de l'annexe 2, précise quels paramètres statistiques calculés, ou contrôles mis en œuvre pendant la CIL, relèvent :

- de l'évaluation d'aptitude des participants ;
- de l'évaluation de la performance des méthodes de mesurage en vue de leur amélioration ;
- de l'estimation de l'incertitude de mesure des méthodes de mesurage ;
- de l'évaluation de la conformité aux dispositions normatives lors de la mise en œuvre des méthodes par chaque participant.

Le présent document définit les conditions de participation et de réalisation de l'exercice interlaboratoires de 2025 pour les mesurages dans les rejets à l'atmosphère.

2. PROGRAMME DES ESSAIS

Les comparaisons interlaboratoires se dérouleront sur une période de 3 jours (arrivée et mise en place des laboratoires comprises).

2.1. COMPOSÉS VISÉS

Il est proposé en 2025 de réaliser des comparaisons interlaboratoires pour la détermination de la concentration en masse de poussières, par méthode manuelle.

2.2. NOMBRE ET DURÉES DES MESURAGES

Chaque laboratoire participera à **deux journées d'essais, avec 5 essais par jour de 30 à 60 minutes chacun.**

Pour chaque semaine de CIL, les essais visant à évaluer la variance intra-laboratoire (répétabilité) sur site de chaque participant seront découplés des essais destinés à mesurer la variance inter-laboratoires :

- lors des essais visant à évaluer la répétabilité sur site de chaque laboratoire, **6 participants** réaliseront en parallèle deux prélèvements de poussières, **avec deux équipements de mesurage indépendants comprenant chacun une ligne d'échantillonnage complète. Les lignes seront mises en place sur deux trappes distinctes.** Pour chaque semaine de CIL, ces essais seront donc répartis sur deux jours pour permettre aux 12 laboratoires de les mettre en œuvre (cf. § 7).
- Les essais permettant de déterminer la variance interlaboratoires seront mis en œuvre avec **12 laboratoires** mettant en œuvre, en parallèle, **un seul équipement de mesurage.**

A titre préventif, les participants devront se munir du matériel et des consommables nécessaires à la réalisation d'un nombre de prélèvements plus important que celui strictement nécessaire à la réalisation du programme décrit dans le présent document, car ils pourraient être amenés à refaire des essais en cas de saturation des filtres.

2.3. MISE EN ŒUVRE ET CONTRÔLES QUALITÉ

Les contrôles suivants devront être effectués et tracés :

- l'étanchéité des lignes de prélèvement sera vérifiée avant chaque essai. **Cette vérification devra être réalisée sans ouvrir la trappe de prélèvement pour ne pas perturber la génération.** Elle pourra par exemple être réalisée par la mise en place d'un bouchon de dimension adaptée, en entrée du porte filtre, après déconnection de la canne de prélèvement ou par le suivi de la concentration en oxygène dans le conduit et en aval du dispositif de piégeage (en sortie du dispositif de prélèvement). La vérification de l'étanchéité après chaque essai ne sera pas réalisée car, compte tenu des dimensions du conduit, le prélèvement ne sera effectué qu'en un seul point sans déplacement de la sonde de prélèvement ;
- un blanc de site sera réalisé en début et en fin de chaque journée d'essais sur chaque ligne pour valider l'absence de contamination lors de la manipulation des équipements et des supports de piégeage et la qualité des nettoyages de sonde ;
- le rinçage du dispositif de prélèvement en amont du filtre pour la prise en compte des particules déposées en amont du filtre sera réalisé en fin de chaque journée d'essais.

Les résultats des contrôles qualité seront à fournir lors de la saisie des résultats.

2.4. GÉNÉRATION DES EFFLUENTS À CARACTÉRISER

Pour générer les gaz, le banc dispose d'un local technique renfermant d'une chaudière à biomasse d'environ 30 kW. Les réglages de la chaudière peuvent être modifiés afin de fonctionner à différents excès d'air, ce qui a pour effet une variation des teneurs en O₂, CO₂ mais aussi en poussières.

Les niveaux de concentration générés seront suivis en continu afin d'ajuster les niveaux de dopages pour atteindre les niveaux de concentration visés.

Les gaz générés rentrent dans une boucle en titane où circule un débit de 400 kg/h. Cette boucle est maintenue en température par traçage électrique (température de consigne fixée entre 140°C et 170°C). Le diamètre intérieur du conduit est de 150 mm.

Le banc peut accueillir 12 équipes.

Pour les poussières, les essais ne seront pas réalisés avec moins de 12 participants.

L'Ineris se réserve donc le droit d'annuler toute semaine de CIL incomplète.

Chaque laboratoire participant dispose pour chaque dispositif de prélèvement d'une bride normalisée (400 x 100 mm), d'une alimentation électrique et d'une alimentation en air comprimé. Le banc d'essais est maintenu en pression afin d'éviter que les prélèvements d'un laboratoire au niveau d'une bride ne perturbe l'homogénéité des caractéristiques de l'effluent au niveau des sections de mesurages situées en aval. Compte tenu de la dimension réduite du conduit, les participants positionnent leurs ensembles de prélèvement au centre du conduit.

Les brides normalisées sont positionnées avec le plus grand côté placé horizontalement, et à une hauteur du sol de 0,85 m. Des contre-bridés équipées de deux orifices sont à disposition des participants.

La configuration des contre-bridés devra permettre le retrait et l'insertion des sondes dans le conduit pour pouvoir réaliser les tests d'étanchéité, sans avoir à démonter les contre-bridés, pour ne pas perturber la génération de la matrice (certaines contre-bridés avec presse étoupe ne permettent pas, par exemple, le retrait de la sonde équipée d'une buse).

Voir photographies en annexe 1.

2.5. CHOIX DES MÉTHODES DE MESURAGE POUR LA CIL

Les laboratoires devront mettre en œuvre la méthode de mesurage décrite dans la norme NF EN 13284-1 : Émissions de sources fixes - Détermination de la faible concentration en masse de poussières - Partie 1 : méthode gravimétrique manuelle.

Mesurage des concentrations de poussières

Les participants devront mettre en œuvre des dispositifs de prélèvement répondant aux exigences du référentiel. Toutefois le recours à certains dispositifs sera proscrit :

- sondes équipées de porte-filtres insérés dans le conduit. En effet, leur emploi conduirait les participants à ouvrir les trappes de prélèvement entre chaque essai pour changer le support de prélèvement, ce qui créerait une perturbation de la génération des matériaux d'essais ;
- sondes de prélèvement, maintenant en température les gaz prélevés à l'aide d'une double enveloppe dans laquelle circule de l'air chauffé. En effet ces systèmes sont susceptibles de provoquer une dilution des matériaux d'essais, par injection de l'air chauffé circulant dans la double enveloppe si celle-ci n'est pas parfaitement étanche, dans le banc d'essais.

Note : pour les participants qui ne disposent pas d'autres moyens que les sondes de prélèvement à double enveloppe, une dérogation pourra être accordée, si le laboratoire apporte la preuve de l'étanchéité de ses dispositifs.

Il n'est pas demandé aux participants de mesurer la vitesse des gaz, ce qui supposerait aussi la détermination de la composition approchée des gaz. **Le diamètre de buse et le débit de prélèvement sont donc imposés.** Ils ont été définis de façon à ce que :

- le débit total prélevé par les participants permette de maintenir la pression minimale dans le banc garantissant ainsi la constance des concentrations des composés étudiés dans les effluents distribués ;
- la limite de quantification des mesures soit « acceptable » au regard des concentrations générées.

L'isocinétisme ne sera donc pas forcément respecté mais l'impact sur la mesure est :

- faible compte-tenu de la granulométrie des particules (particules fines et ultrafines);
- et identique pour tous les participants.

Dans le cas où le débit de prélèvement du dispositif de mesurage peut être asservi à la mesure de vitesse, il conviendra de ne pas utiliser cette régulation.

Les laboratoires devront ainsi se munir de **deux buses de prélèvement de 10 mm** et appliquer un **débit de prélèvement de 15 L/min (débit exprimé dans les conditions réelles de température et de pression au compteur sur gaz secs)**

Chaque laboratoire disposera du temps nécessaire pour mettre en œuvre les procédures d'assurance qualité permettant de valider les mesurages, requises par les référentiels normatifs : tests d'étanchéité des lignes de prélèvement, blancs de site, rinçages des lignes de prélèvement en amont du filtre, etc....

Pour information, la longueur de sonde pouvant être introduite à l'intérieur du conduit est au maximum de 200 mm.

2.6. DOMAINES DE CONCENTRATION COUVERTS

Les poussières seront générées à des concentrations variables, comprises dans les plages suivantes : 5 à 50 mg/m₀³.

2.7. REMISE DES DONNÉES BRUTES PAR LES PARTICIPANTS, AU COORDONNATEUR DES CIL

En fin d'essais, chaque participant devra remettre au coordonnateur un formulaire récapitulatif :

- Les volumes de gaz prélevés,
- et les températures moyennes aux compteurs volumiques.

Le formulaire sera remis aux participants sur place, avant le lancement des essais.

3. TRAITEMENT DES RÉSULTATS DES ESSAIS

Le traitement statistique des données conduira à la détermination :

- de la valeur prise comme « référence » (ou valeur assignée) de chaque composé à chaque essai et son incertitude associée,
- du biais de chaque participant par rapport aux valeurs prises comme « référence » (statistique de performance),
- des valeurs aberrantes des participants,
- des intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité pour chaque composé.

Les comparaisons interlaboratoires sont réalisées sur des effluents réels issus d'une chaudière. Il n'est donc pas possible de disposer de la valeur de concentration de référence.

La valeur prise comme « référence » ou valeur assignée sur laquelle se baser pour évaluer les performances des laboratoires en termes de justesse et de fidélité doit donc être calculée à partir des valeurs consensuelles des laboratoires participants. La valeur prise comme « référence » sera déterminée par l'analyse robuste des données, telle que décrite dans les normes NF ISO 13528 et NF ISO 5725-5. L'analyse robuste consiste à appliquer aux données un algorithme de calcul qui permet, par des itérations successives, de donner un moindre poids aux valeurs extrêmes de la série de données traitées, jusqu'à ce qu'une convergence soit assurée ; elle est considérée comme assurée lorsque la 4^{ème} décimale de la moyenne robuste et de l'écart-type robuste ne change plus.

L'intérêt de l'analyse robuste des données est de calculer la valeur assignée et l'écart-type de l'essai d'aptitude, ainsi que les variances de répétabilité et de reproductibilité, à partir de la totalité des données y compris celles qui pourraient être jugées comme suspectes par un dire d'expert ou par un test de valeur aberrante. De cette façon, les résultats pris en compte pour calculer la valeur assignée et les statistiques de performance ne sont pas affectés par le jugement de l'analyste des données.

Le traitement statistique qui sera appliqué aux données est décrit en annexe 2.

NOTE 1 : Préalablement au traitement statistique des résultats bruts fournis par les laboratoires, un examen des données sera effectué et pourra conduire à **écarter, pour les calculs statistiques, les couples de données brutes** (couple de données = couple de résultats issus des mesurages en parallèle sur les 2 lignes pour un même essai) dans lesquels une des valeurs présente une erreur d'unité ou de décimale, est inférieure à la LQ (et à LQ/3), est jugée non exploitable par l'analyste des données sur la base des commentaires transmis par le participant ou par comparaison aux niveaux de concentrations des valeurs fournies par les autres participants, laissant suspecter par exemple une erreur de mise en œuvre de la méthode de mesurage. Des couples de données pourront également être écartés s'il est constaté une collusion ou une falsification de résultat.

Si le résultat d'une des deux lignes est cependant valide, il sera effectué le test de performance sur cette valeur, même si elle n'a pas été prise en compte pour la détermination de la moyenne robuste. Ceci permettra au participant de situer sa mesure par rapport à la moyenne robuste, à l'objectif d'incertitude et à celle des autres participants. Les résultats ainsi traités seront clairement identifiés afin de les distinguer de ceux pour lesquels le traitement statistique complet est appliqué.

Dans les autres cas, les données seront conservées pour les calculs statistiques même si le participant a noté dans les observations qu'une valeur lui semblait aberrante. Si la valeur est réellement aberrante, l'analyse robuste des données minimisera le poids de cette valeur. Lors de l'examen des résultats des tests de performance et de valeurs aberrantes, il sera rappelé dans le rapport d'essais les commentaires fournis par les participants sur ces valeurs.

NOTE 2 : Les valeurs inférieures à LQ ou à LQ/3 rendues respectivement égales à LQ/2 et à 0, sont clairement identifiées dans les tableaux présentant les résultats. Elles ne sont pas prises en compte pour l'exploitation statistique des données, c'est-à-dire pour déterminer la valeur assignée, l'écart-type robuste qui peut être utilisé pour les tests de performance (cf. annexe 2, § D), et pour les calculs des intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité.

Dans le cas de valeurs $< LQ$ conduisant à rapporter les résultats égaux à LQ/3: les biais sont fournis à titre indicatif.

Dans le cas de valeurs $< LQ/3$ conduisant à rapporter les résultats égaux à 0 : les biais ne sont pas calculés.

NOTE 3 : Dans le cas où la proportion de valeurs $< LQ$ ou $< LQ/3$ pour un essai, et/ou de valeurs exclues par avis d'expert, conduit à disposer de moins de 5 données à exploiter, les estimateurs robustes de la moyenne (valeur assignée) et de l'écart-type des résultats (écart-type robuste) deviennent peu fiables. L'exploitation statistique est menée de façon simplifiée comme décrit en annexe 2, § G.

De même, lorsque la proportion de résultats détectés comme aberrants par le test de Mandel est supérieure à 20 %, si les résultats présentent une distribution avec plusieurs modes ou avec une asymétrie importante, cela peut affecter la fiabilité de la moyenne robuste, et de l'écart-type robuste. Si un tel cas se présente, il sera mentionné dans le rapport. Si deux populations distinctes sont détectées et si la cause est identifiée, le coordonnateur a la possibilité de traiter statistiquement les deux ensembles de résultats séparément, mais dans ce cas le mode d'exploitation statistique des données par population sera fonction du nombre de résultats par population.

4. OBSERVATION DES PRATIQUES DES PARTICIPANTS

Les comparaisons interlaboratoires sont un outil important dans la démarche de progrès des organismes de contrôle.

Une dispersion importante est parfois observée sur les résultats des mesurages.

Les écarts de mesurage constatés ne pouvant être expliqués avec les seuls éléments d'information disponibles dans le formulaire de résultats, le Ministère en charge de l'écologie a jugé nécessaire de disposer d'éléments d'information technique supplémentaires permettant de mieux cerner les points à améliorer dans la connaissance et l'application des méthodes, en procédant à l'observation des pratiques des participants et en appréciant leur connaissance des procédures utilisées ; ceci de façon à favoriser une meilleure dynamique de progrès au sein de chaque organisme.

C'est pourquoi il sera effectué un suivi de la mise en œuvre des normes pendant les essais comme précisé dans l'arrêté définissant les modalités d'agrément des laboratoires. Les observations de la mise en œuvre des mesurages seront menées par des évaluateurs du COFRAC (évaluateurs des essais du domaine des mesures à l'émission de sources fixes) ou par le coordonnateur des CIL.

Une fiche de synthèse des observations faites lors de la mise en œuvre des méthodes de mesurage sera envoyée à chaque organisme participant. L'objectif est de permettre aux participants, le cas échéant, de mettre en place des actions correctives ou curatives afin d'améliorer la qualité de ses mesurages.

Si les résultats des évaluations de mise en œuvre des mesurages sont pris en compte pour l'interprétation des biais ou de la dispersion des résultats, ils seront repris de façon anonyme en utilisant les identifiants des laboratoires.

Ces observations ne sont pas couvertes par l'accréditation du COFRAC.

Avertissement : Une pratique non conforme peut être détectée par les participants eux-mêmes ou signalée par l'évaluateur lors des observations des pratiques. Si l'une d'elles portant sur la mise en œuvre des mesurages est corrigée pendant les essais, cela peut conduire à des résultats différents de ceux qui auraient été obtenus sans cette correction, et améliorer les performances du participant.

Le risque d'impact sur les résultats est accepté, car l'amélioration des pratiques des participants grâce aux CIL est considérée comme un objectif prioritaire. L'échange sur la non-conformité est donc préféré, à sa consignation dans la synthèse des observations sans explication. La non-conformité étant tracée dans la fiche de synthèse des observations, cela ne dispense en outre pas le participant d'effectuer une analyse de l'impact et de l'étendue de la non-conformité.

5. RAPPORT DE LA COMPARAISON INTERLABORATOIRES

5.1. MODE DE TRANSMISSION DES RÉSULTATS PAR LES PARTICIPANTS

Voir document « Modalités de participation aux comparaisons interlaboratoires sur banc d'essais 2025 »

5.1.1. Résultats relatifs aux mesurages par méthodes manuelles

Les données à transmettre via l'application comprendront :

- La description des dispositifs de mesurage utilisés :
 - éléments composant chaque ligne de prélèvement,
 - matériaux de la sonde/porte-filtre, parties chauffées de la ligne de prélèvement, températures appliquées,

- position de la sonde de température utilisée pour mesurer la température de filtration,
- filtre : matériau, dimension, température de conditionnement avant et après essais,
- rinçage : nombre de rinçages successifs et nature de la ou des solutions de rinçage,
- résolution de la balance utilisée et poids des masses de contrôle de la ou des balances,
- témoins de pesée : nombre utilisé pour la pesée des filtres et pour la pesée des extraits secs.

- Les résultats des mesurages :

- les limites de quantification des pesées des filtres et des extraits secs, en mg,
- les masses de poussières recueillies sur le filtre et dans le rinçage de sonde, avant application des règles d'expression décrites dans la norme NF X 43-551 (données brutes), en mg,
- les concentrations mesurées exprimées en tenant compte des règles d'expression des résultats de la norme NF X 43-551, en mg/m³ sec,
- les volumes de gaz prélevés, avec en m³ sec,
- les contributions des poussières recueillies par le rinçage de sonde journalier aux concentrations totales mesurées pour chaque essai, en % de la masse totale de l'extrait sec,
- les résultats des blancs de site, en mg/m³ sec;
- les incertitudes élargies relatives associées aux masses de poussières piégées sur le filtre et dans les solutions de rinçage, et associées aux mesures;

Les participants veilleront à fournir leurs résultats dans les unités demandées sur le formulaire.

Les résultats devront être rendus :

- pour les limites de quantification associées aux pesées : avec 2 décimales ; si la résolution de la balance est de 0,1 mg la seconde décimale sera 0,
- pour les masses de poussières : avec 2 décimales ; si la résolution de la balance est de 0,1 mg la seconde décimale sera 0,
- pour les concentrations mesurées : avec une décimale,
- pour les incertitudes élargies relatives: avec une décimale,
- pour les limites de quantification de mesure : avec une décimale,
- pour les concentrations des blancs de site : avec une décimale,
- pour le volume de gaz prélevé : avec trois décimales,
- pour les fractions du rinçage journalier attribué à chaque essai: avec une décimale.

5.2. RAPPORTS DE SYNTHÈSE

L'Ineris établira un rapport d'essais **sous couvert de son accréditation** pour chaque semaine d'essais. Les rapports seront téléchargeables sur le site internet dédié aux CIL comme décrit dans les modalités de participation aux campagnes de comparaisons interlaboratoires.

Le rapport d'essais fournira :

- les caractéristiques du banc d'essais et le mode de génération des polluants,
- le programme suivi,
- la procédure de traitement statistique des résultats : valeurs détectées comme aberrantes ou douteuses, valeurs assignées, statistiques de performance, intervalles de confiance interne et externe,
- les résultats individuels bruts fournis par les participants, en précisant, le cas échéant, ceux écartés du traitement statistique et la raison pour laquelle ils ont été retirés,

- les commentaires des participants relatifs aux valeurs qu'ils considèrent ou supposent comme aberrantes ou non valides,
- les résultats du traitement statistique des données :
 - les valeurs prises comme « référence » (valeurs assignées),
 - les indices de performance de chaque participant par composé et niveau de concentration,
 - les résultats représentés sur des graphiques,
 - ainsi que les demi-intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité de la campagne.
- Les conclusions relatives aux sources d'écart entre laboratoires et aux points à améliorer.

6. ENQUÊTE DE SATISFACTION

Une enquête de satisfaction sera remise aux participants lors de leur intervention à l'Ineris afin de recueillir « à chaud » leurs avis sur la préparation et sur le déroulement des CIL sur site, afin d'améliorer au besoin leur organisation.

En fin de la campagne d'essais, une enquête de satisfaction portant sur l'ensemble du déroulement des CIL depuis l'inscription jusqu'à la remise du rapport de synthèse, sera mise en ligne sur le site internet des CIL, en même temps que le rapport d'essais de la campagne.

7. PLANNING DES COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

Les 12 participants, chaque semaine de CIL, seront répartis en deux groupes de 6 laboratoires et mettront en œuvre les mesurages selon le planning suivant :

	Lundi		Mardi		Mercredi		Jeudi		Vendredi	
	matin	après-midi	matin	après-midi	matin	après-midi	matin	après-midi	matin	après-midi
Groupes A (6 laboratoires)		Installation	Essais de répétabilité	Essais de répétabilité + Déplacement matériel	Essais de variance interlaboratoire	Essais de variance interlaboratoire + Départ				
Groupes B (6 laboratoires)					Essais de variance interlaboratoire	Essais de variance interlaboratoire + déplacement matériel	Essais de répétabilité	Essais de répétabilité + Départ		

Essais de répétabilité :	Essais visant à déterminer la répétabilité des participants avec 2 ensembles de prélèvement par laboratoire
Essais de variance interlaboratoire :	Essais visant à déterminer la variance interlaboratoire des participants avec 1 ensemble de prélèvement par laboratoire

Accueil des laboratoires et installation du matériel

Arrivée des participants :

- avant 15h30, le lundi pour le groupe A
- avant 16h30 le mardi pour le groupe B

A leur arrivée, les laboratoires :

- du groupe A : installeront leurs deux lignes de prélèvement sur les deux trappes qui leur seront réservées
- du groupe B : installeront une ligne de prélèvement sur la trappe qui leur sera attribuée.

Note : L'accès aux trappes de prélèvement et l'installation définitive du groupe B ne pourra avoir lieu qu'à la fin des essais de répétabilité du groupe A. En effet pour ces essais les participants disposeront chacun de 2 trappes de prélèvement et devront ainsi en libérer une pour permettre la réalisation des essais d'estimation de variance interlaboratoires avec 12 participants. Néanmoins, un espace sera réservé aux laboratoires du groupe B, pour leur permettre de mettre en place leur matériel à proximité de leur emplacement sans perturber les essais en cours.

L'accueil sur le site de l'INERIS est possible de 8h30 à 18h00. Néanmoins, l'installation de chaque participant doit **être effective au plus tard à 18h00**.

Essais de répétabilité

5 essais de 30 à 60 minutes de mesurage pour les poussières, sur 2 lignes de prélèvement, sans rinçages intermédiaires

Contrôles qualité nécessaires avant et après chaque essai

En fin de journée, réalisation d'une opération de rinçage.

Essais de variance interlaboratoires

5 essais de 30 à 60 minutes de mesurage pour les poussières, sur 1 ligne de prélèvement, sans rinçages intermédiaires

Contrôles qualité nécessaires avant et après chaque essai

En fin de journée, réalisation d'une opération de rinçage.

Déplacement du matériel

A la fin de chaque journée d'essais, chaque participant devra installer ou désinstaller une ligne de prélèvement, pour réaliser les essais du lendemain soit avec une ligne de prélèvement soit avec deux lignes en parallèle. Les laboratoires seront donc amenés pendant ce laps de temps, à partager une trappe avec un autre participant : l'un désinstallant pour permettre l'installation de l'autre laboratoire.

Tout moyen permettant de faciliter ces mouvements de matériel, tel que l'emploi de chariots, est à privilégier.

Il est à noter que les participants ne seront autorisés à ne garer qu'un seul véhicule à proximité du banc d'essais.

8. MODALITÉS D'INSCRIPTION ET PARTICIPATION FINANCIÈRE

Les modalités d'inscription via le site internet de l'Ineris dédié aux CIL organisées par l'Ineris, sont décrites dans le document « Modalités de participation aux comparaisons interlaboratoires sur banc d'essai 2025 ».

Offre rédigée par DEL-GRATTA Florence
Coordonnateur des CIL
« Mesures à l'émission sur banc d'essais »,

Document approuvé le 31/03/2025 par
FRABOULET ISALINE,
Responsable de l'unité « Caractérisations
des EMISsions Atmosphériques et
Aqueuses »

ANNEXE 1 : Banc d'essais



**ANNEXE 2 : Traitement statistique des données
de la CIL portant sur les mesures**

Les comparaisons interlaboratoires étant réalisées sur des effluents réels, la conséquence est que les valeurs de concentration prises comme « référence » sur lesquelles sont basées les évaluations de la performance des laboratoires en termes de justesse et de fidélité, ne sont pas connues.

La valeur prise comme « référence » ou valeur assignée doit donc être calculée à partir des valeurs consensuelles des laboratoires participants. Elle est déterminée par analyse robuste des données telle que décrite dans les normes NF ISO 13528 et NF ISO 5725-5.

A- Principe de l'analyse robuste des essais

L'intérêt de l'analyse robuste des données est de calculer les variances de répétabilité et de reproductibilité, ainsi que la valeur assignée, et l'écart-type de l'essai d'aptitude, à partir de la totalité des données, y compris celles qui pourraient être jugées comme suspectes par un dire d'expert ou par un test de valeur aberrante. De cette façon, les résultats pris en compte pour calculer la valeur assignée et les statistiques de performance ne sont pas affectés par le jugement de l'analyste des données.

NOTE 1 : Préalablement au traitement statistique des résultats bruts fournis par les laboratoires, un examen des données est effectué et peut toutefois conduire à **écarter des calculs statistiques, des données ou des couples de données brutes (cf. § Error! Reference source not found.)**.

NOTE 2: Bien que le traitement des données retenu par application de statistiques robustes n'exige pas de repérer les valeurs suspectes ou aberrantes, il est de bonne pratique, comme le précise la norme NF ISO 5725-5, d'appliquer aux données les tests de vérification de cohérence (statistiques h et k de Mandel), de façon à ce que les participants et le coordonnateur des essais, dans une démarche d'amélioration, tirent profit d'une recherche des causes ayant conduit à l'obtention de ces valeurs « isolées » ou « aberrantes » (cf. § B).

NOTE 3 : Les valeurs $< LQ$ ou $< LQ/3$ rendues respectivement égales à $LQ/3$ et à 0, doivent être identifiées dans les tableaux présentant les résultats. Elles ne sont pas prises en compte pour l'exploitation statistique des données, c'est-à-dire pour déterminer la valeur assignée, l'écart-type robuste (qui peut être utilisé pour les tests de performance (cf. § D), et pour les calculs des intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité.

Dans le cas de valeurs $< LQ$ conduisant à rapporter les résultats égaux à $LQ/3$: les biais sont fournis à titre indicatif.

Dans le cas de valeurs $< LQ/3$ conduisant à rapporter les résultats égaux à 0 : les biais ne sont pas calculés.

NOTE 4 : Dans le cas où la proportion de valeurs $< LQ$ ou $< LQ/3$ pour un essai, et/ou de valeurs exclues par avis d'expert, conduit à disposer de moins de 5 données à exploiter, les estimateurs robustes de la moyenne (valeur assignée) et de l'écart-type des résultats (écart-type robuste) deviennent peu fiables. L'exploitation statistique est menée de façon simplifiée comme décrit au § G.

De même, lorsque la proportion d'aberrants est supérieure à 20 %, si les résultats présentent une distribution avec plusieurs modes ou avec une asymétrie importante, cela peut affecter la fiabilité de la moyenne robuste, et de l'écart-type robuste. Si un tel cas se présente, il sera mentionné dans le rapport. Si deux populations distinctes sont détectées et si la cause est identifiée, le coordonnateur a la possibilité de traiter statistiquement les deux ensembles de résultats séparément, mais dans ce cas le mode d'exploitation statistique des données par population sera fonction du nombre de résultats par population.

B- Tests de cohérences

Les tests de cohérence intralaboratoire k et interlaboratoires h (tests de Mandel) décrits dans les normes NF ISO 5725-2 et NF ISO 5725-5 sont appliqués aux résultats des participants afin de détecter d'éventuelles valeurs douteuses ou aberrantes. En cas d'identification de valeurs suspectes, il est recherché si les commentaires fournis par le laboratoire dans le formulaire de résultats ou les observations pendant la mise en œuvre des méthodes de mesurage, permettent d'établir un lien de causalité entre valeur aberrante et par exemple une anomalie ou un dysfonctionnement du dispositif de mesurage, un écart d'application à une norme, une erreur de calcul ou de conversion d'unités.

C- Détermination de la valeur assignée

La valeur assignée $x_{pt,j}$ pour chaque composé au niveau de concentration j faisant l'objet d'une CIL, est déterminée conformément aux procédures des normes NF ISO 13528 et NF ISO 5725-5, en appliquant la méthode robuste d'analyse des données.

La valeur assignée $x_{pt,j}$ est prise égale à la moyenne robuste x_j^* au niveau de concentration j, calculée en appliquant l'algorithme A. Les itérations sont répétées jusqu'à ce que la convergence soit assurée c'est à dire que le 4^{ème} chiffre après la virgule de la moyenne robuste et de l'écart-type robuste ne change plus.

D- Test statistique de performance (évaluation d'aptitude)

La performance de chaque laboratoire, peut être évaluée au travers du calcul du biais du laboratoire.

Calcul du biais de la concentration moyenne

Le biais du laboratoire i pour un essai donné, est l'écart entre la valeur assignée et la concentration moyenne mesurée par le laboratoire.

$$B_{ij} = \bar{x}_{ij} - x_{pt,j}$$

Où :

- B_{ij} est le biais exprimé dans la même unité que les résultats des concentrations,
- \bar{x}_{ij} est la concentration moyenne mesurée par le laboratoire i au niveau de concentration j,
- $x_{pt,j}$ est la valeur assignée pour le niveau de concentration j considéré.

Calcul du biais de la concentration mesurée avec chaque ligne de mesurage

Le biais du laboratoire i pour un essai donné, est l'écart entre la valeur assignée et la concentration mesurée par le laboratoire.

$$B_{ijk} = x_{ijk} - x_{pt,j}$$

où :

- B_{ijk} est le biais de la concentration mesurée sur la ligne k (k=1 à 2) exprimé dans la même unité que les résultats des concentrations,
- x_{ijk} est la concentration mesurée par le laboratoire i au niveau de concentration j, avec la ligne de prélèvement k,
- $x_{pt,j}$ est la valeur assignée pour le niveau de concentration j considéré.

Calcul des biais relatifs

Les essais étant réalisés à plusieurs niveaux de concentration, les biais relatifs sont calculés pour apprécier si les écarts de chaque laboratoire par rapport à la valeur assignée, sont les mêmes aux différents niveaux de concentration.

$$B_{rel,ij} = \frac{B_{ij}}{x_{pt,j}} \times 100 \text{ en \% pour le biais de la concentration moyenne}$$

$$B_{rel,ijk} = \frac{B_{ijk}}{x_{pt,j}} \times 100 \text{ en \% pour le biais de la concentration mesurée sur chaque ligne.}$$

Seuils d'avertissement et d'alerte

Les biais du laboratoire sont appréciés au regard de seuils correspondant à un signal d'avertissement ou un signal d'action, calculés à partir de **l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude** $\sigma_{pt,j}$.

L'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude $\sigma_{pt,j}$, au niveau de concentration j , à partir d'une valeur fixe $u_{c,ref}$, prise égale, pour chaque composé, à l'incertitude imposée dans les référentiels normatifs décrivant la méthode de référence : cf. tableau 1 au § F ; cette valeur, est notée $u_{c,ref}$. Ce traitement des données permet de situer la performance de chaque laboratoire par rapport aux critères d'incertitude normatifs et de mettre en évidence les composés pour lesquels des améliorations ou des corrections sont à apporter.

Prise en compte de l'incertitude de la valeur assignée $u(x_{pt,j})$ dans les seuils d'avertissement et d'alerte

Selon la norme NF ISO 13528, si $u(x_{pt,j}) < 0,3 \times \sigma_{pt,j}$, alors, l'incertitude de la valeur assignée est considérée comme négligeable et ne nécessite pas d'être incluse dans l'interprétation des résultats de l'essai d'aptitude, c'est-à-dire dans le test statistique de performance.

$u(x_{pt,j})$ est déterminée comme suit : $u(x_{pt,j}) = 1,25 \times s_j^* / \sqrt{p}$, où p est le nombre de mesures prises en compte pour le calcul de la moyenne robuste et de l'écart-type robuste.

L'incertitude associée à x_{pt} est fournie pour chaque essai dans le rapport, et il est indiqué si $u(x_{pt})$ est prise en compte dans l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude.

Prise en compte de l'écart-type inter-trappes dans les seuils d'avertissement et d'alerte

La norme NF ISO 13528 prévoit également que soit pris en compte l'écart-type inter-échantillons = l'écart-type inter-trappes S_s , dans l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude, lorsque qu'il est supérieur à $0,3 \times \sigma_{pt,j}$, afin de ne pas imputer aux laboratoires le biais lié à la variabilité du banc d'essais. Cet écart-type inter-trappes a été déterminé lors de la validation du banc ayant consisté à vérifier l'homogénéité de la concentration entre les 12 trappes.

La valeur de l'écart-type inter-trappes et l'information sur sa prise en compte ou pas dans l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude sont fournies dans le rapport de la campagne d'essais.

Calcul des seuils d'avertissement et d'alerte

	$\sigma_{pt,j}$
$u(x_{pt,j}) < 0,3 \times u_{c,ref}$ et $Ss \leq 0,3 \times u_{c,ref}$	$\sigma_{pt,j} = u_{c,ref}$
$u(x_{pt,j}) \geq 0,3 \times u_{c,ref}$ et $Ss \leq 0,3 \times u_{c,ref}$	$\sigma_{pt,j} = \sqrt{u_{c,ref}^2 + u^2(x_{pt,j})}$
$u(x_{pt,j}) < 0,3 \times u_{c,ref}$ et $Ss > 0,3 \times u_{c,ref}$	$\sigma_{pt,j} = \sqrt{u_{c,ref}^2 + S_s^2}$
$u(x_{pt,j}) \geq 0,3 \times u_{c,ref}$ et $Ss > 0,3 \times u_{c,ref}$	$\sigma_{pt,j} = \sqrt{u_{c,ref}^2 + u^2(x_{pt,j}) + S_s^2}$

Déclenchement d'un signal d'avertissement ou d'alerte

Lorsque le biais B_{ij} ou B_{ijk} est :

- $\geq 3,0 \sigma_{pt,j}$ ou $\leq -3,0 \sigma_{pt,j}$ \Rightarrow le résultat doit être considéré comme donnant lieu à un « signal d'action » ;
- $> 2,0 \sigma_{pt,j}$ ou $< -2,0 \sigma_{pt,j}$ \Rightarrow le résultat doit être considéré comme donnant lieu à un « signal d'avertissement ».

Une comparaison similaire du biais relatif $B_{rel,ij}$ ou $B_{rel,ijk}$ est effectuée par rapport aux valeurs critiques : si le biais relatif est :

- $\geq \frac{3 \times 100 \times \sigma_{pt,j}}{x_{pt,j}}$ ou $\leq \frac{-3 \times 100 \times \sigma_{pt,j}}{x_{pt,j}}$ \Rightarrow le résultat doit être considéré comme donnant lieu à un « signal d'action » ;
- $> \frac{2 \times 100 \times \sigma_{pt,j}}{x_{pt,j}}$ ou $< \frac{-2 \times 100 \times \sigma_{pt,j}}{x_{pt,j}}$ \Rightarrow le résultat doit être considéré comme donnant lieu à un « signal d'avertissement ».

E- Détermination de la répétabilité sur site de chaque participant

Par définition de la norme NF ISO 5725, les conditions de répétabilité sont des conditions où les résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps.

NOTE : dans le cas des CIL dans le domaine des mesurages à l'émission de sources fixes :

- Les « individus » correspondent au composé gazeux ou particulaire faisant l'objet de la CIL.
- La norme XP X 43-331 considère que la réalisation de deux déterminations simultanées sur le même échantillon par un laboratoire, avec deux dispositifs de mesurage conformes aux exigences de performance de la méthode de mesurage peut être considérée comme équivalente au fait de réaliser deux déterminations successives sur le même échantillon avec le même dispositif de mesurage pour l'évaluation de la répétabilité. Cette convention a été également adoptée au niveau européen.

Il est également admis que l'intervalle de confiance de répétabilité peut être déterminé avec des appareils de marques ou modèles différents, dès lors que leurs caractéristiques de performances sont conformes aux critères de performances définis dans la norme de référence décrivant la méthode de mesurage.

Pour chaque niveau de concentration j , l'écart-type relatif de répétabilité sur site $S_{rij,site}$ du laboratoire i est calculé comme suit :

$$S_{rij,site} = \frac{100}{x_{pt,j}} \times \sqrt{\frac{(x_{ij-L1} - x_{ij-L2})^2}{2}}$$

Où :

x_{ij-L1} et x_{ij-L2} sont les concentrations mesurées par le laboratoire i au niveau de concentration j , sur les lignes de mesurage $L1$ et $L2$.

La répétabilité sur site est présentée sous forme de graphes, afin que chaque participant puisse situer sa répétabilité sur site par rapport à celle des autres participants et par rapport à l'écart-type de répétabilité moyenne, et pour visualiser si cette variabilité varie en fonction du niveau de concentration :

- présentation sur un même graphe, pour chaque essai, de l'écart-type de répétabilité sur site relatif de chaque participant et de l'écart-type de répétabilité moyenne ;
- présentation pour chaque essai, de la courbe de répartition statistique indiquant la moyenne et l'écart-type de répétabilité sur site de chaque participant.

F- Détermination des intervalles de confiance

F.1 Objectifs d'intervalle de confiance à atteindre

Les normes décrivant les méthodes de mesurage de référence, imposent un seuil d'incertitude à respecter le plus souvent exprimé en valeur relative. Avec l'abaissement des VLE, la norme NF X 43-551 définit des seuils de concentration en dessous desquels, le critère d'incertitude n'est plus fixé en valeur relative mais égal à une valeur fixe exprimée dans l'unité du composé mesuré.

Les incertitudes élargies fixées par les normes pour les composés faisant l'objet des CIL sur le banc d'essais, sont donnés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Seuils d'incertitude élargie pour les AMS et les méthodes de référence

	Incertitudes élargies ou demi-intervalles de confiance imposés aux AMS par la réglementation	Incertitude élargie requise par les normes décrivant les méthodes de référence à la VLE, ou à la valeur de référence (pour O ₂), à la concentration moyenne (H ₂ O)
CO	± 10 %	± 6 % si C > 100 mg/m ₀ ³ (NF EN 15058) ± 6 mg/m ₀ ³ si C ≤ 100 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
SO ₂	± 20 %	± 20 % si C > 10 mg/m ₀ ³ (NF EN 14791) ± 2 mg/m ₀ ³ si C ≤ 10 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
NO _x	± 20 %	± 10 % si C > 120 mg/m ₀ ³ (NF EN 14792) ± 12 mg/m ₀ ³ si C ≤ 120 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
COVT	± 30 %	± 15 % si C > 25 mg/m ₀ ³ (XP X 43-554) ± 3,75 mg/m ₀ ³ si C ≤ 25 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
CH ₄	-	± 15 % si C > 25 mg/m ₀ ³ (XP X 43-554) ± 3,75 mg/m ₀ ³ si C ≤ 25 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
COVNM	-	-
O ₂	-	± 6 % pour C > 5 % vol (NF EN 14789) ±0,3 % vol. pour C ≤ 5 % vol (NF EN 14789)
CO ₂	-	± 6 % si C > 5 % vol (XP CEN/TS 17405) ±0,3 % vol. si C ≤ 5 % vol (XP CEN/TS 17405)
HF	± 40 %	± 30 % si C > 2 mg/m ₀ ³ (NF CEN/TS 17340) 0,6 mg/m ₀ ³ si C ≤ 2 mg/m ₀ ³ (NF CEN/TS 17340)
NH ₃	± 40 %	± 20 % C > 8 mg/m ₀ ³ (NF EN ISO 21877) ± 1,6 mg/m ₀ ³ si C ≤ 8 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
HCl	± 40 %	± 30 % si C > 5 mg/m ₀ ³ (EN 1911) ± 1,5 mg/m ₀ ³ si C ≤ 5 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)
H ₂ O	-	± 20 % (NF EN 14790)
Poussières	± 30 %	± 20 % si C > 5 mg/m ₀ ³ (NF EN13284-1) ± 1 mg/m ₀ ³ si C ≤ 5 mg/m ₀ ³ (NF X 43-551)

F.2 Calcul du demi-intervalle de confiance de reproductibilité

La réalisation de deux mesurages par un même laboratoire permet d'obtenir les informations nécessaires à la détermination de la répétabilité. La participation simultanée de plusieurs organismes permet de déterminer la variance de reproductibilité à partir des variances de répétabilité et interlaboratoires. Les variances de répétabilité et interlaboratoires sont déterminées par une estimation robuste en suivant la procédure décrite dans la norme NF ISO 5725-5.

Le demi-intervalle de confiance de reproductibilité est calculé à partir de la variance de reproductibilité, qui caractérise la dispersion maximale entre plusieurs laboratoires mettant en œuvre la même méthode de mesurage, en intégrant à la fois la variabilité interne à chaque laboratoire et la variabilité entre laboratoires.

Pour chaque essai au niveau de concentration j , la variance de reproductibilité S_{Rj}^2 est égale à la somme de la variance de répétabilité S_{rj}^2 et de la variance interlaboratoires S_{Lj}^2 .

Dans le cas particulier des poussières, les conditions de reproductibilité permettant de déterminer la variance interlaboratoires et les conditions de répétabilité permettant de déterminer la variance de répétabilité ne sont pas réunies au cours des mêmes essais.

Même s'il est visé de générer les mêmes plages de concentrations au cours des trois jours d'essais, la conduite de la chaudière biomasse ne permet pas d'assurer que les concentrations générées seront exactement les mêmes.

Il en résulte que la variance de répétabilité déterminée lors des essais de répétabilité avec 2 fois 6 laboratoires doit être modélisée, pour être estimée aux niveaux de concentration générés lors des essais de détermination de la variance interlaboratoires avec les 12 participants, et ainsi permettre le calcul de la variance de reproductibilité.

Variance de répétabilité S_{rj}^2

La variance de répétabilité est calculée en appliquant « l'algorithme S » aux résultats des laboratoires issus de chaque journée d'essais de répétabilité, comme décrit au §6.3 de la norme NF ISO 5725-5.

$$S_{rj}^2 = \frac{(w_j^*)^2}{2}$$

Avec :

- w_j^* : étendue robuste au niveau de concentration j , obtenue par application de « l'algorithme S » aux concentrations moyennes obtenues lors des essais de détermination de la variance intralaboratoire, exprimée dans les mêmes unités que les concentrations.

Le demi-intervalle de confiance de répétabilité Ic_{rj} est obtenu comme suit :

$$1/2 Ic_{rj} = t_{1-\frac{\alpha}{2}} \times S_{rj}$$

Avec :

- S_{rj} et Ic_{rj} exprimés dans les mêmes unités que les concentrations.
- $t_{1-\frac{\alpha}{2}}$: fractile d'ordre $(1 - \frac{\alpha}{2})$ de la loi de Student à $(p-1)$ degrés de liberté ; $\alpha=0,05$ pour un intervalle de confiance de 95 %.

Variance interlaboratoires S_{Lj}^2

La variance interlaboratoires, S_{Lj}^2 , exprimée dans les mêmes unités que les concentrations, est égale à :

$$S_{Lj}^2 = \frac{S_{dj}^2}{n_{j,essais\ interlaboratoires}} - \frac{S_{rj}^2}{n_{j,essais\ répétabilité}}$$

La valeur S_{dj} est calculée à partir des résultats de la journée d'essais de détermination de la variance interlaboratoires avec les 12 participants. S_{dj} : écart-type des moyennes des laboratoires au niveau de concentration j

$n_{j,essais\ interlaboratoires}$: nombre moyen de résultats pour chaque participant par essai.

L'estimation robuste de S_{dj} est égale à l'écart-type robuste calculé avec les mesures des essais de détermination de la variance interlaboratoires.

La valeur S_{Rj} est déduite des 2 journées d'essais de répétabilité. Les 2 journées d'essais permettent de modéliser la valeur S_{rj}^2 en fonction du niveau de concentration généré. Pour le calcul de S_{Rj} il est appliqué les valeurs de S_{rj} obtenues par la modélisation, aux concentrations correspondant aux moyennes robustes des essais de détermination de la variance interlaboratoires.

Variance de reproductibilité S_{Rj}^2 et demi-intervalle de reproductibilité $1/2 Ic_{Rj}$

La variance de reproductibilité S_{Rj}^2 et le demi-intervalle de confiance de reproductibilité $1/2 Ic_{Rj}$ au niveau de concentration j sont donnés par les équations qui suivent :

$$S_{Rj}^2 = S_{rj}^2 + S_{Lj}^2 \quad \text{et} \quad 1/2 Ic_{Rj} = t_{1-\frac{\alpha}{2}} \times S_{Rj} \quad \text{avec} \quad Ic_{Rj} \text{ exprimé dans les mêmes unités que les concentrations.}$$

$$1/2 Ic_{Rj} \text{ rel} = \frac{1/2 Ic_{Rj}}{x_{pt,j}} \times 100 \text{ en \% relatifs.}$$

où $t_{1-\frac{\alpha}{2}}$: fractile d'ordre $(1 - \frac{\alpha}{2})$ de la loi de Student à $(p-1)$ degrés de liberté ; on prendra $\alpha=0,05$ pour un intervalle de confiance à 95 %.

G- Cas où le nombre de données exploité est inférieur à 5

Dans le cas où pour un essai, les valeurs exclues de l'exploitation statistique des données, soit sur avis d'expert, soit en raison de valeurs $< LQ$ ou $< LQ/3$, conduisent à disposer de moins de 5 données à exploiter, les estimateurs de la moyenne et de l'écart-type des résultats par analyse robuste deviennent peu fiables.

L'exploitation statistique des données est alors menée de façon « simplifiée », en appliquant d'autres estimateurs pour déterminer la valeur assignée (médiane) et la variabilité des mesures (écart absolu médian).

Statistique de performance

- Dans le cas de valeurs $< LQ/3$ conduisant à rapporter les résultats égaux à 0 : les biais ne sont pas calculés.
- Dans le cas de valeurs $< LQ$ conduisant à rapporter les résultats égaux à $LQ/2$: les biais sont fournis à titre indicatif.
- Les biais ne sont pas comparés à des seuils d'alerte ou d'avertissement.
- Les laboratoires sont classés par ordre de biais croissant.

Intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité

Les demi-intervalles de répétabilité et de reproductibilité sont estimés comme décrit au § F mais en remplaçant l'étendue robuste dans le calcul de S_{rj} par la médiane des étendues $Med(w)$.

Variance de répétabilité au niveau de concentration j : $S_{rj}^2 = \frac{Med(w)^2}{2}$

Variance de répétabilité interlaboratoires au niveau de concentration j : $S_{Lj}^2 = MADe^2 - \frac{S_{rj}^2}{2}$

Variance de reproductibilité au niveau de concentration j : $S_{Rj}^2 = S_{rj}^2 + S_{Lj}^2$

Demi-intervalle de confiance de répétabilité : $1/2 Ic_{rj} = t_{1-\frac{\alpha}{2}} \times S_{rj}$

Demi-intervalle de confiance de reproductibilité : $1/2 Ic_{Rj} = t_{1-\frac{\alpha}{2}} \times S_{Rj}$

H- Utilisation des résultats

Les résultats issus de la CIL peuvent être exploités de la façon suivante :

	Evaluation d'aptitude des participants	Evaluation de la conformité aux dispositions normatives de mise en œuvre des mesurages	Incertitude de mesure de la méthode de mesurage	Performance de la méthode
Répétabilité sur site	X			
Biais	X			
Tests de cohérence de Mandel	X			
Intervalles de confiance de répétabilité				X
Intervalle de confiance de reproductibilité			X	X
Résultats des contrôles qualité*		X		
Observations des pratiques		X		