

**COMPARAISON INTERLABORATOIRE
ANNEE 2024****Air ambiant****Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques
(HAP)**

MIV - 227298- 2789793 - v1.0
25/01/2024

Organisateur : Ineris
Direction Milieux et impacts sur le vivant

| Fonction | Prénom et Nom | E-mail | Téléphone |
|--|----------------------|-----------------------------|------------------|
| Responsable de l'Unité « Méthodes et développements en analyses pour l'environnement » | Hugues BIAUDET | hugues.biaudet@ineris.fr | 03 44 55 66 19 |
| Ingénieur à l'Unité « Méthodes et développements en analyses pour l'environnement » | Alexandre ALBINET | alexandre.albinet@ineris.fr | 03 44 55 64 85 |
| Coordonnateur | Sylvain BAILLEUL | sylvain.bailleul@ineris.fr | 03 44 55 62 96 |

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

 +33 (0)3.44.55.66.77 Internet : www.ineris.fr

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|----------|
| 1. CONTEXTE | 3 |
| 2. OBJECTIF | 3 |
| 3. OBJET DE L'ÉTUDE..... | 4 |
| 4. PERSONNES CONCERNEES | 4 |
| 5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES | 5 |
| 5.1. Modalités d'inscription | 5 |
| 5.2. Prix | 6 |
| 5.3. Engagements de l'Ineris | 6 |
| 5.4. Engagements des participants | 6 |
| 5.5. Communication..... | 6 |
| 6. ANNEXES..... | 7 |

1. CONTEXTE

La surveillance des HAP (Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques) en France et en Europe est obligatoire dans l'air ambiant (Directive 2004/107/CE).

Note : plusieurs annexes ont été modifiées par la Directive (UE) 2015/1480.

L'article 9 de l'arrêté du 21 octobre 2010 relatif aux modalités de surveillance de la qualité de l'air et à l'information du public impose la participation aux essais d'inter-comparaison destinés aux laboratoires réalisant les analyses chimiques pour le compte des organismes agréés de surveillance de la qualité de l'air.

Dans ce contexte, l'Ineris, a décidé d'organiser un exercice de comparaison interlaboratoire afin de donner la possibilité aux laboratoires d'analyses de se conformer aux exigences de l'arrêté.

Le présent document rassemble toutes les informations nécessaires pour s'inscrire à ce nouvel exercice de comparaison interlaboratoire (CIL).

Il contient :

- ◆ Les modalités de participation,
- ◆ La description de la CIL.

2. OBJECTIF

La participation d'un laboratoire à une CIL lui permet :

- De positionner ses résultats par rapport à ceux de l'ensemble de la profession réalisant le même type d'analyse,
- D'évaluer les compétences des opérateurs sur une technique donnée,
- D'évaluer une méthode dans la détermination d'un analyte dans une matrice donnée,
- De répondre aux exigences des référentiels qualité,
- D'améliorer la qualité de ses mesurages,
- De démontrer ses compétences dans le mesurage d'un analyte dans un milieu donné afin de répondre aux exigences réglementaires pour obtenir par exemple un agrément ou une accréditation.

L'atteinte de ces objectifs est appréciée sous forme d'un score de performance (score z) permettant au laboratoire d'estimer l'éloignement de ses résultats par rapport à une valeur assignée calculée par des algorithmes statistiques éprouvés.

Pour les laboratoires, ce type d'exercice permet notamment l'identification **des problèmes liés à l'analyse des HAP** à de très faibles concentrations dans une matrice souvent complexe, avec comme objectif final **l'adéquation et l'amélioration des techniques** utilisées par rapport aux supports et à la matrice étudiée.

3. OBJET DE L'ÉTUDE

L'étude a pour objet la réalisation d'une CIL portant sur l'analyse des 8 paramètres suivants sur trois filtres PM₁₀ prélevés en air ambiant :

- ✓ Benzo[a]anthracène (B[a]A),
- ✓ Benzo[a]pyrène (B[a]P),
- ✓ Benzo[g,h,i]pérylène (B[g,h,i]P),
- ✓ Benzo[b]fluoranthène (B[b]F)*,
- ✓ Benzo[j]fluoranthène (B[j]F)*,
- ✓ Benzo[k]fluoranthène (B[k]F)*,
- ✓ Dibenzo[a,h]anthracène (D[a,h]A),
- ✓ Indeno[1,2,3-cd]pyrène (In[1,2,3-cd]P).

* *Note* : la somme des benzofluoranthènes devra aussi être rapportée.

Un essai peut être différé ou annulé si le nombre de participants est inférieur à 12.

4. PERSONNES CONCERNÉES

Les laboratoires français et étrangers réalisant l'analyse des HAP sur des filtres prélevés en air ambiant sont concernés. Néanmoins, compte tenu du nombre maximal de poinçons disponibles pour cette comparaison (**25** / filtre), les laboratoires réalisant les analyses réglementaires de HAP dans l'air ambiant sont prioritaires.

5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES

5.1. MODALITÉS D'INSCRIPTION

La période dédiée aux inscriptions est fixée du :

26 janvier 2024 au 28 juin 2024

en se rendant à l'adresse internet suivante :

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

Lors de la première connexion au site c'est-à-dire si le laboratoire ne possède pas encore de compte, 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 CILs proposées.

Une aide en ligne est disponible sur le site.

Si le compte du laboratoire est déjà existant, le laboratoire pourra accéder directement à la phase d'inscription décrite ci-dessous.

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 internes.

Note importante : Les cotations fournies par le BIPEA ainsi que le formulaire de précommande disponible sur le site ne sont pas considérés comme des commandes valides.

Quinze jours 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 essais auxquels le laboratoire est inscrit ainsi que le numéro d'identifiant confidentiel pour le programme.

5.2. PRIX

| Intitulé | Montant en € HT | TVA 20 % | Montant total en € TTC |
|---------------|-----------------|----------|------------------------|
| 24-227298-HAP | 1799,00 | 359,80 | 2158,80 |

La facturation sera éditée à l'envoi des matériaux d'essai.

Les paiements par carte bancaire ne sont pas acceptés.

5.3. 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 CILs.

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.

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 nécessaires. Les réclamations devront être transmises par écrit à l'attention du coordonnateur.

5.4. ENGAGEMENTS DES PARTICIPANTS

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

- ◆ Renseigner et restituer l'accusé réception IM-0223 à réception des matériaux d'essai,
- ◆ Respecter pour chaque paramètre la méthode spécifiée dans le formulaire de consignes IM-1541,
- ◆ Restituer les résultats en toute intégrité sans falsification ni 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.

5.5. 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 à l'essai peuvent être téléchargés à partir du site dédié à la CIL Ineris : <https://comparaisons-interlaboratoires.ineris.fr>

6. ANNEXES

| Annexe n° | Titre | Pages |
|-----------|--|-------|
| 1 | Description des matériaux d'essais | 1 |
| 2 | Liste des HAP présents dans la Directive 2004/107/CE du 15 décembre 2004 | 1 |
| 3 | Organisation générale d'une CIL | 3 |
| 4 | Traitement statistique et restitution de l'essai | 2 |

Annexe n°1 : Description des matériaux d'essais

| Essai | 24-227298_Filtre |
|---|---|
| Substances à analyser | Benzo[a]anthracène, Benzo[a]pyrène, Benzo[g,h,i]pérylène, Benzo[b]fluoranthène, Benzo[j]fluoranthène, Benzo[k]fluoranthène (ou la somme des benzofluoranthènes), Dibenz[a,h]anthracène, Indeno[1,2,3,c-d]pyrène |
| Date de réception | Semaine 37 |
| Date limite de remise des résultats | 11 octobre 2024 |
| Méthodes | EN 15549:2008, ISO 12884:2000, XP CEN/TS 16645 ou équivalent |
| Matrices testées / Milieu de prélèvement | Particules air ambiant (PM ₁₀) collectées sur un filtre en fibre de quartz (poinçon, Ø ≈ 37mm) |
| Nombre d'échantillon | 3 filtres d'air ambiant impactés + 1 blanc |
| Stabilisation | Non |
| Réfrigération | Oui |
| Nombre de mesures par échantillon | 3 |
| Traitement statistique mis en œuvre | Valeur assignée : Moyenne robuste par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 Ecart type pour l'évaluation de l'aptitude : 17% pour le B[a]P, 25% pour les autres HAP. |
| | Performance : Score z sauf si population < 8 après exclusion des résultats aberrants ou manquants => Valeurs indicatives |
| Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais | Non ¹ |
| Suivi de la stabilité des matériaux d'essais | Non ¹ |

1 : voir §7 – Annexe 3

**Annexe n°2 : Liste des HAP présents dans la directive 2004/107/CE
du 15 décembre 2004****HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES**

| HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES | |
|--|---|
| SUBSTANCES | Benzo[a]anthracène Benzo[a]pyrène* Benzo[b]fluoranthène Benzo[j]fluoranthène Benzo[k]fluoranthène Dibenzo[a,h]anthracène Indeno[1,2,3-cd]pyrène |

* Seul composé pour lequel une valeur cible est donnée (1 ng/m³ en moyenne annuelle sur les PM₁₀)

Annexe n°3 : Organisation générale d'une CIL

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

- ◆ Étude de faisabilité pour définir les bonnes conditions du futur essai, si besoin, prélèvement, dopage éventuel, conditionnement ;
- ◆ Expédition ($j = 0$) des matériaux d'essais aux différents participants par l'Ineris ;
- ◆ Réception par les participants ($j = +1$) ;
- ◆ Analyse des matériaux d'essais par les participants ($j = +1$ à $+31$) et suivi à l'Ineris de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais envoyés si pertinent ;
- ◆ Saisie des résultats par les participants ($j = +31$ 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.

L'organisation générale de la CIL est la suivante :

1. Etude de faisabilité de l'essai

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 réalisée.

2. Annonce de l'essai

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

3. Inscription des participants

L'Ineris réceptionne les demandes d'inscription et confirme l'inscription de chaque participant. 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 est 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, 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 par 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 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 enceinte réfrigérée. 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 mail.

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

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

Compte tenu de la connaissance acquise sur les filtres fournis aux laboratoires, les tests d'homogénéité et de stabilité ne seront pas réalisés. L'homogénéité des échantillons collectés avec un échantillonneur Graseby Andersen a été évaluée et prouvée à de nombreuses reprises durant des CILs précédentes (Verlhac, 2014, Verlhac and Albinet, 2015). Il en est de même pour la stabilité.

8. Restitution des données de l'essai

Le participant dispose d'une période limitée pour effectuer les analyses et rendre ses résultats. Cette période est généralement de 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 à son compte personnel.

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.

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

| | Données reçues | Données prises en compte |
|----------------------------|----------------|--------------------------|
| 1^{er} cas | C, C, C | C, C, C |
| 2^{ème} cas | C, C, <LQ | C, C, |
| 3^{ème} cas | C, <LQ, <LQ | Aucune |
| 4^{ème} cas | <LQ, <LQ, <LQ | Aucune |

Annexe n° 4 : Traitement statistique et restitution de l'essai

1. Traitement statistique

Le traitement statistique des résultats répond à la norme NF EN ISO/CEI 17043. Il est effectué par l'Ineris conformément aux prescriptions :

- Des normes 1, 2 et 5 de la série NF ISO 5725 : « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure »,
- De la norme NF ISO 13528 (2015) : « Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoire »,
- De la norme NF X 06-050 « Application de la statistique – Etude de la normalité d'une distribution ».

La valeur assignée reposera sur le consensus des résultats de l'ensemble de la population participant à l'essai. Elle sera calculée à l'aide de méthodes statistiques robustes.

L'intérêt de l'analyse robuste est que les calculs de la valeur assignée, 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.**

- ◆ L'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude σ_{pt} choisi est égal :
 - Au tiers de l'incertitude de mesure indiquée dans la Directive Européenne 2004/107/CE soit $50\%/3 = 16,7\%$ arrondi à 17% pour le benzo[a]pyrène ;
 - À 75% /3 pour les autres HAP.
- ◆ L'évaluation de la performance sera réalisée à l'aide du score z. Ainsi chaque participant pourra se positionner par rapport à la valeur assignée.

2. Restitution de l'essai

La restitution de l'essai sera réalisée au travers d'un rapport, trois mois après la date de clôture de la saisie des résultats en ligne. Les informations fournies sont de plusieurs natures et concernent pour chaque matériau d'essai :

- Les valeurs écartées du jeu de données,
- La moyenne et les écart-types après traitement statistique,
- La courbe de répartition de la moyenne de l'ensemble des participants,
- Un histogramme reportant sur un même graphe la performance des laboratoires (score z) si pertinent,
- Des avis et des interprétations générales et individuelles.

Le rapport d'essai est à diffusion restreinte. Il sera diffusé uniquement aux participants sous format numérique.

Une enquête de satisfaction sera envoyée au moment de l'envoi du rapport d'essai.