

# COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

## ANNEE 2024

### " Analyses d'échantillons à l'émission "

### Acide chlorhydrique, acide fluorhydrique, ammoniac, dioxyde de soufre, métaux, poussières et HAP.

MIV-23-227296-01786A

08/01/2024

Organisateur : Ineris  
**Milieux et Impacts sur le Vivant**

| Fonction   | Prénom et Nom       | Coordonnées                   |                |
|--|---------------------|-------------------------------|----------------|
|  |                     | Email                         | Téléphone      |
| Pilote des comparaisons interlaboratoires de la Direction « Milieux et Impacts sur le Vivant » | Florence Del Gratta | florence.del-gratta@Ineris.fr | 03 44 55 65 71 |
| Ingénieur<br>Unité « Méthodes et développements en analyses pour l'environnement »             | Arnaud Papin        | arnaud.papin@Ineris.fr        | 03 44 55 68 09 |
| 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](http://www.ineris.fr)

**Accréditation n°1-2291, Comparaisons Interlaboratoires**

**Portée disponible sur [www.cofrac.fr/](http://www.cofrac.fr/)**

***TABLE DES MATIERES***

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1. CONTEXTE</b> .....                           | <b>3</b>  |
| <b>2. OBJECTIF</b> .....                           | <b>4</b>  |
| <b>3. OBJET DE L'ETUDE</b> .....                   | <b>4</b>  |
| 3.1. Poussières par gravimétrie ① .....            | 6         |
| 3.2. acide chlorhydrique .....                     | 6         |
| 3.3. Acide fluorhydrique .....                     | 6         |
| 3.4. Métaux .....                                  | 6         |
| 3.5. Hydrocarbures aromatiques polycycliques.....  | 7         |
| 3.6. Dioxyde de soufre .....                       | 7         |
| 3.7. Ammoniac .....                                | 7         |
| <b>4. LABORATOIRES CONCERNES</b> .....             | <b>7</b>  |
| <b>5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES</b> ..... | <b>8</b>  |
| 5.1. Modalités d'inscription.....                  | 8         |
| 5.2. Prix.....                                     | 9         |
| 5.3. Engagements de l'Ineris.....                  | 10        |
| 5.4. Engagements des participants .....            | 10        |
| 5.5. Communication .....                           | 10        |
| <b>6. ANNEXES</b> .....                            | <b>11</b> |

## 1. CONTEXTE

L'arrêté du 11 mars 2010 portant modalités d'agrément des laboratoires ou des organismes pour certains types de prélèvements et d'analyses à l'émission des substances dans l'atmosphère, a défini les conditions dans lesquelles des laboratoires ou des organismes pouvaient recevoir du ministère chargé des installations classées un agrément pour certains types de prélèvements et/ou d'analyses des rejets de substances émises dans l'atmosphère.

La délivrance d'un agrément est subordonnée à :

- l'examen du dossier de demande d'agrément,
- une accréditation préalable par le Comité Français pour l'Accréditation (COFRAC) ou par un organisme d'accréditation signataire de l'accord multilatéral pris dans le cadre de la Coordination Européenne des organismes d'accréditation (European Cooperation for Accreditation ou EA),
- l'engagement du laboratoire à participer aux comparaisons interlaboratoires mises en place par le ministère chargé des installations classées (Annexe III de l'arrêté).

L'Ineris, en charge de l'organisation des comparaisons interlaboratoires, en lien avec un comité de pilotage comprenant des représentants des organisations professionnelles de prévention et de contrôle et un représentant d'un laboratoire non affilié à cette organisation, et en accord avec le Ministère en charge de l'écologie, a décidé d'organiser des comparaisons interlaboratoires portant uniquement sur la partie analytique afin de donner la possibilité aux laboratoires d'analyses de se conformer aux exigences de l'arrêté sus-cité.

En dehors de ce contexte réglementaire, la participation à des comparaisons interlaboratoires est un outil indispensable au suivi de la maîtrise de la mise en œuvre de méthodes d'analyse. Dans le cadre de l'accréditation, elle fait à ce titre l'objet d'une exigence du COFRAC et conduit à la vérification de la bonne exécution de cette exigence en audit.

Le présent document rassemble toutes les informations nécessaires pour s'inscrire en toute connaissance de cause à cette comparaison interlaboratoire (CIL) portant sur l'analyses d'échantillons dans le domaine de l'air à l'émission de source fixe.

Il contient :

- les modalités de participation,
- la description de l'exercice interlaboratoire.

## 2. OBJECTIF

La participation d'un laboratoire à une comparaison interlaboratoire 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 permettant au laboratoire d'estimer l'éloignement de ses résultats par rapport à une valeur dite de référence calculée par des algorithmes statistiques éprouvés (cf. annexe 3).

## 3. OBJET DE L'ETUDE

L'étude a pour objet la mise en œuvre et la réalisation de comparaisons interlaboratoires portant sur l'analyse de paramètres figurant dans les **agrément 1b, 4b, 5b, 6b, 9b, 10b, 16b** de l'arrêté du 11 mars 2010 du Ministère en charge de l'écologie « portant modalités d'agrément des laboratoires ou des organismes pour effectuer certains types de prélèvements et d'analyses à l'émission des substances dans l'atmosphère ».

La comparaison interlaboratoire sera réalisée sous accréditation selon de référentiel NF EN ISO/CEI 17043 (accréditation n°1-2291 – portée disponible sur [www.cofrac.fr](http://www.cofrac.fr)) à l'exception des paramètres repérés par le symbole ① et complétés de la mention « hors portée d'accréditation » quand cela est possible.

Pour cette année, il a été décidé d'étudier les paramètres visés dans les agréments sus-cités tels que, respectivement :

- ✓ Les poussières par gravimétrie ① (filtre et solution de rinçage),
- ✓ L'acide chlorhydrique (HCl) gazeux,
- ✓ L'acide fluorhydrique (HF) gazeux et particulaire,
- ✓ Les métaux gazeux et particulaires :
  - arsenic (As),
  - cadmium (Cd),
  - chrome (Cr),
  - cobalt (Co),
  - cuivre (Cu),
  - manganèse (Mn),
  - nickel (Ni),

- plomb (Pb),
- antimoine (Sb),
- sélénium (Se),
- thallium (Tl),
- vanadium (V),
- zinc (Zn).

✓ Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) particuliers :

- benzo[a]anthracène,
- benzo[k]fluoranthène,
- benzo[b]fluoranthène,
- benzo[a]pyrène,
- dibenzo[a,h]anthracène,
- benzo[g,h,i]pérylène,
- fluoranthène,
- indéno[1,2,3 – c,d]pyrène.

✓ Le dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>),

✓ L'ammoniac (NH<sub>3</sub>).

***Un essai peut être différé ou annulé si le nombre de participants pour un programme est inférieur à 10.***

**3.1. POUSSIÈRES PAR GRAVIMÉTRIE ①****3.1.1. Filtre**

Cinq filtres seront distribués aux laboratoires participants :

- Deux filtres seront distribués aux laboratoires participants afin de réaliser une pesée dans les conditions contrôlées de leur laboratoire. Ces filtres ainsi pesés devront alors être retournés à l'Ineris afin d'effectuer le processus de dopage. L'opération de dopage réalisée, les filtres seront réexpédiés aux laboratoires pour la pesée finale prenant en compte les facteurs d'influence.
- Trois filtres supplémentaires seront distribués aux laboratoires participants afin de satisfaire à la procédure de correction des pesées demandée par la norme EN 13284-1.

**3.1.2. Solution de rinçage**

Une solution aqueuse sera distribuée aux participants afin de déterminer la teneur en extraits secs selon la norme EN 13284-1.

**3.2. ACIDE CHLORHYDRIQUE**

La solution d'absorption sera préparée selon les préconisations de la norme NF EN 1911 et soumise à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

**3.3. ACIDE FLUORHYDRIQUE****3.3.1. Phase gazeuse**

La solution d'absorption sera préparée selon les préconisations de la norme NF CEN/TS 17340 et soumise à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

**3.3.2. Phase particulaire**

L'étude portera sur des poussières provenant d'une unité d'incinération de boues de station d'épuration.

Ce matériau d'essai sera enrichi en éléments dits séquestrants ce qui sous-entend la mise en œuvre d'une fusion alcaline. Un seul niveau de concentration sera étudié.

Un filtre, fourni par l'Ineris, devra être ajouté à l'échantillon.

**3.4. METAUX****3.4.1. Phase gazeuse**

La solution d'absorption sera préparée selon les préconisations de la norme NF EN 14385 et soumise à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

**3.4.2. Phase particulaire**

L'étude portera sur des poussières provenant d'une unité d'incinération de boues de station d'épuration. En fonction de sa composition initiale, ce matériau d'essai pourra être enrichi en certains métaux.

Un filtre, fourni par l'Ineris, devra être ajouté lors de la préparation de l'échantillon.

**3.5. HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES**

Les HAP seront analysés selon la norme NF X 43-329 ou équivalent dans de la poussière issue d'une chaudière permettant l'étude de la matrice particulaire des rejets à l'émission. Un seul niveau de concentration sera étudié.

Un filtre, fourni par l'Ineris, devra être ajouté lors de la préparation de l'échantillon.



**Il est déconseillé de mettre en œuvre une extraction par ultrasons. Les résultats obtenus après ce type d'extraction seront écartés du jeu de données utilisé pour le calcul des valeurs assignées. Néanmoins, un score sera calculé pour les participants ayant mis en œuvre une telle extraction.**

**3.6. DIOXYDE DE SOUFRE**

La solution d'absorption sera préparée selon les préconisations de la norme NF EN 14791 et soumise à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

**3.7. AMMONIAC**

La solution d'absorption sera préparée selon les préconisations de la norme NF EN ISO 21877 et soumise à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

**4. LABORATOIRES CONCERNES**

Les laboratoires concernés sont :

- les laboratoires préleveurs réalisant la pesée de filtres ou de solutions de rinçage pour la détermination de la teneur en poussières,
- tous les laboratoires français et étrangers travaillant sur les paramètres listés au paragraphe 3 et dans les matrices issues du prélèvement à l'émission des sources fixe,
- les laboratoires d'analyse impliqués dans les contrôles réglementaires des installations classées, demandeurs de l'agrément considéré afin de satisfaire aux exigences de l'arrêté sus-cité,

- les laboratoires utilisant des méthodes similaires aux normes préconisées par l'avis du 30/12/2020 sur les méthodes normalisées de référence pour les mesures dans l'air, l'eau et les sols dans les installations classées pour la protection de l'environnement.

## **5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES**

### **5.1. MODALITES D'INSCRIPTION**

La période dédiée aux inscriptions est fixée du :

**09 janvier 2024** au **08 mars 2024**

sur le site internet des CIL organisées par l'Ineris , à l'adresse suivante :

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

**Lors de la première connexion 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 comparaisons interlaboratoires proposées.

Une aide en ligne est disponible dans le menu Aide de la page d'accueil.

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** de doter des éléments suivants :

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

**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 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 son numéro d'identifiant confidentiel pour le programme.



### 5.2. PRIX

Les tarifs des essais proposés sont résumés ci-dessous :

| Intitulé   | Montant en € HT | TVA 20 % | Montant en € TTC |
|--|-----------------|----------|------------------|
| 24-227296- Pesée :<br>Essai 1b : poussières par gravimétrie ⓘ          | 503,00 €        | 100,60 € | 603,60 €         |
| 24-227296- HCl<br>Essai 4b : acide chlorhydrique gazeux                | 669,00 €        | 133,80 € | 802,80 €         |
| 24-227296- HF<br>Essai 5b : acide fluorhydrique gazeux et particulaire | 1174,00 €       | 234,80 € | 1408,80 €        |
| 24-227296- Métaux<br>Essai 6b : métaux gazeux et particulaires         | 1998,00 €       | 399,60 € | 2397,60 €        |
| 24-227296- HAP<br>Essai 9b : hydrocarbures aromatiques polycycliques   | 914,00 €        | 182,80€  | 1096,80 €        |
| 24-227296- SO <sub>2</sub><br>Essai 10b : dioxyde de soufre gazeux     | 669,00 €        | 133,80 € | 802,80 €         |
| 24-227296- NH <sub>3</sub><br>Essai 16b : ammoniac gazeux              | 669,00 €        | 133,80 € | 802,80 €         |

**Tarif (\*) à partir du :**

6<sup>ème</sup> essai

-5%

(\*) Exemple :

Laboratoire choisissant 1 essai : tarif total - 0%.

Laboratoire choisissant 5 essais : tarif total - 0%.

Laboratoire choisissant 6 essais : tarif total - 5%.

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

Les paiements par carte bancaire ne sont pas acceptés.

**5.3. ENGAGEMENTS DE L'INERIS**

L'Ineris s'engage à respecter les exigences de 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 identifiant unique et 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 nécessaire. 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,
- respecter pour chaque paramètre la méthode spécifiée en annexe 1 et complétée 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 réalisés sous format électronique. La responsabilité de l'Ineris ne saurait être engagée en cas de non-réception d'un courriel. Le numéro d'identifiant confidentiel du laboratoire devra être rappelé dans toute correspondance avec le coordonnateur.

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

**6. ANNEXES**

| <b>Annexe n°</b> | <b>Titre</b>  |
|------------------|---|
| 1                | Essai(s) proposé(s)                                       |
| 2                | Organisation générale d'une comparaison interlaboratoires |
| 3                | Traitement statistique et restitution de l'essai          |

## COMPARAISONS INTERLABORATOIRES 24-227296 PROGRAMME 2024

### Annexe n°1

| Essai   | 24-227296 – Pesée<br>(essai 1b)   |            | 24-227296 – HCl<br>(essai 4b)  |
|---|---|------------|--|
| Substances à analyser   | Poussières par gravimétrie ①  |            | HCl  |
| Date de réception   | Semaine 12 et 21  | Semaine 21 | Semaine 21   |
| Normes analytiques  | NF X 44-052, NF EN 13284-1 ou équivalent  |            | NF EN 1911 ou équivalent   |
| Matrices testées / Milieu de prélèvement  | Filtre quartz   | Eau        | Eau  |
| Niveau de concentration   | 1 – 50 mg   |            | 0,1 – 20 mg/L  |
| Flaconnage  | 3 boîtes  | 2 flacons  | 1 flacon de 100 mL en PEHD   |
| Stabilisation   | Non   |            | Non  |
| Réfrigération   | Non   |            | Non  |
| Nombre de mesures par flacon  | 1   |            | 3  |
| Traitement statistique mis en œuvre :<br>Valeur assignée                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528.</li> </ul> |            | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur de dopage si population &lt; 10.</li> </ul>     |
| Traitement statistique mis en œuvre :<br>Ecart type pour l'évaluation de l'aptitude | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste calculé par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528</li> </ul>                                    |            | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur fixée (5%) si population &lt; 10.</li> </ul> |
| Performance   | Score z   |            |  |
| Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais                                       | Oui   |            | Non <sup>1</sup>   |
| Suivi de la stabilité des matériaux d'essais  | Non <sup>1</sup>  |            |  |

1 : annexe 2 § 7

#### Annexe n°1

|   |   |  |
|---|---|--|
| Essai   | 24-227296 – HF<br>(essai 5b)  |  |
| Substances à analyser   | HF et composés fluorés  |  |
| Date de réception   | Semaine 21  |  |
| Norme analytique  | NF X 43-304, NF CEN/TS 17340 ou équivalent  |  |
| Matrices testées / Milieu de prélèvement  | NaOH 0,1N   | Cendres d'incinération boues de station d'épuration  |
| Niveau de concentration   | 0,1 – 10 mg/L   | 0,5 – 10 mg/g  |
| Flaconnage  | 1 flacon de 150 mL en PEHD  | 1 flacon de ~ 1 g  |
| Stabilisation   | Non   | Non  |
| Réfrigération   | Non   | Non  |
| Nombre de mesures par flacon  | 3   | 3  |
| Traitement statistique mis en œuvre :<br>Valeur assignée                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur de dopage si population &lt; 10.</li> </ul>      | Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528       |
| Traitement statistique mis en œuvre :<br>Ecart type pour l'évaluation de l'aptitude | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur fixée (16%) si population &lt; 10.</li> </ul> | Ecart type robuste calculé par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528   |
| Performance   | Score z   | Score z<br>sauf si population < 8 après exclusion des résultats aberrants ou manquants => Valeur indicative                |
| Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais                                       | Non <sup>1</sup>  | oui : Ineris<br>Accréditation n° 1-0157, Essais,<br>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a> |
| Suivi de la stabilité des matériaux d'essais  | Non <sup>1</sup>  |  |

1 : annexe 2 § 7

#### Annexe n°1

| Essai   | 24-227296 – Métaux<br>(essai 6b)  |  |
|---|---|--|
| Substances à analyser   | As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V et Zn   |  |
| Date de réception   | Semaine 21  |  |
| Norme analytique  | NF EN 14385 ou équivalent   |  |
| Matrices testées / Milieu de prélèvement  | HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>   | Cendres d'incinération boues de station d'épuration  |
| Niveau de concentration   | 0,005 – 0,5 mg/L  | 0,1 -10 mg/g   |
| Flaconnage  | 1 flacon de 100 mL en PEHD  | 1 flacon de ~ 1 g  |
| Stabilisation   | Non   | Non  |
| Réfrigération   | Non   | Non  |
| Nombre de mesures par flacon  | 3   | 3  |
| Traitement statistique mis en œuvre.<br>Valeur assignée                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur de dopage si population &lt; 10.</li> </ul>                                | Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528       |
| Traitement statistique mis en œuvre<br>Ecart type pour l'évaluation de l'aptitude | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur fixée (entre 4 et 17% selon le métal) si population &lt; 10.</li> </ul> | Ecart type robuste calculé par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528   |
| Performance :   | Score z   | Score z<br>sauf si population < 8 après exclusion des résultats aberrants ou manquants => Valeur indicative                |
| Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais                                     | Non <sup>1</sup>  | Oui : Ineris<br>Accréditation n° 1-0157, Essais,<br>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a> |
| Suivi de la stabilité des matériaux d'essais                                      | Non <sup>1</sup>  | Non <sup>1</sup>   |

1 : annexe 2 § 7

**Annexe n°1**

| <b>Essai</b>  | <b>24-227296 – HAP<br/>(essai 9b)</b>   |
|---|---|
| <b>Substances à analyser</b>  | <p><b>Hydrocarbures aromatiques polycycliques :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Benzo[a]anthracène,</li> <li>✓ Benzo[k]fluoranthène,</li> <li>✓ Benzo[b]fluoranthène,</li> <li>✓ Benzo[a]pyrène,</li> <li>✓ Dibenzo[a,h]anthracène,</li> <li>✓ Benzo[g,h,i]pérylène,</li> <li>✓ Fluoranthène,</li> <li>✓ indéno[1,2,3 – c,d]pyrène.</li> </ul> |
| <b>Date de réception</b>  | <b>Semaine 21</b>   |
| <b>Norme analytique</b>   | <b>NF X 43-329 ou équivalent</b>  |
| <b>Matrice testée / Milieu de prélèvement</b>   | <b>Poussière de chaudière</b>   |
| <b>Niveau de concentration</b>  | <b>1 à 100 µg/g</b>   |
| <b>Flaconnage</b>   | <b>1 flacon de 1 g</b>  |
| <b>Stabilisation</b>  | <b>Non</b>  |
| <b>Réfrigération</b>  | <b>Non</b>  |
| <b>Nombre de mesures par flacon</b>   | <b>3</b>  |
| <b>Traitement statistique mis en œuvre<br/>Valeur assignée</b>                            | <b>Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants (non compris la mise en œuvre de la méthode ultrasonique) par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528</b>   |
| <b>Traitement statistique mis en œuvre<br/>Ecart type pour l'évaluation de l'aptitude</b> | <b>Ecart type robuste calculé par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528</b>   |
| <b>Performance</b>  | <b>score z</b>  |
| <b>Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais</b>                                      | <b>Oui : Ineris<br/>Accréditation n° 1-0157, Essais,<br/>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a></b>   |
| <b>Suivi de la stabilité des matériaux d'essais</b>                                       | <b>Non<sup>1</sup></b>  |

1 : annexe 2 § 7

### Annexe n°1

| Essai  | 24-227296 – SO <sub>2</sub><br>(essai 10b)   | 24-227296 – NH <sub>3</sub><br>(essai 16b)  |
|--|--|---|
| Substances à analyser                                  | SO <sub>2</sub>  | NH <sub>3</sub>   |
| Date de réception                                      | Semaine 21   | Semaine 21  |
| Normes analytiques                                     | NF EN 14791 ou équivalent  | NF X 43-303, NF EN ISO 21877, ou équivalent   |
| Matrices testées / Milieu de prélèvement               | H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 0,3%   | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,1N   |
| Niveau de concentration                                | 1 – 50 mg/L  | 1 – 50 mg/L   |
| Flaconnage   | 1 flacon de 150 mL en PEHD   | 1 flacon de 100 mL en PEHD  |
| Stabilisation  | Non  | Non   |
| Réfrigération  | Non  | Non   |
| Nombre de mesures par flacon                           | 3  | 3   |
| Traitement statistique mis en œuvre<br>Valeur assignée | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur de dopage si population &lt; 10.</li> </ul>     |   |
| Traitement statistique mis en œuvre                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur fixée (6%) si population &lt; 10.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Ecart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528 pour une population &gt; 10.</li> <li>➤ Valeur fixée (14%) si population &lt; 10.</li> </ul> |
| Performance :  | score z  |   |
| Suivi de l'homogénéité des matériaux d'essais          | Non <sup>1</sup>   |   |
| Suivi de la stabilité des matériaux d'essais           | Non <sup>1</sup>   |   |

1 : annexe 2 § 7

**Annexe n°2 : Organisation générale d'une comparaison interlaboratoires**

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 ; envoi des filtres vierges,
- 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 j+28) et suivi à l'Ineris, le cas échéant, de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais envoyés ;
- saisie des résultats par les participants 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 comparaison interlaboratoires 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 renouvelée.

**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 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, dans le respect des exigences des normes d'analyse. 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 perdu 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> en amont de la date d'envoi des matériaux d'essai.

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

Dès ouverture du colis, le participant :

- contrôlera l'état du colis et informera rapidement l'Ineris de la réception des colis et de leur état par retour de l'accusé de réception IM-0223 dûment rempli par mail.
- mettra immédiatement en œuvre les moyens de conservation appropriés ;

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 s'assurera que les matériaux d'essais sont stables et homogènes en effectuant des essais de répétabilité sur plusieurs échantillons durant la phase d'analyse.

Certains matériaux pourront être dispensés de ce contrôle si des données antérieures ont montré que les procédures de préparation permettent une homogénéité et une stabilité suffisantes. Néanmoins, une comparaison des écarts-types robustes obtenus avec les écarts-types robustes obtenus lors des exercices précédents sera réalisée afin de vérifier l'absence de différence significative imputable à un défaut d'homogénéité.

#### **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 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 à son compte personnel.

Pour certains essais, 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.

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 2 valeurs**

|                            | <b>Données reçues</b> | <b>Données prises en compte</b> |
|----------------------------|-----------------------|---------------------------------|
| <b>1<sup>er</sup> cas</b>  | C, C                  | C, C                            |
| <b>2<sup>ème</sup> cas</b> | C, <LQ                | aucune                          |
| <b>3<sup>ème</sup> cas</b> | <LQ, <LQ              | aucune                          |

**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                          |
| <b>4<sup>ème</sup> cas</b> | <LQ, <LQ, <LQ         | aucune                          |

## Annexe n° 3 : Traitement statistique et restitution de l'essai

**1. Traitement statistique**

Le traitement statistique des résultats répond à la norme NF EN ISO/CEI 17043 et au document LAB CIL REF 02 du COFRAC. 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 comparaisons interlaboratoires »,
- 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.**

Néanmoins, dans le cas d'une taille de population insuffisante (<10), la valeur assignée peut être fixée comme par exemple étant égale à la valeur de dopage.

L'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude  $\sigma_{pt}$  choisi est égal à l'écart-type robuste  $s^*$ . Il 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 ou lorsque la taille de population est insuffisante (<10),  $\sigma_{pt}$  pourra être fixé.

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 en deux temps :

- Diffusion d'un rapport préliminaire, un mois après la date de clôture de la saisie des résultats en ligne. Ce rapport rassemblera les résultats bruts de l'ensemble des participants, la moyenne, l'écart-type de répétabilité, le coefficient de variation de répétabilité, la performance de chaque participant, pour chaque paramètre et chaque matériau d'essai. A ce stade, **aucune analyse fine des données n'est réalisée**. Ce rapport préliminaire permettra aux participants d'avoir un premier retour des résultats de l'essai.
- Diffusion du rapport d'essai final, trois mois après l'envoi du rapport préliminaire. Les informations fournies sont de plusieurs natures et concernent pour chaque matériau d'essai :
  - Les données brutes,
  - 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,
  - Les statistiques de cohérence de Mandel k (variabilité intralaboratoire) si pertinent,
  - Des avis et des interprétations générales et individuelles.

Le rapport d'essai final est à **diffusion restreinte**. Il sera accessible sous format numérique :

- au comité de pilotage des CIL,
- aux participants.

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