



**COMPARAISONS INTERLABORATOIRES**  
**ANNEE 2017**

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

**Acide chlorhydrique, acide fluorhydrique,  
ammoniac, dioxyde de soufre, métaux,  
mercure et HAP.**

DRC-16-164060-11105A

24/01/2017

**Organisateur : INERIS – DRC**

Fonction	Prénom et Nom	Coordonnées	
		email	téléphone
Responsable de l'Unité « Emissions »	Jean Poulleau	jean.poulleau@ineris.fr	03 44 55 65 35
Ingénieur à l'Unité « Ressources analytiques »	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 ☒ +33 (0)3.44.55.66.99 Internet : [www.ineris.fr](http://www.ineris.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. Mercure .....	5
3.2. Acide chlorhydrique .....	6
3.3. Acide fluorhydrique .....	6
3.3.1. Phase gazeuse .....	6
3.3.2. Phase particulaire .....	6
3.4. Métaux .....	6
3.4.1. Phase gazeuse .....	6
3.4.2. Phase particulaire .....	6
3.5. Hydrocarbures aromatiques polycycliques .....	6
3.6. Dioxyde de soufre .....	7
3.7. Ammoniac .....	7
<b>4. PERSONNES CONCERNEES .....</b>	<b>7</b>
<b>5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES .....</b>	<b>7</b>
5.1. Modalités d'inscription .....	7
5.2. Engagements de l'INERIS .....	8
5.3. Engagements des participants .....	8
5.4. Communication .....	8
<b>6. ANNEXES .....</b>	<b>9</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 de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie (MEDDE), a décidé d'organiser des exercices 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 une comparaison interlaboratoire (CIL).

Il contient :

- les modalités de participation
- la description de l'exercice interlaboratoire pour l'année 2017 ;

## 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.

## 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 **agréments 3b, 4b, 5b, 6b, 9b, 10b, 16b**, de l'arrêté du 11 mars 2010 du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie « 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 couvert de l'accréditation (accréditation n°1-2291 – portée disponible sur [www.cofrac.fr](http://www.cofrac.fr)).

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

- ✓ Le mercure (Hg) gazeux,
- ✓ 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) particulaires :

- 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. MERCURE

L'INERIS propose de réaliser les essais sur le mercure dans les deux solutions d'absorption suivantes HNO<sub>3</sub> / K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> / KMnO<sub>4</sub> en fonction des pratiques des laboratoires participants. Chaque participant devra donc indiquer son choix sur le bulletin d'inscription joint à ce document.

Les solutions d'absorption seront préparées selon les préconisations de la norme NF EN 13211 et soumises à des effluents gazeux générés par la combustion d'un matériau. Un seul niveau de concentration sera étudié.

Ces solutions devront être analysées dans un délai de 15 jours suivant la date de préparation de ces solutions.

**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 X 43-304 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'Unité d'Incinération d'Ordures Ménagères (UIOM).

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 usine de fabrication de verrerie.

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

**3.5. HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES**

Les HAP seront analysés 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 à l'échantillon.



**Il est déconseillé de mettre en œuvre une extraction par ultrason. Les résultats obtenus après ce type d'extraction seront écartés du jeu de données utilisé pour le calcul des valeurs assignées.**

### 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 X 43-303 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 :

- 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'arrêté du 7 juillet 2009 relatif aux modalités d'analyse dans l'air et dans l'eau dans les ICPE et aux normes de référence.

## 5. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES

### 5.1. MODALITES D'INSCRIPTION

Le participant confirmera sa participation à l'INERIS avant le

**21 avril 2017**

en renvoyant le formulaire d'inscription IM-1542 dûment rempli, accompagné d'une commande et du paiement des frais de participation pour le(s) programme(s).

**Attention, le formulaire d'inscription seul ne vaut pas pour bon de commande.**

Durant la phase d'inscription, le laboratoire précisera sans ambiguïté :

- ◆ l'adresse postale pour l'envoi des documents administratifs et
- ◆ l'adresse de livraison des matériaux d'essais.

A l'issue de la clôture des inscriptions, l'INERIS attribue un code confidentiel, un identifiant et un mot de passe par participant. Quinze jours maximums après la date de clôture des inscriptions, une confirmation est envoyée aux participants par courrier via l'imprimé IM-1063 « Confirmation d'inscription ». Le code confidentiel devra être rappelé dans toute correspondance avec le coordonnateur.

### 5.2. ENGAGEMENTS DE L'INERIS

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

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

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

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

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

### 5.3. ENGAGEMENTS DES PARTICIPANTS

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

- ◆ renseigner et restituer l'accusé de 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.

### 5.4. 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 aux CIL INERIS <http://www.ineris.fr/cil/>.



**6. ANNEXES**

<b>Annexe n°</b>	<b>Titre</b>
1	Description du programme
2	Organisation générale d'une comparaison interlaboratoire
3	Traitement statistique et restitution de l'essai

#### Annexe n°1

Essai	3b	4b
Substances à analyser	Hg	HCl
Date de réception	Semaine 20	Semaine 20
Normes analytiques	NF EN 13211 ou équivalent	NF EN 1911 ou équivalent
Matrices testées / Milieu de prélèvement	HNO <sub>3</sub> / K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> et/ou H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> / KMnO <sub>4</sub>	Eau
Niveau de concentration	1 – 50 µg/L	1 – 20 mg/L
Flaconnage	1 flacon de 100 mL en verre	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	Valeur assignée : Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528	
	Performance : Score z	
Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais	INERIS Accréditation n° 1-0157, Essais, Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a>	

#### Annexe n°1

<b>Essai</b>	<b>5b</b>	
<b>Substances à analyser</b>	<b>HF et composés fluorés</b>	
<b>Date de réception</b>	<b>Semaine 20</b>	
<b>Norme analytique</b>	<b>NF X 43-304 ou équivalent</b>	
<b>Matrices testées / Milieu de prélèvement</b>	<b>NaOH 0,1N</b>	<b>Poussières de verrerie</b>
<b>Niveau de concentration</b>	<b>1 – 20 mg/L</b>	<b>1 – 20 mg/g</b>
<b>Flaconnage</b>	<b>1 flacon de 150 mL en PEHD</b>	<b>1 flacon de ~ 1 g</b>
<b>Stabilisation</b>	<b>Non</b>	<b>Non</b>
<b>Réfrigération</b>	<b>Non</b>	<b>Non</b>
<b>Nombre de mesures par flacon</b>	<b>3</b>	<b>3</b>
<b>Traitement statistique mis en œuvre</b>	<b>Valeur assignée :</b> <b>Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528</b>	
	<b>Performance :</b> <b>Score z</b>	
<b>Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais</b>	<b>INERIS</b> <b>Accréditation n° 1-0157, Essais,</b> <b>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a></b>	

**Annexe n°1**

<b>Essai</b>	<b>6b</b>	
<b>Substances à analyser</b>	<b>As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V et Zn</b>	
<b>Date de réception</b>	<b>Semaine 20</b>	
<b>Norme analytique</b>	<b>NF EN 14385 ou équivalent</b>	
<b>Matrices testées / Milieu de prélèvement</b>	<b>HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	<b>Poussières d'UIOM</b>
<b>Niveau de concentration</b>	<b>0,005 – 0,5 mg/L</b>	<b>0,1 – 40 mg/g</b>
<b>Flaconnage</b>	<b>1 flacon de 100 mL en PEHD</b>	<b>1 flacon de ~ 1 g</b>
<b>Stabilisation</b>	<b>Non</b>	<b>Non</b>
<b>Réfrigération</b>	<b>Non</b>	<b>Non</b>
<b>Nombre de mesures par flacon</b>	<b>3</b>	<b>3</b>
<b>Traitement statistique mis en œuvre</b>	<b>Valeur assignée :</b> <b>Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528</b>	
	<b>Performance :</b> <b>Score z</b>	
<b>Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais</b>	<b>INERIS</b> <b>Accréditation n° 1-0157, Essais,</b> <b>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a></b>	

**Annexe n°1**

Essai	9b
Substances à analyser	<p>Hydrocarbures aromatiques polycycliques :</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>
Date de réception	Semaine 20
Norme analytique	NF X 43-329 ou équivalent
Matrice testée / Milieu de prélèvement	Poussière de chaudière
Niveau de concentration	<i>Information non disponible</i>
Flaconnage	1 flacon de 1 g
Stabilisation	Non
Réfrigération	Non
Nombre de mesures par flacon	3
Traitement statistique mis en œuvre	<p>Valeur assignée :</p> <p>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</p>
	<p>Performance :</p> <p>score z</p>
Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais	<p>INERIS</p> <p>Accréditation n° 1-0157, Essais,</p> <p>Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a></p>

#### Annexe n°1

Essai	10b	16b
Substances à analyser	SO <sub>2</sub>	NH <sub>3</sub>
Date de réception	Semaine 20	Semaine 20
Normes analytiques	NF EN 14791 ou équivalent	NF X 43-303 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	<b>Valeur assignée :</b> Moyenne robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme ISO 13528	
	<b>Performance :</b> score z	
Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais	INERIS Accréditation n° 1-0157, Essais, Portée disponible sur <a href="http://www.cofrac.fr">www.cofrac.fr</a>	

**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 ;
- ◆ 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  $j+15$  ou  $j+1$  à  $j+28$  selon les paramètres); et suivi à l'INERIS de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais envoyés ;
- ◆ saisie des résultats par les participants sur le site informatique <http://www.ineris.fr/cil/> ;
- ◆ 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 et le formulaire d'inscription IM-1542.

**3. Inscription des participants**

L'INERIS réceptionne les formulaires d'inscription, attribue à chaque participant un code confidentiel, un identifiant et un mot de passe et confirme l'inscription de chaque participant par courrier en lui communiquant son code confidentiel, son identifiant et son mot de passe via l'imprimé IM-1063.

Le formulaire de consignes IM1541 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 pourra également être mis en ligne sur le site internet <http://www.ineris.fr/cil/>

**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 <http://www.ineris.fr/cil>.

### 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 de réception IM-0223 ;
- ◆ contrôlera l'état du colis ainsi que sa composition et inscrira ses résultats sur l'accusé de 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 de réception dûment rempli par fax ou mail.

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

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

Des contrôles sur les matériaux d'essais envoyés seront réalisés pendant la phase d'analyse par les participants. L'INERIS 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, soit un minimum 10 analyses effectuées sur les substances représentatives de chaque famille.

### 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 <http://www.ineris.fr/cil>. Pour cette saisie en ligne, le participant devra se munir de son code confidentiel, son identifiant et son mot de passe. L'ensemble de ces codes figure dans la confirmation d'inscription IM-1063.

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 3 valeurs**

	<b>Données reçues</b>	<b>Données prises en compte</b>
<b>1er cas</b>	C, C, <LQ	C, C
<b>2ème cas</b>	C, <LQ, <LQ	aucune
<b>3ème 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 détermination des valeurs assignées dépend du type de matériaux d'essais mis en œuvre :

- ◆ Lorsque des matériaux d'essais préparés à partir de matrices réelles représentatives de l'environnement sont mis en œuvre lors de l'essai, 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 (valeur de référence), les intervalles de confiance et les statistiques de performance ne sont pas affectés par le jugement de l'analyste des données. **Les résultats des participants sont traités en toute impartialité et transparence.**

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).

- ◆ Lorsque des matériaux d'essais de type matériau certifié (solution étalon certifiée, extrait certifié) sont mis en œuvre lors de l'essai, la valeur assignée reposera sur la valeur de référence du matériau certifié utilisé. Dans ce cadre-là, le participant devra restituer son incertitude type sur le résultat en respectant le facteur d'élargissement mentionné dans le formulaire de consignes IM-1541 afin d'évaluer la performance des laboratoires au moyen du score zéta.

L'évaluation de la performance dépendra du type de matériaux d'essais mis en œuvre :

- ◆ Lorsque des matériaux d'essais préparés à partir de matrices réelles représentatives de l'environnement sont mis en œuvre lors de l'essai, l'évaluation de la performance sera réalisée à l'aide du score z. Ainsi chaque participant pourra se positionner par rapport à la valeur de référence.
- ◆ Lorsque des matériaux d'essais de type matériau certifié (solution étalon certifiée, extrait certifié) sont mis en œuvre lors de l'essai, l'évaluation de la performance sera réalisée à l'aide du score zéta et du score z. L'objectif du score zéta est de comparer la performance du laboratoire par rapport à la valeur assignée, en tenant compte de l'incertitude associée à son résultat d'analyse, au lieu de tenir compte de l'incertitude de l'ensemble des participants.

En cas d'écart significatif entre le score z et le score zêta, le participant examinera sa procédure d'essai, étape par étape, afin de s'interroger sur le budget d'incertitude qu'il a évalué dans sa procédure.

La recherche des valeurs suspectes ou aberrantes des participants (même si le traitement des données par application de statistiques robustes n'exige pas de repérer au préalable les valeurs suspectes par des tests statistiques), sera réalisée en utilisant les tests de Cochran, de Grubbs et de cohérence afin que les participants et l'organisateur, dans une démarche d'amélioration, tirent profit d'une recherche des causes ayant conduit à l'obtention de ces valeurs.

## **2. Restitution de l'essai**

La restitution de l'essai sera réalisée en deux temps :

- ◆ Envoi d'un rapport d'essai provisoire, 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 provisoire permettra aux participants d'avoir un premier retour des résultats de l'essai.
- ◆ Envoi du rapport d'essai final, trois mois après l'envoi du rapport d'essai provisoire. Les informations fournies sont de plusieurs natures et concernent pour chaque matériau d'essai :
  - Les valeurs écartées du jeu de données,
  - Les résultats bruts : moyenne et écart-types avant traitement statistique,
  - La moyenne et les écart-types de référence 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, score zêta),
  - L'évaluation de la performance score zêta (cas des matériaux certifiés),
  - Les résultats du test de Cochran (variabilité intralaboratoire) et du test de Grubbs (justesse) si pertinent,
  - Les statistiques de cohérence de Mandel h (justesse) et k (variabilité intralaboratoire) si pertinent,
  - Des avis et des interprétations générales et individuelles.

Le rapport d'essai final est à **diffusion restreinte**. Il sera envoyé 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.

Une réunion avec les participants pourra être organisée afin de présenter les résultats des essais et permettre l'échange d'informations.