INERIS	COMPARAISONS INTERLABORATOIRES PROGRAMME ANNUEL« 2016 »

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

COMPARAISONS INTERLABORATOIRES
ANNEE *2016*

« Eaux »
« IHV »

« DRC-16-158735-03428A / 11 avril 2016 »

Organisateur : INERIS – DRC

Fonction	Prénom et Nom	Coordonnées		
		adresse	email	téléphone
Coordonnateur	Nathalie Marescaux	**INERIS** Parc technologique Alata – BP 2- F-60550 Verneuil-en-Halatte	Nathalie.marescaux@ineris.fr	03.44.55.69.66

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

Accréditation n°1-2291, Comparaisons Interlaboratoires

Portée disponible sur www.cofrac.fr/

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

TABLE DES MATIERES

1. CONTEXTE 3
2. OBJECTIF 3
3. PERSONNES CONCERNEES 3
4. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES 4
4.1. Modalités d'inscription 4
4.2. Engagements de l'INERIS 4
4.3. Engagements des participants 4
4.4. Communication 5
5. ANNEXES 6

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

INERIS	COMPARAISONS INTERLABORATOIRES PROGRAMME ANNUEL« 2016 »

1. CONTEXTE

Une comparaison interlaboratoire sur l'« Indice Hydrocarbure Volatil » IHV est proposé afin de valider le nouveau projet de norme Pr NF T90-124 « Qualité de l'eau : Détermination de l'indice hydrocarbure volatil – Méthode par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête statique ». Ce projet prend en compte la somme des concentrations des composés présents dans l'espace de tête statique donnant une réponse en chromatographie phase gazeuse équipée d'un détection à ionisation de flamme (GC/FID), dans des conditions expérimentales permettant d'obtenir un ratio C_5/123-TMB compris entre 0,7 et 1,3, et dont les temps de rétention sont compris entre ceux du n-pentane et du **1,2,3-triméthylbenzène**.

Ce projet de norme diffère de la version précédente de la norme XPT 90-124 (décembre 2009), sur le composé de bornage supérieur : le n-undécane a été remplacé par le 1,2,3-triméthylbenzène. En effet, la version précédente de la norme prenait en compte la somme des concentrations des composés présents dans l'espace de tête statique donnant une réponse en chromatographie phase gazeuse équipée d'un détection à ionisation de flamme (GC/FID), dans des conditions expérimentales permettant d'obtenir un ratio C_5/C_{11} compris entre 0,7 et 1,3, et dont les temps de rétention sont compris entre ceux du n-pentane et du **n-undécane.**

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

Il contient :

- les modalités de participation
- la description de la CIL pour l'année 2016

2. OBJECTIF

L'objectif de cette comparaison interlaboratoire est de valider la méthode d'analyse de l'indice hydrocarbure volatil décrit dans le projet de norme NF T 90-124.
Dans ce nouveau projet, le composé de bornage n-undécane a été remplacé par le 1,2,3-triméthylbenzène et permettra de mieux comptabiliser les différents composés entrant dans le calcul de l'indice hydrocarbure volatil ou IHV.

3. PERSONNES CONCERNEES

Cet essai **gratuit est** ouvert à tout laboratoire, organisme français ou européen réalisant des mesures dans le domaine de l'eau.
L'effectif escompté est de l'ordre de 30 participants. Si ce nombre devait être dépassé, les organisateurs se réservent la possibilité d'examiner chaque participation en fonction des objectifs affichés ci-dessus. Si un nombre inférieur à 10 participants était constaté, la décision du report ou du maintien de cette campagne sera étudiée par l'organisateur.

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

4. PRESCRIPTIONS TECHNIQUES GENERALES

4.1. MODALITES D'INSCRIPTION

Le participant confirmera sa participation à l'INERIS avant le **20 mai 2016** en :

- renvoyant à l'INERIS le formulaire d'inscription IM-1542 dûment rempli à l'adresse indiquée sur le formulaire d'inscription.

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 attribuera un code confidentiel, un identifiant et un mot de passe par participant. Quinze jours maximum après la date de clôture des inscriptions, une confirmation sera 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.

4.2. ENGAGEMENTS DE L'INERIS

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

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

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

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

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

4.3. 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 de cet engagement, l'INERIS se réserve le droit de ne pas prendre en compte les données du participant concerné et engagera les actions appropriées.

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

- 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.

4.4. 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/.**

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

5. ANNEXES

Annexe n°	Titre	Pages
1	Descriptif de la CIL « IHV » 2016	1
2	Organisation générale d'une comparaison interlaboratoire	3
3	Traitement statistique et restitution de l'essai	2

Annexe n°1 : Description de la CIL « IHV » 2016

Famille	IHV	
Substances	IHV : Somme des concentrations des composés présents dans l'espace de tête statique dont les temps de rétention sont compris entre ceux du n-pentane et du 1,2,3-triméthylbenzène	
Date de réception	14 septembre 2016	
Normes analytiques	Projet NF T 90 124 « Qualité de l'eau : Détermination de l'indice hydrocarbure volatil – Méthode par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête statique »	
Assurance Qualité	Une copie papier des chromatogrammes du blanc et du point bas de la gamme d'étalonnage est à envoyer à l'INERIS. Il est demandé de restituer ces chromatogrammes de façon confidentielle. Préciser uniquement sur les chromatogrammes le numéro d'identification attribué pour cette comparaison lors de votre inscription.	
Matrices testées	1 eau de distribution 1 eau naturelle 1 1 eau naturelle 2 1 eau résiduaire 1 1 eau résiduaire 2 contenant environ 500 mg/L de MES	
Niveau de concentration	1 seul niveau par matrice	
Flaconnage	**Matrices testées**	2 flacons identiques en verre ambré d'environ 120 ml avec septum pour chacune des matrices testées.
Stabilisation	Aucune	
Réfrigération	Oui	
Nombre de mesures par flacon	2 mesures par flacon : eau de distribution, eau naturelle C1, eau naturelle C2, eau résiduaire C1, eau résiduaire C2 contenant environ 500 mg/l de MES	
Traitement statistique mis en œuvre	**Valeur assignée**	<u>Eau de distribution, eaux naturelles, eaux résiduaires :</u> • Moyenne robuste et écart type robuste de l'ensemble des résultats des participants par application de l'algorithme A de la norme NF ISO 13528
	Performance	<u>Eau de distribution, eaux de surfaces, eaux résiduaires :</u> Score z
Suivi de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais	**Organisme**	INERIS

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

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 +XX) ; et suivi à l'INERIS de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux d'essais envoyés ;
- saisie des résultats par les participants (j=+XX max) 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 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 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 à l'envoi des matériaux d'essai, afin de les informer des consignes (substances à doser, moyens de conservation mis en œuvre, type de flaconnages utilisés 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 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 terme de stabilité et d'homogénéité.

L'envoi des matériaux d'essais est réalisé en emballage perdu par l'INERIS.

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

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 réception IM-0223 ;
- contrôlera l'état du colis ainsi que sa composition et inscrira ses résultats sur l'accusé réception IM-0223 ;
- mettra immédiatement en œuvre les moyens de conservation appropriés ;
- informera rapidement l'INERIS de la réception des colis et de leur état par retour de l'accusé réception dûment rempli par fax ou mail.

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

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

Des contrôles sur les matériaux d'essais envoyés seront réalisés pendant la phase d'analyse par les participants. L'INERIS 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 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.

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

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 :

En cas de restitution de 4 valeurs

	Données reçues	Données prises en compte
1er cas	C, C, C, <LQ	C, C, C
2ème cas	C, C, <LQ, <LQ	C, C
3ème cas	C, <LQ, C, <LQ	C, C
4ème cas	C, <LQ, <LQ, <LQ	/

En cas de restitution de 2 valeurs

	Données reçues	Données prises en compte
1er cas	C, <LQ	/
2ème cas	<LQ, <LQ	/

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

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 le LAB CIL REF 02 du COFRAC. Il est effectué par l'INERIS conformément aux prescriptions :

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

La détermination des valeurs assignées 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, 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 $\hat{\sigma}$ choisi sera 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.
- 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.

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

Ce document ne peut être communiqué à des tiers sans autorisation écrite du responsable de l'Entité concernée

2. Restitution de l'essai

La restitution de l'essai pourra être 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.

Le rapport d'essai provisoire sera envoyé uniquement aux participants.

- 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 résultats bruts ;
  - les valeurs écartées du jeu de données ;
  - moyenne et écart-type de répétabilité pour chaque laboratoire ;
  - les descripteurs avant et après traitement statistique ;
  - la courbe de répartition de la moyenne et de l'écart type de répétabilité de l'ensemble des participants ;
  - un histogramme reportant sur un même graphe la performance des laboratoires (score z) ;
  - l'évaluation de la performance score z ;
  - les résultats des tests de Cochran de Grubbs ou les statistiques de cohérence de Mandel, le cas échéant ;
  - des avis et des interprétations générales et individuelles.

Le rapport d'essai final est **public.** Il sera envoyé :

- aux participants,
- à l'Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques (ONEMA),
- à l'AFNOR

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.