

ANNEXE 1

Documents envoyés aux participants de l'essai inter-laboratoire

ESSAIS INTER-LABORATOIRES

BTEX PAR TUBES PASSIFS

1. CONTEXTE

Dans le cadre des travaux LCSQA 2005, l'INERIS organise une campagne intercomparaison BTEX par tubes passifs.

Le programme établi en concertation avec l'EMD à été présenté aux membres du GT benzène (4 juillet 2005) puis validé à la suite de quelques modifications telles que la durée de prélèvement et l'ajout du tube radiello code 130 dans les essais. Le nombre de tubes par essai à été réduit à 5 tubes plus un blanc en raison de la capacité limitée de la chambre d'exposition.

Les objectifs de cet exercice sont multiples et croisés. On peut citer entre autres, la comparaison des performances analytiques des AASQA opérationnelles sur la mesure du benzène, l'évaluation de l'influence du conditionnement des systèmes de prélèvement, l'évaluation de l'influence de la durée de prélèvement sur la vitesse de prélèvement et la comparaison des performances de différents systèmes de prélèvement.

2. PARTICIPANTS ET TYPE DE TUBE UTILISE

La liste finale des participants à l'essai est la suivante :

- Airmaraix - Radiello code 145 (a donner son accord de principe lors du GT)
- Airparif - Radiello code 145
- Laboratoire interrégional de chimie du Grand Est- Radiello code 145
- Atmo-picardie - PE Carbopack B
- EMD - Radiello code 145
- Fondation Salvatore Maugeri (FSM) - Radiello code 145 et code 130
- INERIS - PE Carbopack B
- LUWG - PE chromosorb 106
- UMEG - ORSA
- NPL - PE Carbopack B

Les laboratoires UMEG, NPL, LUWG participeront uniquement à l'essai portant sur la comparaison de différents systèmes de prélèvement sur site. La Fondation salvatore Maugeri utilisera des tubes codes 130 en chambre d'exposition et les deux types de tubes (code 130 et code 145) sur site.

3. PROGRAMME DE L'ESSAI

3.1. Programme de l'essai

Les essais seront réalisés sur des tubes dopés, des tubes exposés en chambre d'exposition et des tubes exposés sur site.

➤ Tubes dopés

Chaque participant recevra un lot de 5 tubes dopés (plus un blanc) préalablement conditionné et vérifié par l'INERIS.

➤ Tubes exposés en chambre d'exposition

Chaque participant recevra un lot de 5 tubes exposés 7 jours (plus un blanc) et un autre lot de 5 tubes exposés 14 jours (plus un blanc). Les tubes et les corps diffusifs seront préalablement conditionnés et vérifiés par l'INERIS.

➤ Tubes exposés sur le site Clémenceau de l'ASPA

Chaque participant recevra deux lots de 5 tubes exposés 14 jours (plus un blanc par lot). Les tubes et les corps diffusifs du premier lot seront conditionnés et vérifiés par l'INERIS. Le deuxième lot correspond aux tubes et corps diffusifs conditionnés par chaque participant.

4. PRESCRIPTION TECHNIQUES GENERALES – ESSAIS INTERCOMPARAISON

4.1. Inscription à l'essai inter comparaison

Le laboratoire doit s'inscrire pour cet essai avant le **5 septembre 2005** en renvoyant à l'INERIS le formulaire d'inscription joint dûment rempli à :

INERIS

A l'attention de Yoann Fagault

Parc Technologique ALATA

B.P.2

60550 VERNEUIL-EN-HALATTE

☎ : 03 44 55 69 47

Fax : 03 44 55 63 02

A réception de l'inscription, l'INERIS répond par courrier précisant la prise en compte de la participation du laboratoire à cet essai d'inter comparaison, et affecte au laboratoire un code confidentiel pour cette campagne. Ce code confidentiel devra être indiqué dans toute correspondance et particulièrement lors de l'envoi du formulaire de résultats à l'INERIS.

Le code confidentiel du laboratoire ne sera connu que d'un nombre restreint de personnes collaborant à la coordination de l'essai d'inter comparaison afin de préserver la confidentialité de l'identité de chaque participant.

4.2. Chronologie de l'essai

Semaine 36 : Expédition par chaque participant de 6 systèmes de prélèvement conditionnés (tubes et corps diffusifs ou têtes de prélèvement suivant le type de tube utilisé) à :

ASPA

A l'attention de Yannick Sander

5, rue de Madrid

67300 Schiltigheim

☎ : 03 88 19 27 75

Fax : 03 88 19 26 67

Semaine 40: Expédition des tubes dopés, exposés en chambre d'exposition et sur site à chaque participant. A réception des colis, le laboratoire mettra immédiatement en œuvre des moyens de conservation appropriés.

Chaque participant recevra en outre, un formulaire de résultat et un accusé de réception qu'il devra renvoyer dûment rempli dès réception du colis à l'INERIS (à l'attention de Yoann Fagault).

Semaine 40 à 43: Phase d'analyse des tubes par chaque participant et rendu des résultats par courrier à l'INERIS (à l'attention de Yoann Fagault).

Chaque participant analysera les tubes en appliquant les méthodes employées en routine et veillera à remplir le formulaire de résultats en respectant l'expression en terme d'unité et nombre de chiffres significatifs.

BTX INTERCOMPARISON BY PASSIVE SAMPLING

1. CONTEXT

In the framework of LCSQA (the central air quality monitoring laboratory) 2005 program, INERIS organises a BTEX intercomparison by passive sampling.

This intercomparison exercise is multi-purposes. It aimed to compare the performance of the AASQA (the french air quality monitoring association) operational on the benzene measurement, to evaluate the influence of the Radiello diffusive bodies conditioning and sampling time on the sampling rate, and to compare the performance of different passive sampling systems.

2. PARTICIPANT AND TUBE DESCRIPTION

The following laboratories are involved in this intercomparison exercise:

- Airmaraix - Radiello code 145 (to be confirmed)
- Airparif - Radiello code 145
- ASPA - Radiello code 145
- Atmo-picardie - PE Carbopack B
- EMD - Radiello code 145
- Fondation Salvatore Maugeri (FSM) - Radiello code 145 et code 130
- INERIS - PE Carbopack B
- LUWG - PE chromosorb 106
- UMEG - ORSA
- NPL (to be confirmed)

The laboratories UMEG, NPL and LUWG will participate to the trial aiming to compare different passive sampling devices exposed on site. The laboratory FSM will use Radiello (code 130) in the exposure chamber and both thermally (code 145) and solvent desorbed (code 130) Radiello samplers in the on site exposure trial.

3. PROGRAM OF THE INTERCOMPARISON EXERCISE

Each participant will be asked to analyse spiked tubes, tubes exposed in a controlled atmosphere chamber and tubes exposed at a network site.

➤ Spiked tubes

Each participant will receive a set of 6 tubes (five tubes spiked and one blank) conditioned and verified before spiking.

➤ Tubes exposed in the test chamber

Each participant will receive 2 sets of 5 tubes exposed in the controlled atmosphere chamber at INERIS (plus one blank). One set will be exposed 7 days and the other 14 days.

The tubes will be conditioned and verified before spiking. Brand new Radiello diffusive bodies will be used.

➤ Tubes exposed at a network site

Each participant will receive 2 sets of 5 tubes exposed 14 days (plus one blank for each set). Tubes, sampling head (PE) and brand new diffusive bodies (Radiello) of the first set will be provided by INERIS.

Tubes, sampling head (PE) and brand new diffusive bodies (Radiello) of the second set will be provided by each participant.

Both sets of diffusive samplers will be exposed by the air quality association 'ASPA' at the air quality network site 'Clémenceau'.

4. GENERAL TECHNICAL REQUIREMENT

4.1. Registration at the intercomparison exercise

Interested laboratories are asked to reply to this e-mail (Yoann.fagault@ineris.fr) before the 5 of September 2005 and add the following information:

Name of the laboratory:

Details of the contact person (e-mail, telephone and fax number)

4.2. Schedule of the intercomparison exercise

Week 36 : Each participant is asked to send a set of 6 sampling devices (tubes, diffusive bodies or sampling head depending on the type of sampler used) at:

ASPA

A l'attention de Yannick Sander

5, rue de Madrid

67300 Schiltigheim

☎ : 03 88 19 27 75

Fax : 03 88 19 26 67

Week 40: Spiked and exposed tubes will be send at each participant. At reception of the tubes, each laboratory is asked to take the appropriate storage action. Each participant will also receive a results form and an acknowledgement of receipt that should be send back to:

INERIS (Mr Yoann FAGAULT)
Parc Technologique ALATA
F-60550 Verneuil en Halatte

Week 40 to 43: Each participant will be asked to analyse the tubes within a period of 3 weeks after reception of the parcel. Tubes will be analysed using analytical procedure routinely used by each laboratory. Results should be send back to Yoann Fagault using the results form provided.

FORMULAIRE D'INSCRIPTION ESSAIS INTER-COMPARAISONS – BTX PAR TUBES PASSIFS

Raison sociale :

.....

☎ Fax :

mel :

Affaire suivie par :

Nom.....Fonction.....

Adresse de correspondance

Formulaire à retourner à :

INERIS
B.P.2
Parc Technologique ALATA
60550 VERNEUIL-EN-HALATTE
A l'attention de : Yoann FAGAULT
☎ : 03 44 55 69 47
Fax : 03 44 55 63 02
Mel : yoann.fagault@ineris.fr

Acceptation

A....., le.....

Signature :

Nom :

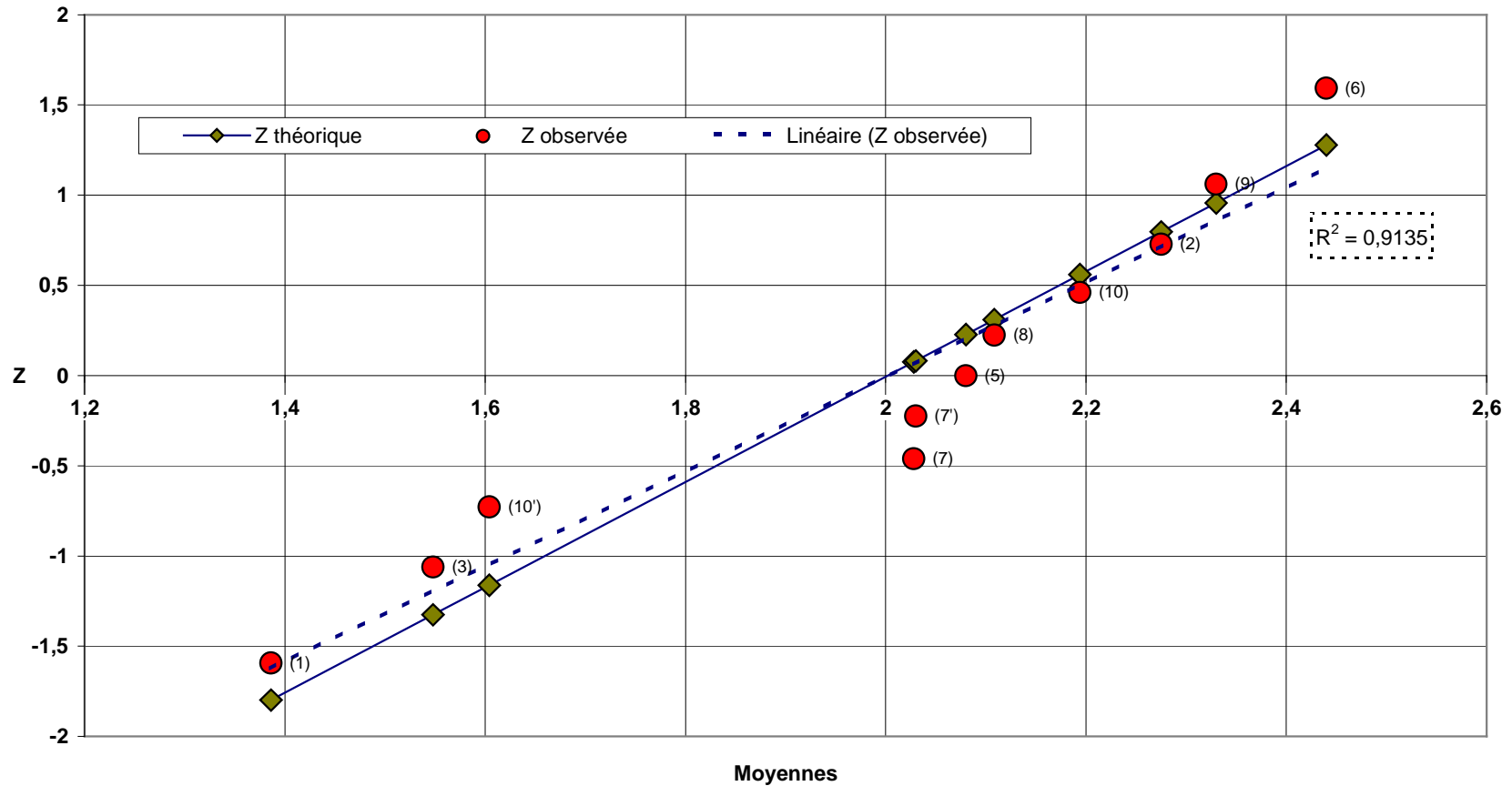
INTER-COMPARAISON BTEX FORMULAIRE DES RESULTATS

1.1.1. Tubes dopés par injection liquide	1.1.2. N°identification du laboratoire :						
Paramètres En ng 2 décimale	Résultats des 5 tubes					<i>Dates analyse</i>	
	X1	X2	X3	X4	Moyenne Xn	Début	Fin
1.1.3.BENZENE							
TOLUENE							
ETHYLBENZENE							
M,P-XYLENE							
O-XYLENE							

ANNEXE 2

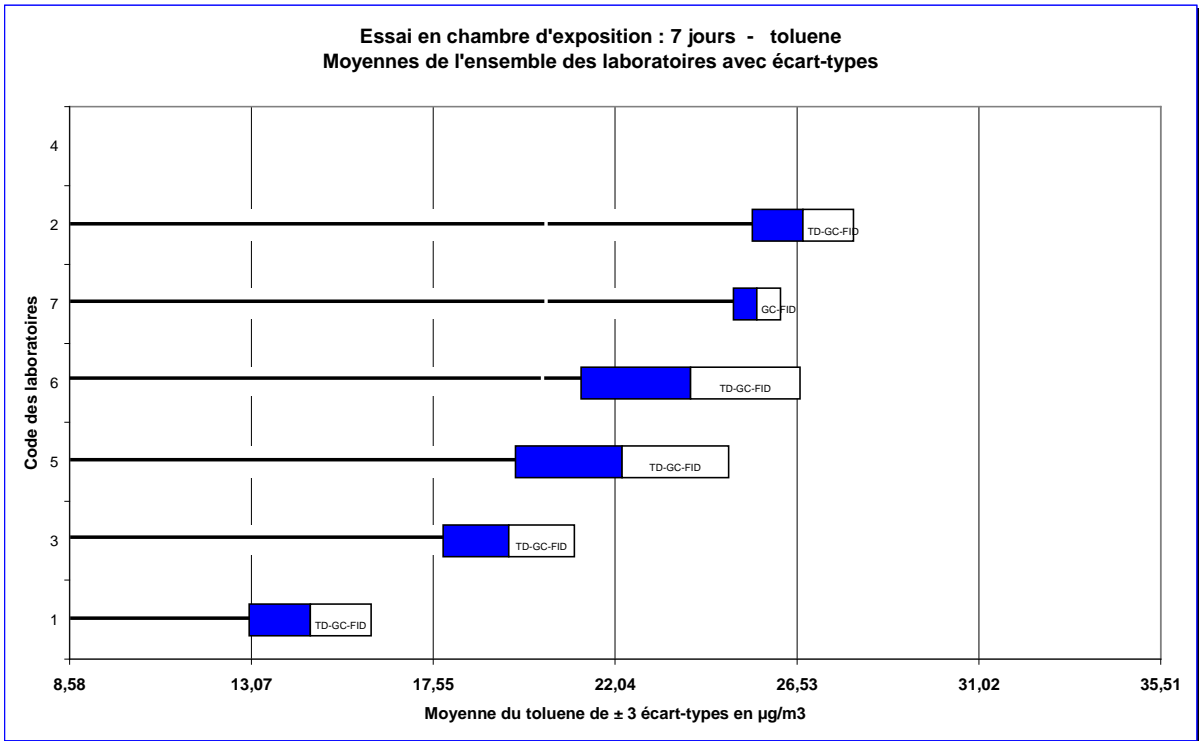
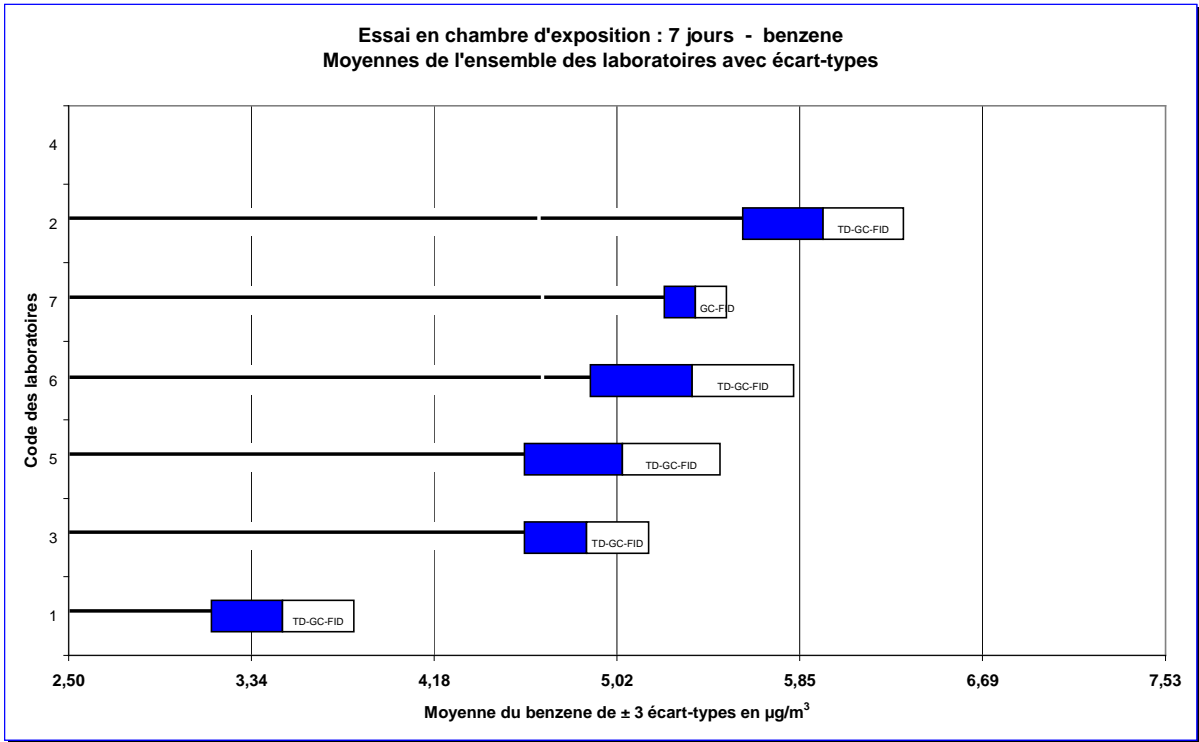
Droite de Henry pour le benzène lors de l'essai réalisé sur site

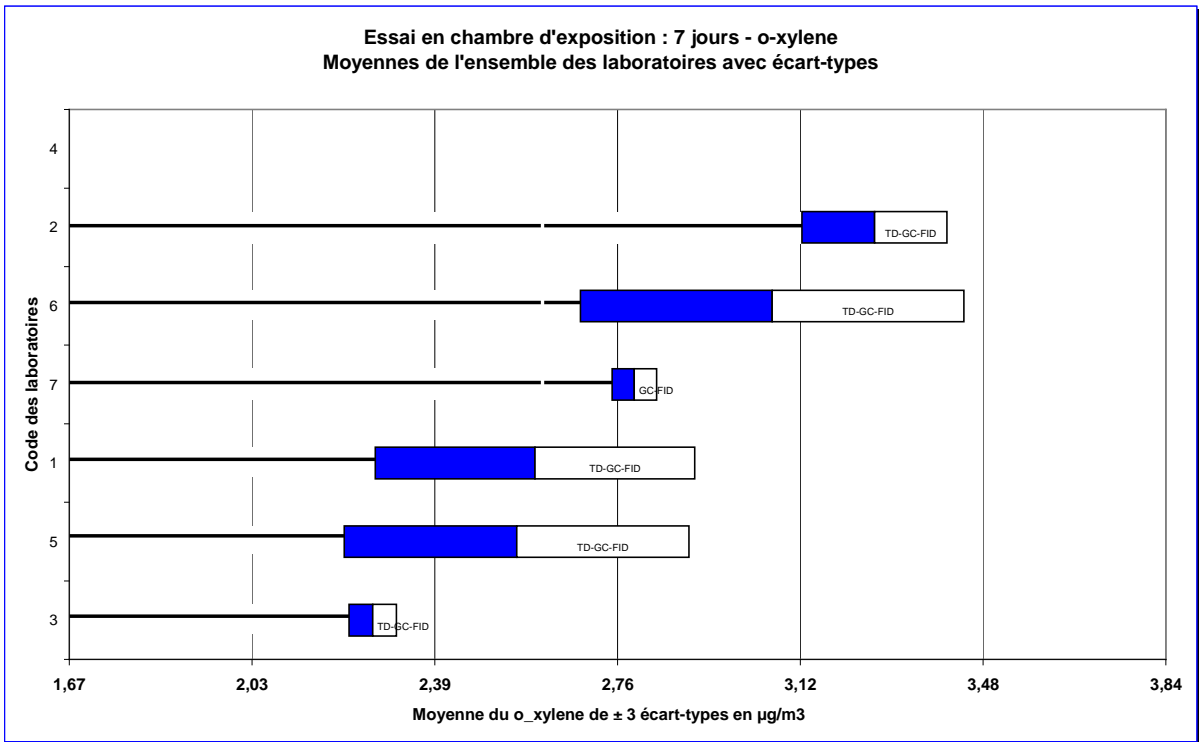
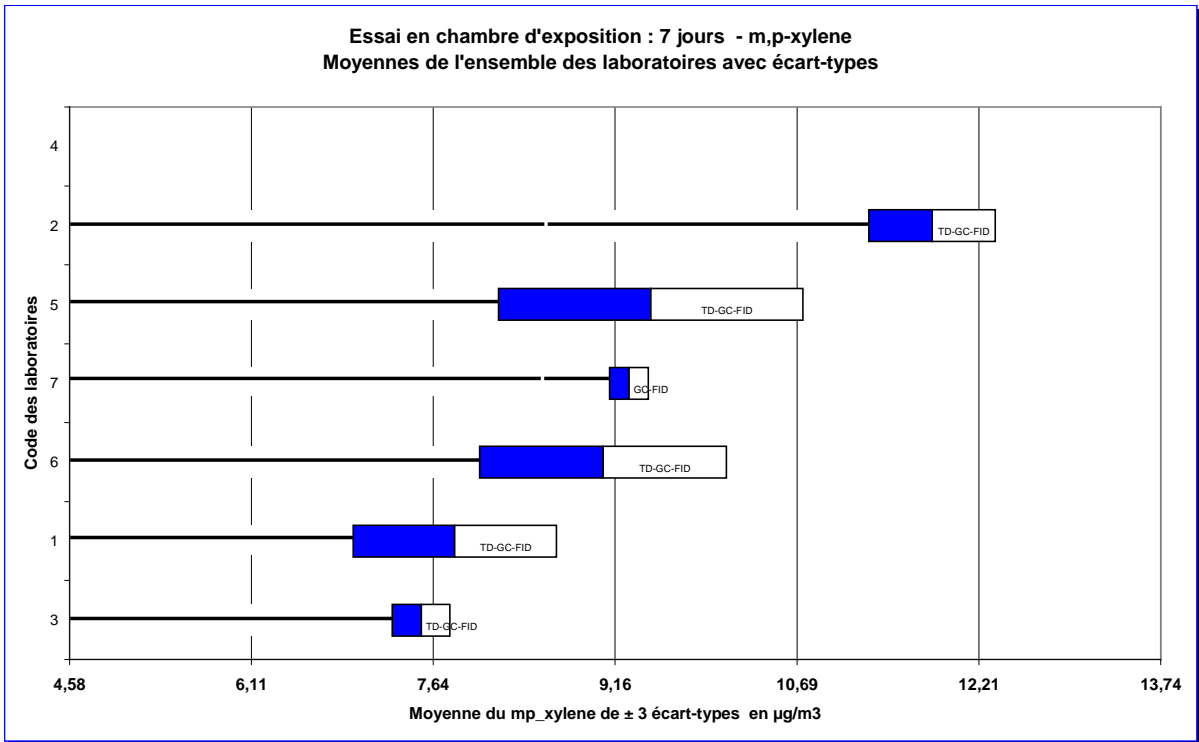
Essai sur site - benzène
Droite de Henry

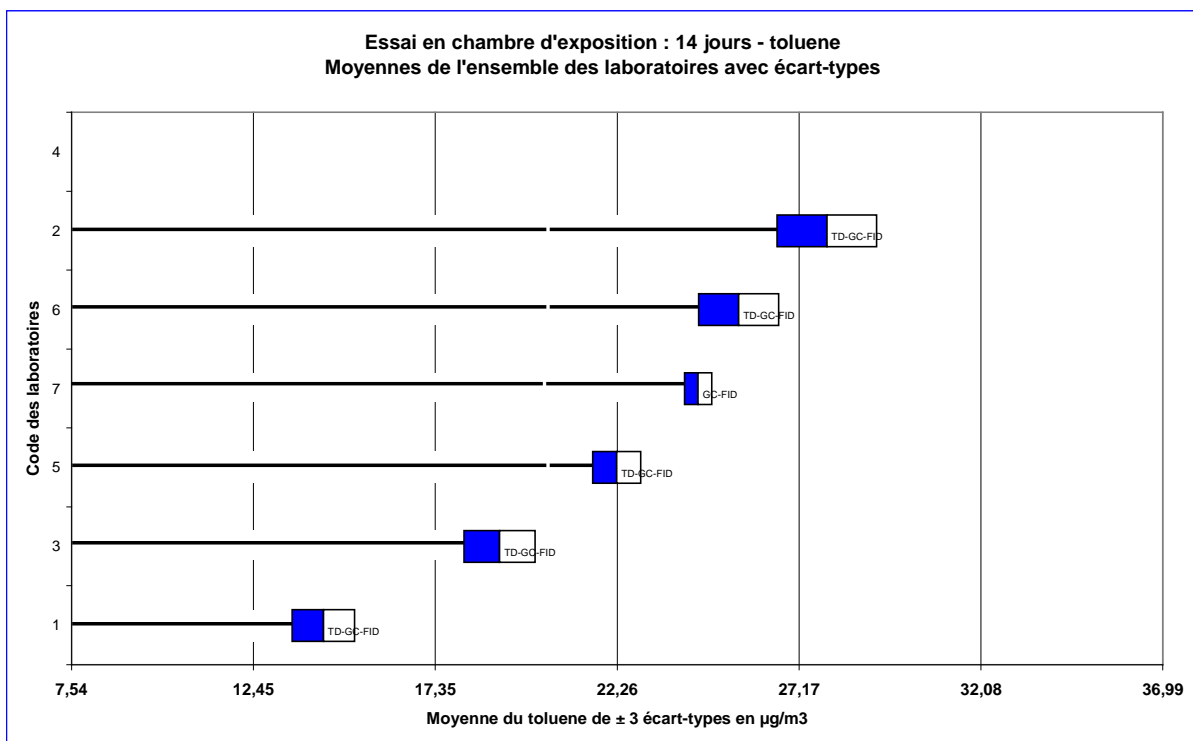
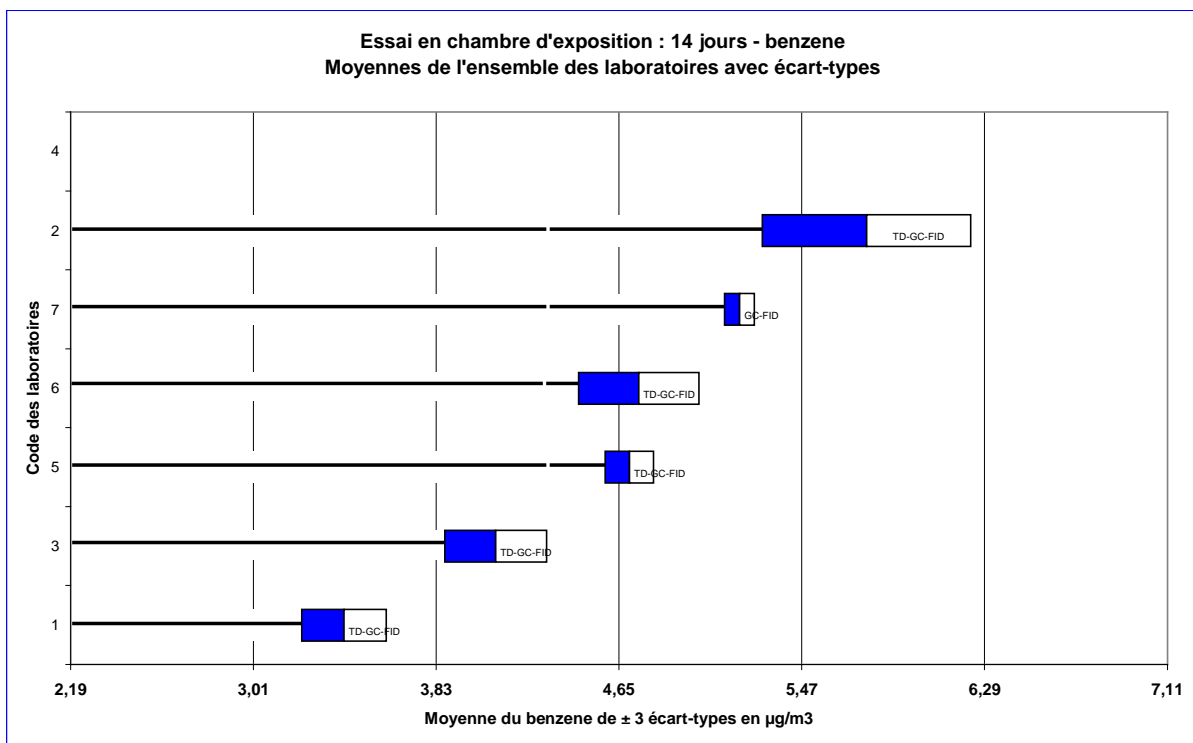


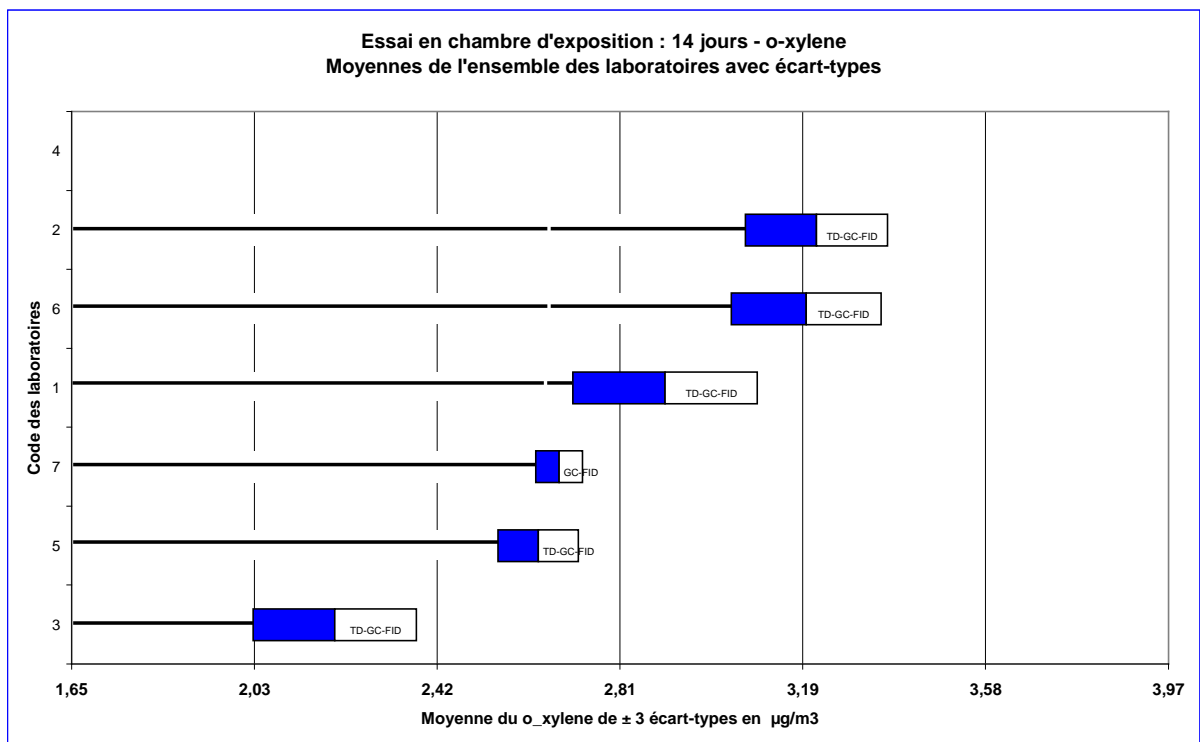
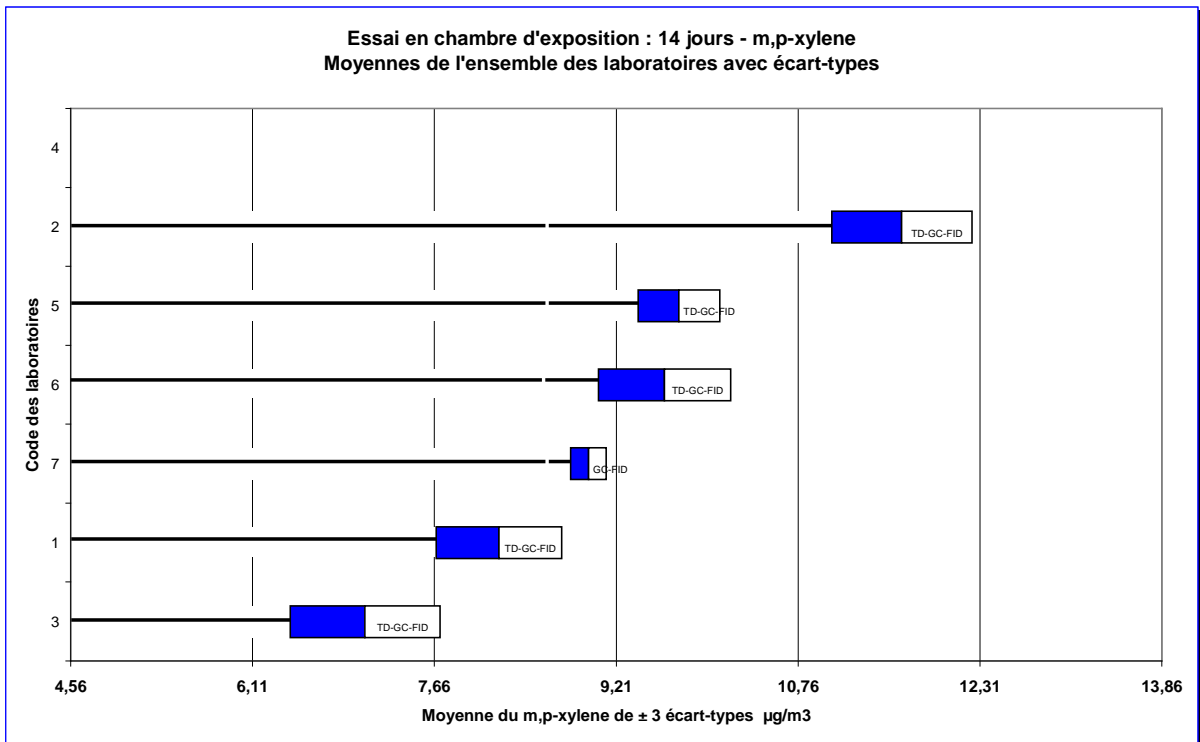
ANNEXE 3

Courbes de répartition statistique pour les essais en chambre d'exposition



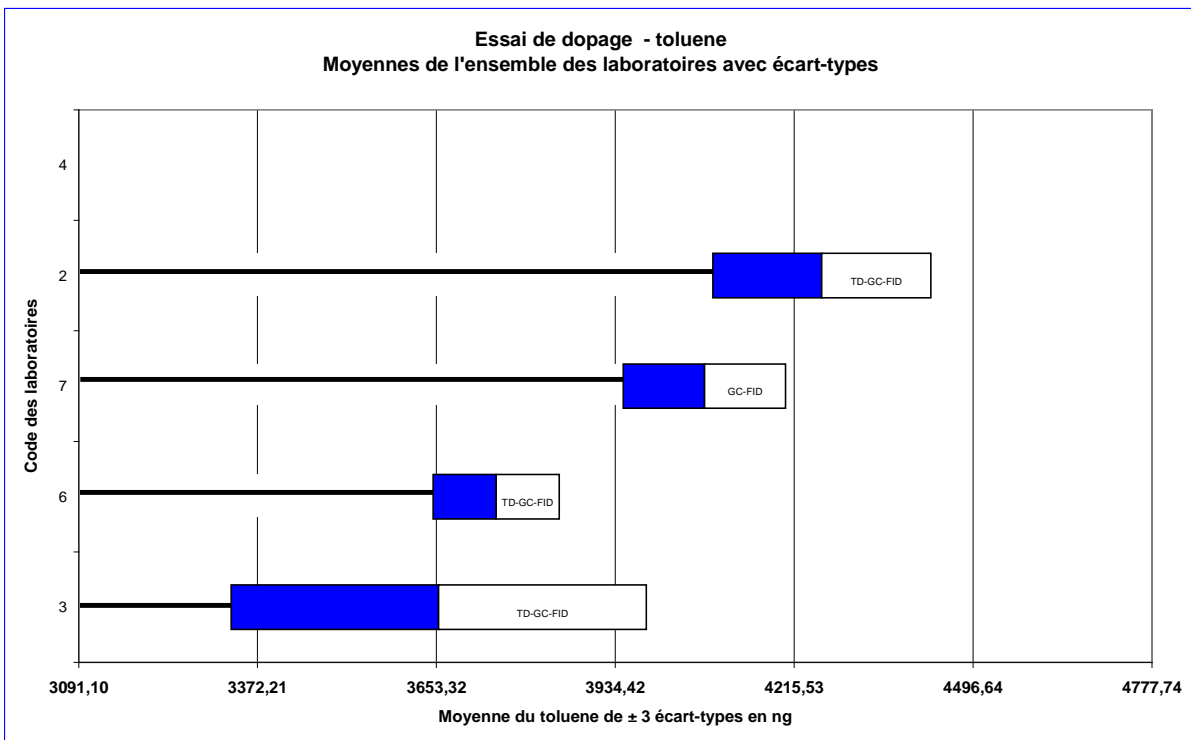
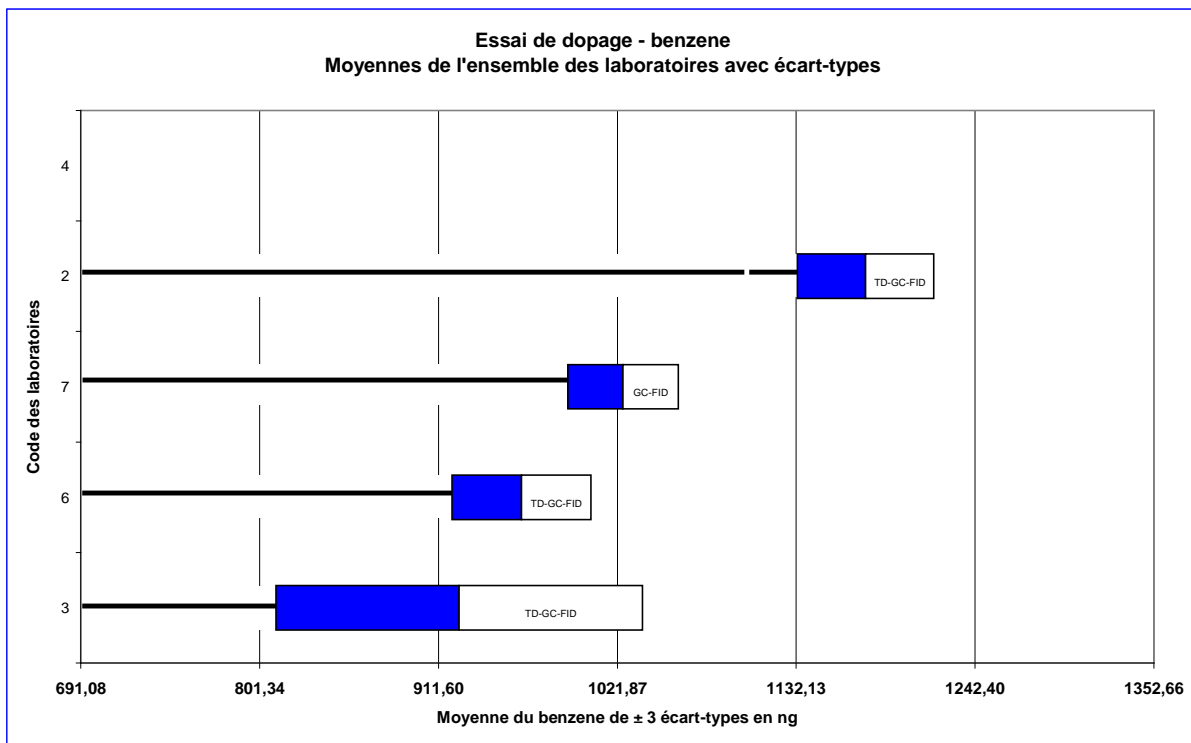


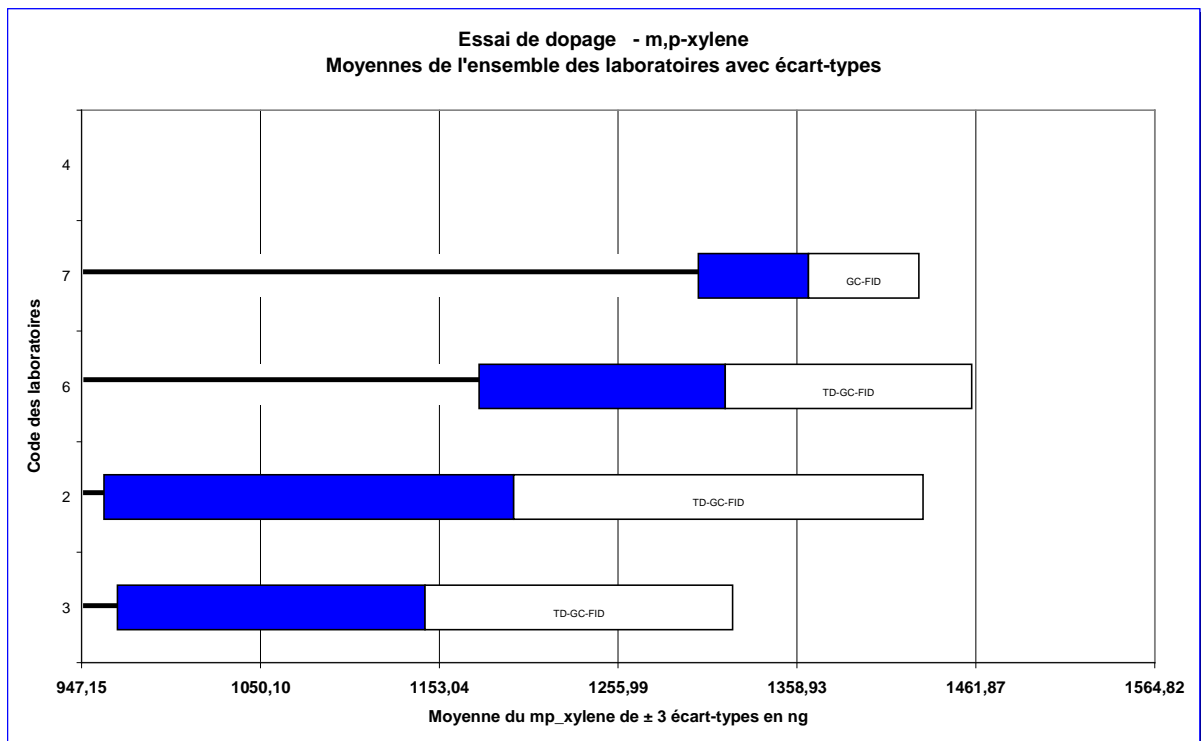
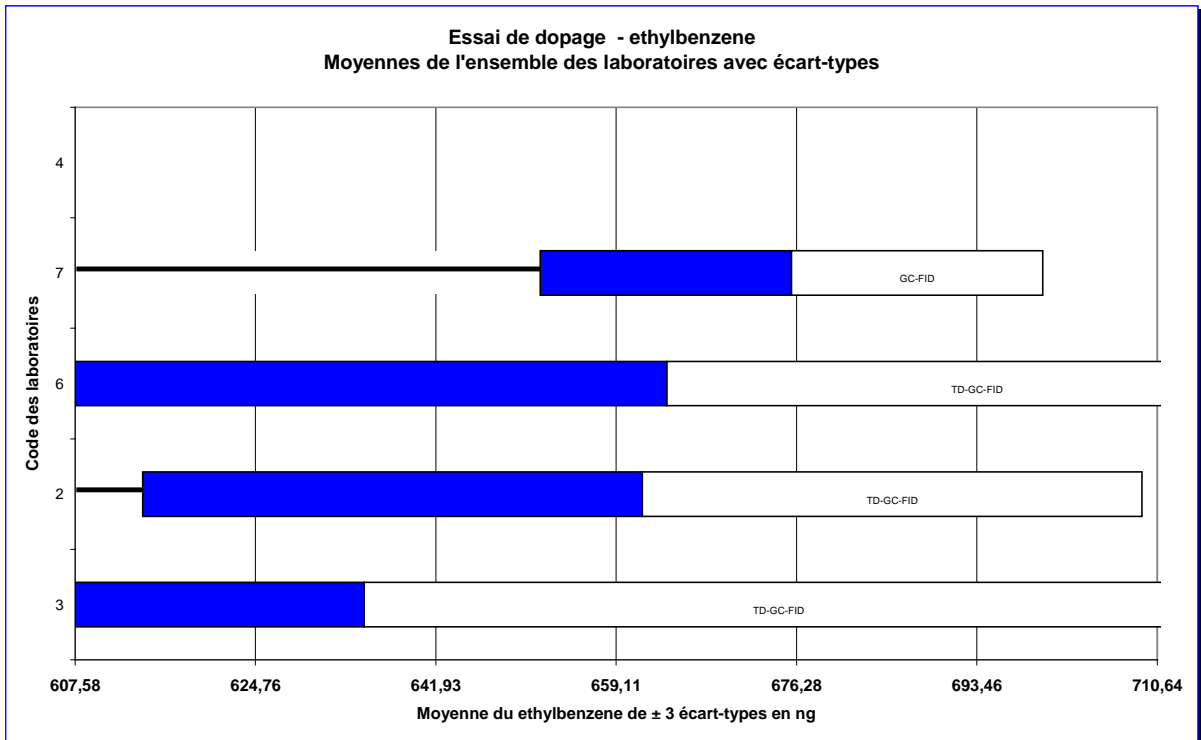




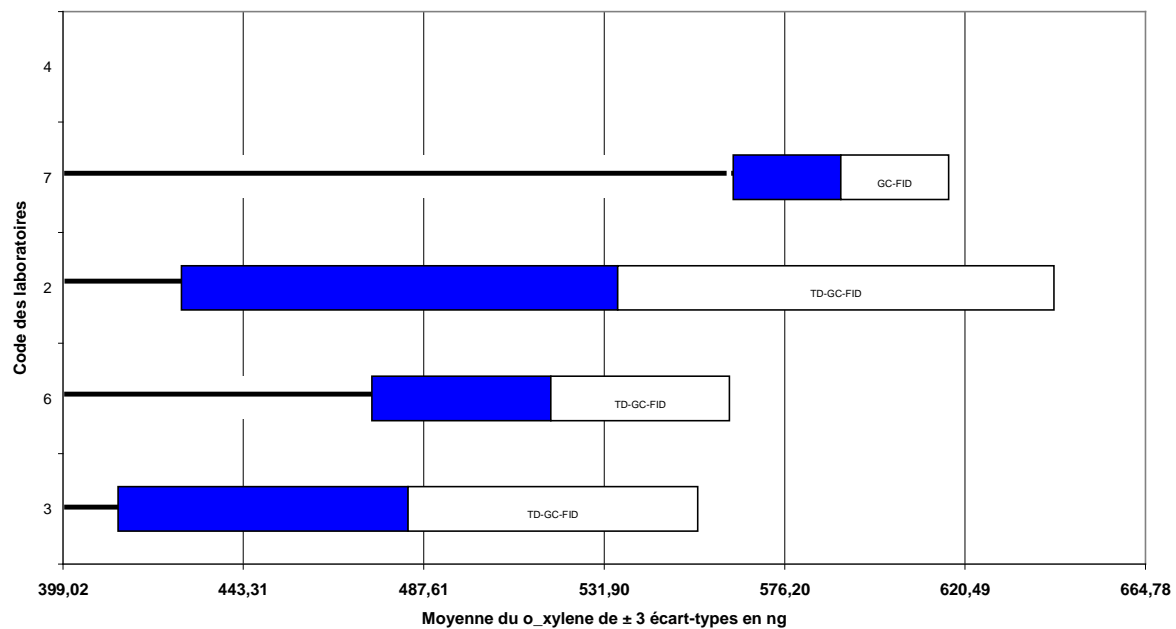
ANNEXE 4

Courbes de répartition statistique pour l'essai de dopage



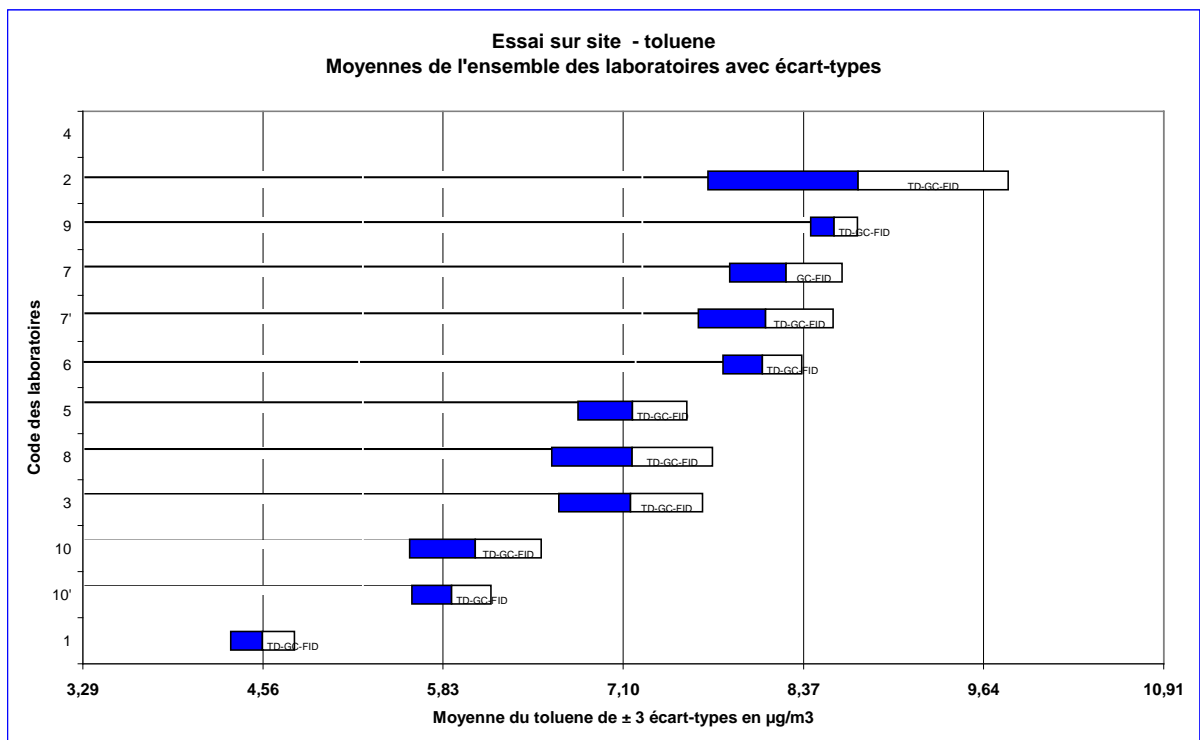
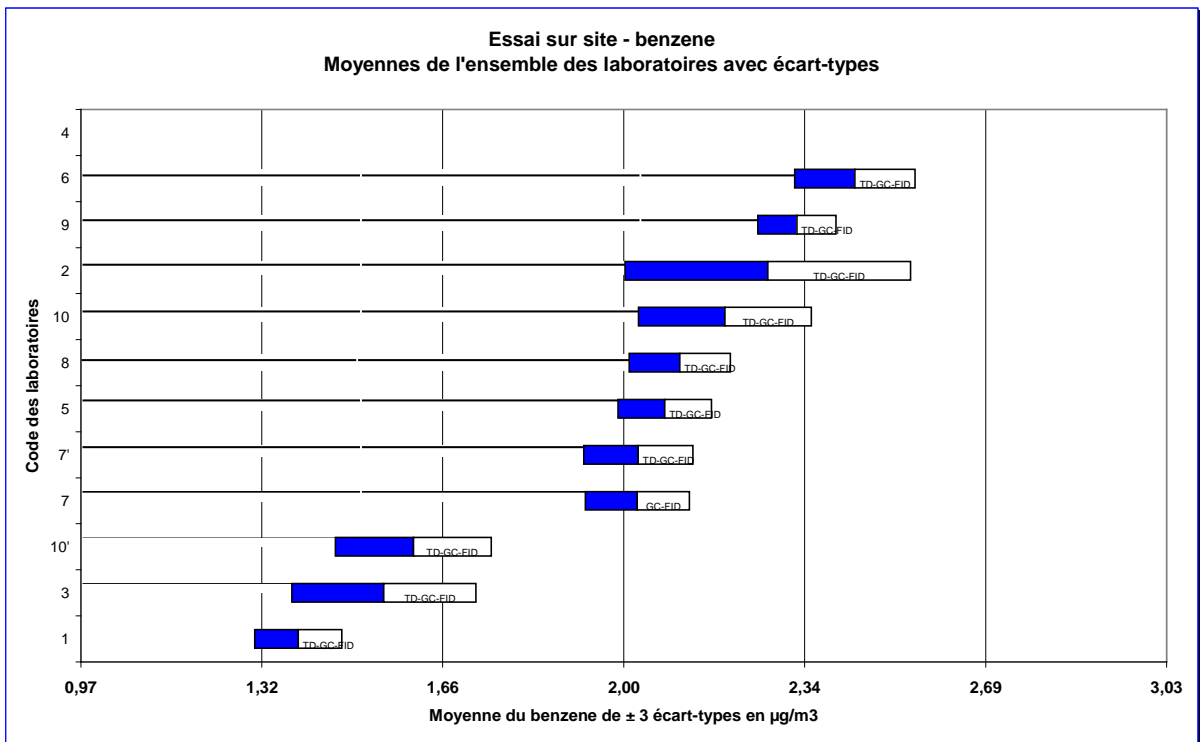


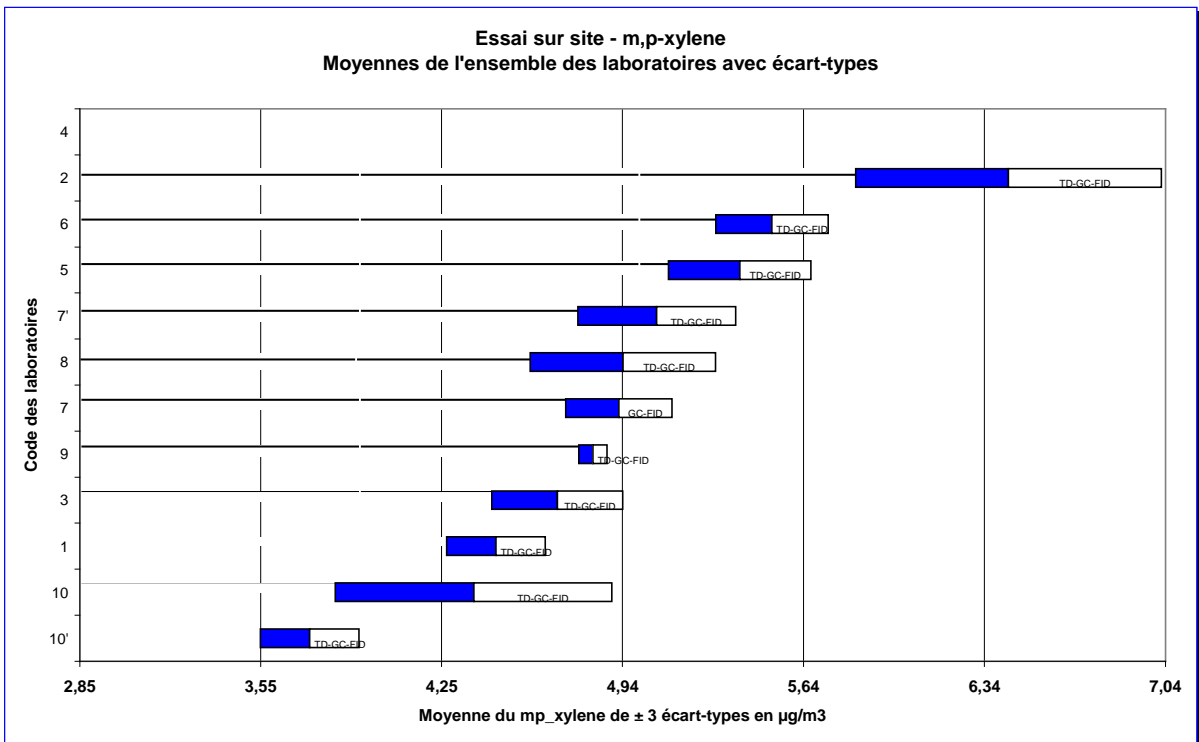
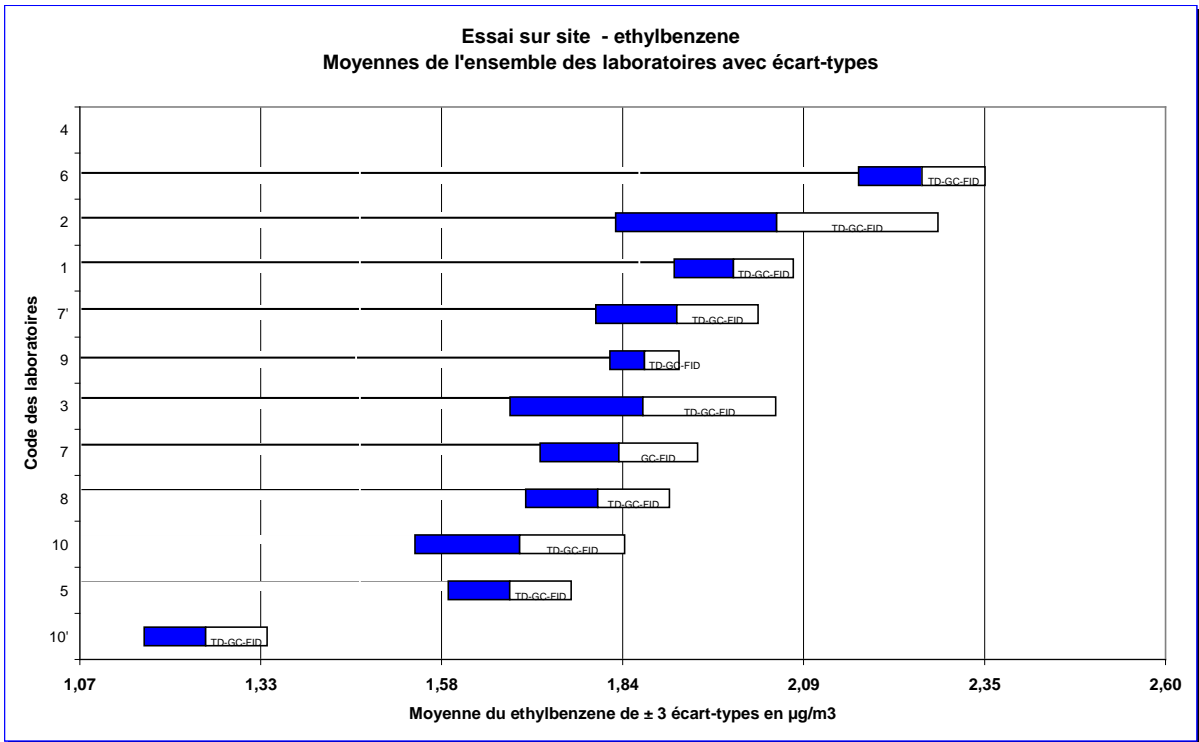
Essai de dopage - o-xylene
Moyennes de l'ensemble des laboratoires avec écart-types



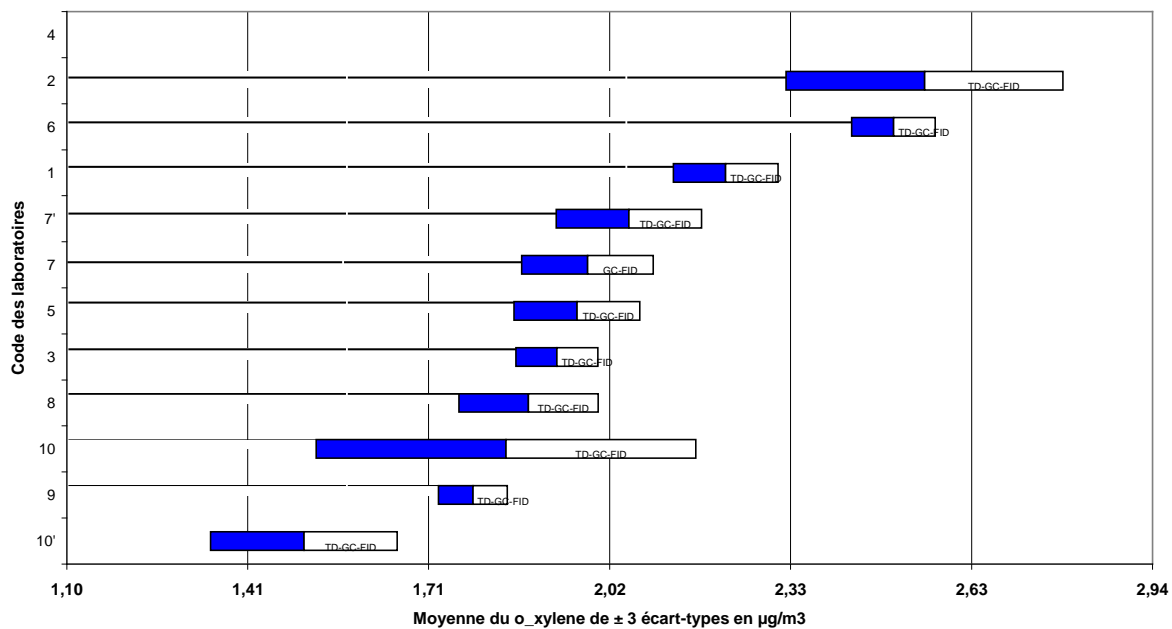
ANNEXE 5

Courbes de répartition statistique pour l'essai sur site



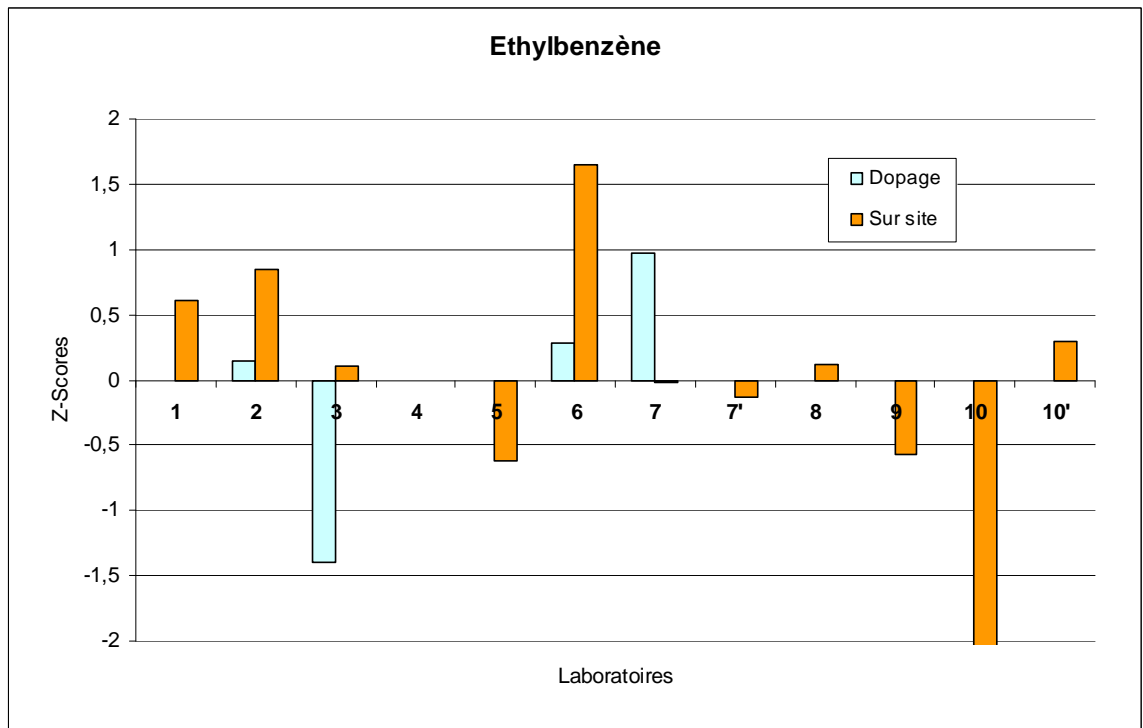
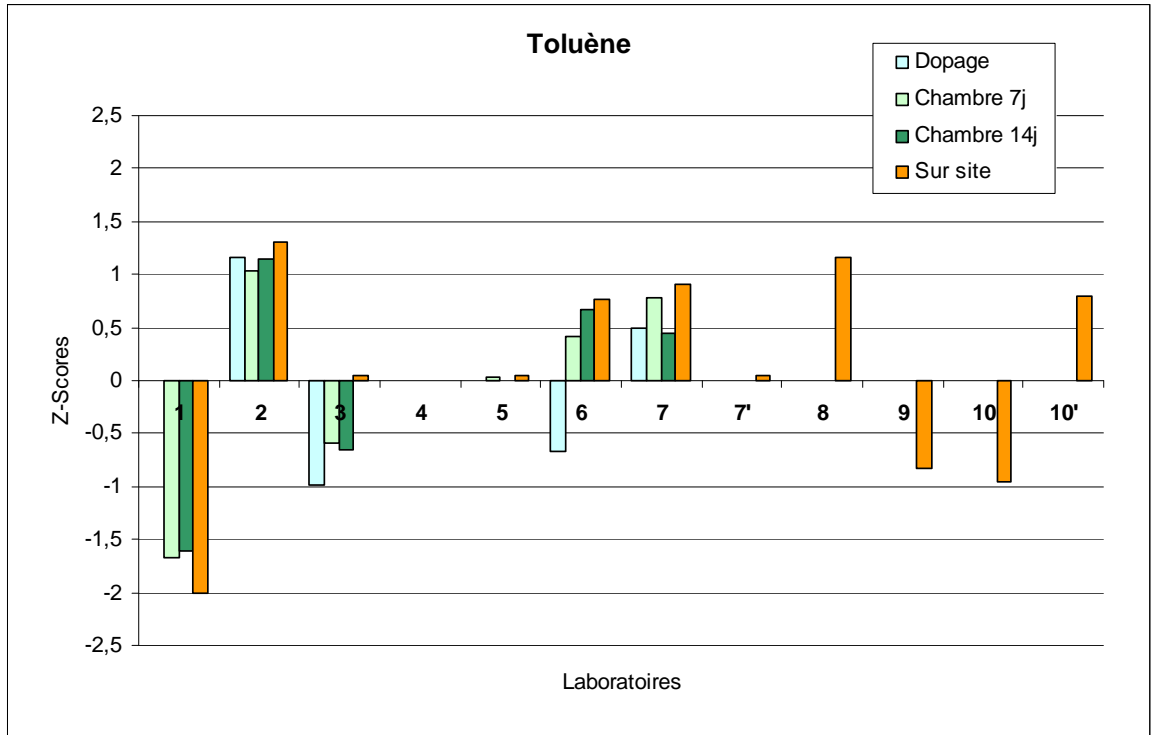


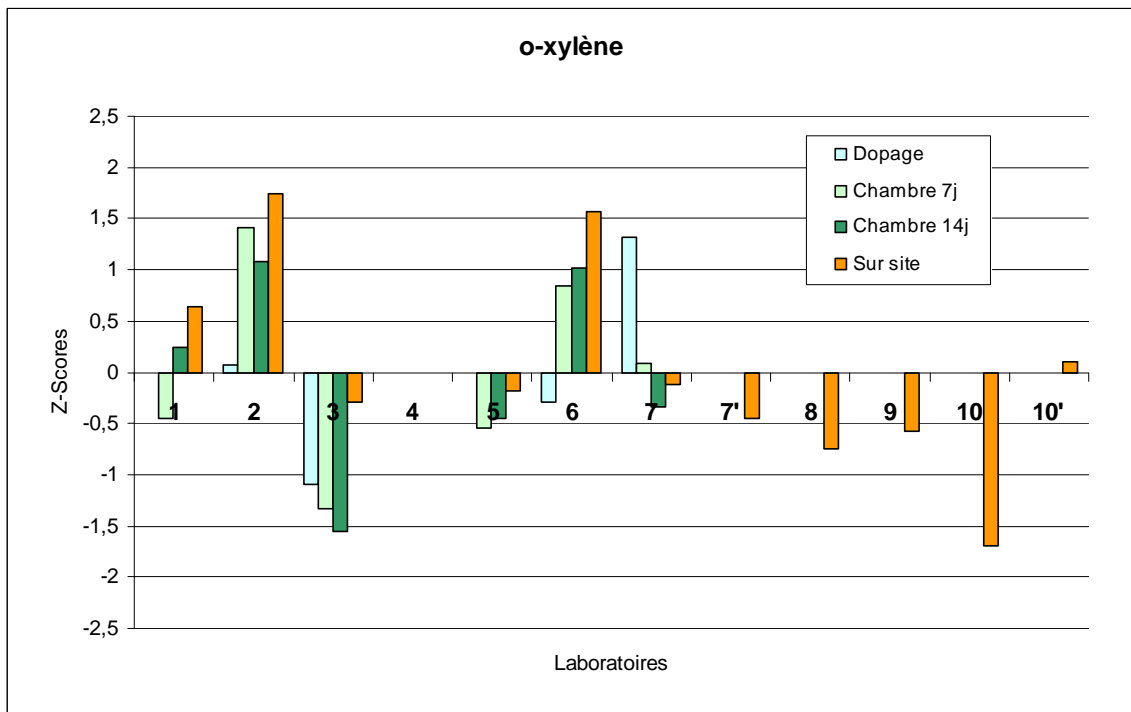
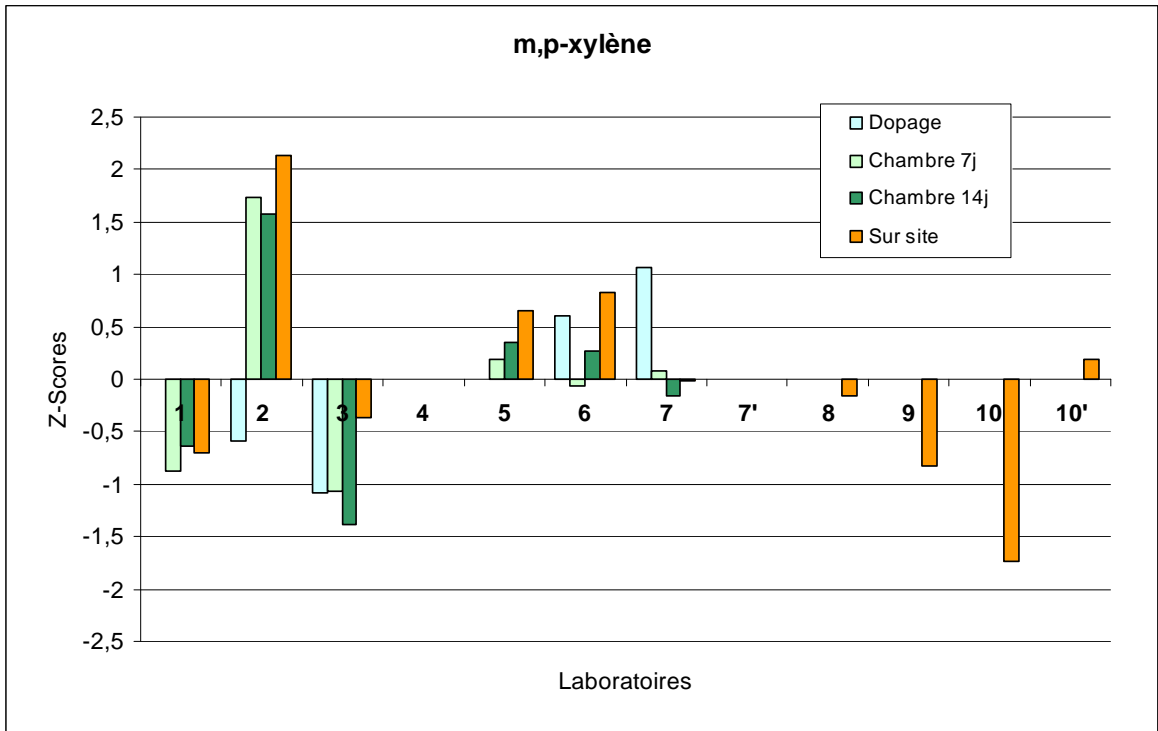
Essai sur site - o-xylene
Moyennes de l'ensemble des laboratoires avec écart-types



ANNEXE 6

Z-scores obtenus pour les différents composés





ANNEXE 7

Travaux prévus pour 2005 (fiche technique)

THEME : MESURES DES POLLUANTS REGLEMENTES - COV

MESURE DES BTX PAR PRELEVEMENTS SUR TUBES

CONTEXTE ET OBJECTIFS

De nombreux travaux ont permis de valider la mesure des BTX par tubes passifs, méthode qui permet de procéder de manière simple (pas de pompe, peu de servitudes) à des mesures intégrées sur quelques jours (tubes Radiello) à quelques semaines (tubes Perkin Elmer).

Cette méthode est donc largement utilisée par les AASQA, notamment pour des campagnes de mesures simultanées en un grand nombre de points. Il reste cependant que l'incertitude de mesure de la méthode telle qu'elle est pratiquée en routine n'est pas bien connue, les travaux réalisés durant la préparation des normes CEN ayant eu essentiellement pour objectif de montrer l'équivalence des différentes méthodes. On propose donc d'organiser une analyse interlaboratoires de tubes exposés dans des conditions identiques.

La mesure par tubes passifs de COV autres que les BTX est bien entendu possible, mais elle nécessite la connaissance du débit de prélèvement propre à chacun des COV recherchés. Même si des listes assez complètes sont publiées (Fondation Maugieri etc), la vérification de ces indications nécessite un travail important (cf protocole décrit dans la norme européenne) et il est donc très difficile de se prononcer sur la validité des mesures réalisées.

L'utilisation de tubes pompés permettrait de lever cette difficulté, mais les durées d'échantillonnage (quelques heures à une journée) en limitent la représentativité dans le temps, sauf à multiplier les analyses. La solution des tubes pompées à très faible débit, utilisée en routine au Royaume Uni pour la mesure des BTX, constitue donc a priori une alternative intéressante lorsqu'on cherche à quantifier de nombreux COV (sites industriels par exemple). On propose de valider cette possibilité.

TRAVAUX EN COURS

On a procédé en 2004 à des comparaisons tubes actifs/tubes passifs en mettant en œuvre des systèmes de pompages prêtés par le NPL. Ces essais doivent être poursuivis.

TRAVAUX PROPOSES POUR 2005

1. Réalisation d'une intercomparaison BTX :

La chambre d'exposition INERIS permet d'exposer simultanément plusieurs tubes (actifs comme passifs) à des concentrations connues et stables de BTX, dans des conditions d'environnement maîtrisées (notamment humidité).

Ceci sera mis à profit pour préparer des lots de caractéristiques identiques, qui seront envoyés aux différents laboratoires spécialisés, (dont la fondation Maugieri) :

- lots préparés avec matrices simples (uniquement BTX, pas d'humidité).
- lots préparés avec matrice complexe (BTX+ air extérieur +humidité)

ceci permettra une meilleure appréciation de la répétabilité et de la reproductibilité de la méthode.

Le programme précis sera établi début 2005 en concertation avec les AASQA et/ou les laboratoires interrégionaux intéressés.

2. Prélèvements actifs de longue durée :

Après une prise en main de la méthode sur les BTX, on examinera ses possibilités d'utilisation : l'objectif est de pouvoir atteindre des durées d'exposition d'au moins une semaine, même à des températures estivales et en présence d'une forte hygrométrie. On déterminera les limites, d'utilisation notamment pour les COV légers (C4 et C5).

Les contacts avec le NPL seront poursuivis.

COLLABORATIONS

AASQA et labos d'analyse interrégionaux, EMD, Fondation Maugieri, NPL (UK)

DUREE DES TRAVAUX

Il s'agit de travaux pluriannuels