



Intercomparaison sur site Interreg-ASPA, mai 2003

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de
l'Air

**Convention 115/03,
financée par la Direction des Préventions et des Risques
(DPPR)**

O. LE BIHAN

*Unité Qualité de l'Air
Direction des Risques Chroniques*

DÉCEMBRE 2003



Intercomparaison sur site Interreg-ASPAs, mai 2003

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de
l'Air

Convention 115/03,
financée par la Direction des Préventions et des Risques (DPPR)

DÉCEMBRE 2003

O. LE BIHAN, B. TRIART, D. GUILLARD

Ce document comporte 36 pages (hors couverture et annexes).

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	O. LE BIHAN	R. PERRET	M. RAMEL
Qualité	Ingénieur AIRE	Responsable AIRE	Responsable LCSQA
Visa			

TABLE DES MATIERES

RÉSUMÉ	4
1. INTRODUCTION	6
1.1 Objectif de la fiche « intercomparaison » du LCSQA	6
1.2 Travaux en cours	6
1.3 Présente étude.....	6
2. PRÉSENTATION DE L'EXERCICE	7
2.1 Objectif.....	7
2.2 Principe.....	7
2.3 Participants	8
2.4 Déroulement	8
2.5 Acquisition des données - suivi.....	9
3. RETOUR D'EXPERIENCE.....	10
3.1 Procédures de vérification intralaboratoire	10
3.2 Procédures de vérifications extralaboratoire – croisement des étalons	10
3.3 Incidents	10
3.4 Conclusion.....	11
4. CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE DE REPRODUCTIBILITÉ.....	12
4.1 Préparation de la base de données.....	12
4.2 Application de la norme ISO 5725.....	12
4.3 Objectif de qualité réglementaire	13
5. RÉSULTATS.....	14
5.1 Résultats généraux.....	14
5.2 Illustration : exemple de l'ozone	16
5.3 Premier cas (CO) : exploitation limitée.....	20
5.4 Second cas (NO, SO ₂ , PM10) : exploitation possible mais de portée limitée.22	
5.5 Troisième cas (NO ₂ , O ₃) : exploitation satisfaisante.....	28
6. SYNTHÈSE ET DISCUSSION	30
6.1 Résultats obtenus.....	30
6.2 Potentialités de cette méthode	35

7. CONCLUSION 36

RESUME

Contexte

Les directives européennes sur la qualité de l'air ambiant demandent à ce que les mesures soient réalisées avec une incertitude limitée.

Il est donc essentiel pour les AASQA de disposer d'outils leur permettant de déterminer l'incertitude liée à leurs mesures.

Deux approches complémentaires existent pour répondre à ce besoin :

- par combinaison des incertitudes élémentaires (mélange pour étalonnage, caractéristiques métrologiques des analyseurs, pertes dans les lignes), déterminées par différentes équipes ;
- par approche comparative, via des mesures en parallèle.

La présente étude LCSQA porte sur l'approche comparative. Son objectif est :

- ✓ d'estimer l'incertitude des mesures réalisées dans les AASQA, au moyen d'essais menés dans des conditions représentatives du parc de stations de mesure ; il ne s'agit pas du tout de contrôler l'ensemble des stations, un échantillonnage est largement suffisant,
- ✓ de mettre à la disposition des AASQA un concept d'intercomparaison leur permettant de répondre aux exigences de l'arrêté « Modalités de surveillance ».

Pour ce qui concerne l'approche comparative, quatre voies ont été identifiées au début du projet INERIS (2001/2002). Chacune présente des avantages et des inconvénients.

On distingue la comparaison de groupe (avec ou sans dopage), réunissant un nombre important de participants, et la comparaison simple (avec ou sans dopage), associant un moyen mobile et une station de mesure. Dans tous les cas, il s'agit de travailler sur un nombre suffisant d'entités pour être représentatif du parc français.

Deux voies –les solutions sans dopage- ont fait l'objet d'essais fin 2002 et courant 2003 :

- comparaison de moyens mobiles (Interreg-ASPA, mai 2003 – présent rapport, Décembre 2003),
- comparaison d'une station mobile avec une station fixe (« Comparaison station fixe – station mobile : campagne de Nogent-sur-Oise », O. Le Bihan, rapport LCSQA, Décembre 2003).

Présentation de l'exercice d'intercomparaison

Un programme de recherche de type Interreg III¹ est mené actuellement par l'ASPA (www.atmo-alsace.net), en collaboration avec différents organismes.

¹ programme de recherche intitulé « étude diagnostique d'un épisode estival de pollution. »

En partenariat avec un nombre important d'AASQA, des moyens mobiles ont été déployés à l'échelle régionale. Ces laboratoires mobiles ont été réunis au préalable du 12 au 16 mai, pour une opération de " contrôle qualité / assurance qualité ", visant à déterminer l'intervalle de confiance associé aux mesures de l'ensemble des participants (norme ISO 5725), et comparable à une incertitude (GUM).

Les paramètres considérés sont les suivants : NO/NO₂, O₃, SO₂, CO, PM₁₀.

Résultats

Ce document propose une analyse de la campagne d'intercomparaison Interrreg-ASPA de Mai 2003, qui a réuni 16 participants, 18 entités de mesure, 80 analyseurs.

Les éléments marquants sont les suivants :

- en terme de simple comparaison :
 - mise en évidence de questions techniques non détectées par les procédures initiales ou les systèmes automatiques (au moins 11 appareils, soit 13,75 % du parc) ;
 - retour d'expérience marquant sur l'utilisation des TEOM (influence de la climatisation) ;
- en terme de quantification des écarts :
 - pour la première fois au niveau français, détermination de l'intervalle de confiance (base horaire) pour des stations de mesure « Air ambiant » ;
 - exploitation limitée de la base de données en raison de concentrations majoritairement faibles (NO, O₃, SO₂, CO, PM₁₀) ;
 - dans le cas du dioxyde d'azote, le seuil de 15 % est approché avec dans le meilleur des cas une valeur de 21 % ;
 - dans le cas de l'ozone, le seuil de 15 % est atteint dans la gamme 40 – 100 µg.m⁻³.

Le niveau du maxima de concentration rencontré, et le nombre de valeurs éloignées du zéro, ont un poids majeur : une étendue limitée pénalise les participants à une intercomparaison. On peut raisonnablement penser que l'augmentation de nombre de valeurs non-nulles, et un développement de la plage vers de plus fortes concentrations, devrait permettre d'atteindre de meilleurs intervalles de confiance relatifs, à l'exemple de l'ozone.

En conséquence, la mise à disposition de niveaux de concentration significatifs doit être recherchée, en cherchant à s'approcher le plus possible des valeurs limites horaires.

1. INTRODUCTION

1.1 OBJECTIF DE LA FICHE « INTERCOMPARAISON » DU LCSQA

Les **directives européennes** sur la qualité de l'air ambiant demandent à ce que les mesures soient réalisées avec une incertitude limitée.

Il est donc essentiel pour les AASQA de disposer d'outils leur permettant de déterminer l'incertitude liée à leurs mesures.

Deux approches complémentaires existent pour répondre à ce besoin (tableau 4.1) :

- par combinaison des incertitudes élémentaires (mélange pour étalonnage, caractéristiques métrologiques des analyseurs, pertes dans les lignes), déterminées par différentes équipes ;
- par approche comparative, via des mesures en parallèle.

Le croisement entre ces deux approches est extrêmement classique, explicitement prévu dans l'ISO 17025, et couramment pratiqué dans tous les domaines de l'analyse.

La présente étude LCSQA porte sur l'approche comparative. **Son objectif** est :

- d'estimer l'incertitude des mesures réalisées dans les AASQA, au moyen d'essais menés dans des conditions représentatives du parc de stations de mesure ;
- de mettre à la disposition des AASQA un concept d'intercomparaison leur permettant de répondre aux exigences de l'arrêté « Modalités de surveillance ».

1.2 TRAVAUX EN COURS

Pour ce qui concerne l'approche comparative, quatre voies ont été identifiées au début du projet INERIS (2001/2002). Chacune présente des avantages et des inconvénients.

On distingue la comparaison de groupe (avec ou sans dopage), réunissant un nombre important de participants, et la comparaison simple (avec ou sans dopage), associant un moyen mobile et une station de mesure. Dans tous les cas, il s'agit de travailler sur un nombre suffisant d'entités pour être représentatif du parc français.

Deux voies parmi les quatre identifiées ont fait l'objet d'essai. Il s'agit des solutions sans dopage :

- comparaison de moyens mobiles (Alsace 2003 – **présent rapport**, Décembre 2003),
- comparaison d'un moyen mobile avec une station fixe (« Comparaison station fixe – station mobile : campagne de Nogent-sur-Oise », O. Le Bihan, rapport LCSQA, Décembre 2003).

1.3 PRESENTE ETUDE

Un programme de recherche de type Interreg III² est mené actuellement par l'ASPA (www.atmo-alsace.net), en collaboration avec différents organismes.

² programme de recherche intitulé « étude diagnostique d'un épisode estival de pollution. »

Dans ce cadre, une campagne de mesure a été réalisée en mai et juin 2003. En partenariat avec un nombre important d'AASQA, des moyens mobiles ont été déployés à l'échelle régionale.

Ces véhicules ont été réunis au préalable du 12 au 16 mai, pour une opération de " contrôle qualité / assurance qualité ", visant à déterminer l'intervalle de confiance associé aux mesures de l'ensemble des participants (norme ISO 5725), comparable à une incertitude (GUM).

Cet exercice s'est déroulé sur le site de l'ASPA, en coopération avec l'INERIS, ce dernier intervenant dans le cadre du programme LCSQA 2003 (étude " Intercomparaisons en vue de l'évaluation de l'incertitude globale sur la mesure ").

Les paramètres considérés sont les suivants : NO/NO₂, O₃, SO₂, CO, PM₁₀.

Le présent document propose une première analyse de cet exercice dit « d'intercomparaison ».

Après une présentation du concept (chapitre 2), nous rapportons les principales retombées en terme d'instrumentation (chapitre 3), et en terme de calcul d'incertitude (chapitres 4 et 5), avant de conclure.

L'intérêt de cet exercice tient avant tout à la qualité des échanges : nous tenons à remercier d'une part l'ensemble des participants, et d'autre part, l'ensemble de l'équipe de l'ASPA, à qui nous devons la création et l'organisation de ce projet. La collaboration avec l'ASPA a également été très fructueuse en terme de mise en forme et d'analyse des données.

2. PRESENTATION DE L'EXERCICE

2.1 OBJECTIF

Cet exercice QA/QC préliminaire est essentiel car il intervient dans la validation finale de la base de données qui sera utilisée par la suite dans le cadre du programme de recherche Interreg III. L'objectif est de s'assurer de la convergence des mesures des différents camions laboratoires, ou, en d'autres termes, de déterminer la dispersion des mesures.

Pour ce faire, les camions laboratoires ont été réunis dans un même espace de pollution, en préalable à la campagne de mesure. On apprécie alors la fidélité des méthodes (répétabilité et reproductibilité), qui intègrent toute la chaîne de mesure, depuis la prise d'échantillon jusqu'à la production de données en passant par le système d'acquisition.

2.2 PRINCIPE

Une première action consiste à situer chaque opérateur par rapport à un point de comparaison commun à tous les participants. Cela a été fait par circulation d'étalons de travail ASPA raccordés à la chaîne nationale d'étalonnage, au niveau de chaque appareil de mesure.

Puis il s'agit de comparer les résultats de mesure. L'approche retenue est celle de la norme NF ISO 5725-2³.

³ " Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure " – « Partie 2 : Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée ».

Cependant, la répétabilité ne peut être calculée que pour les participants disposant de deux ensembles de mesure mis en parallèle, ce qui n'était le cas que pour deux d'entre-eux. On a donc supposé, pour le calcul de reproductibilité, que la valeur déterminée pour deux laboratoires est représentative de la répétabilité de l'ensemble des laboratoires.

La reproductibilité est donc basée sur la variance inter-laboratoire (ensemble des participants), et sur la variance de répétabilité d'un sous-groupe jugé représentatif.

Un document préalable a été proposé aux participants afin de documenter les systèmes mis en œuvre, et de confirmer l'homogénéité de certains paramètres (pas de temps, unités de mesure, etc.).

2.3 PARTICIPANTS

Cet exercice d'intercomparaison a réuni **16 organisations**, pour un total de **18 stations de mesure**, dont 17 laboratoires mobiles.

Les AASQA françaises ont assuré une très forte participation, puisqu'elles représentent 12 camions, à savoir Air Breiz, Airlor, Ascoparg-Coparly, l'ASPA (2), Asqab, Atmo Auvergne, Atmo Champagne-Ardennes, Atmo Picardie, Atmosf' air, Espol, Lig' Air.

A cela s'ajoute le réseau allemand partenaire de l'ASPA, l'UMEG (2), et le LCSQA (camion INERIS).

Deux équipes universitaires allemandes ont rejoint l'exercice, avec des équipements centrés sur les NO_x et l'ozone : BTU Cottbus et l'Université de Wuppertal.

Enfin, nous avons intégré à notre base de données la station fixe ASPA, implantée sur le site.

2.4 DEROULEMENT

L'exercice a commencé par l'arrivée et l'installation (branchement des camions, mise sous tension et préchauffage des analyseurs) des camions des participants, principalement le lundi 12 mai.

Chaque participant a ensuite vérifié ses analyseurs grâce au passage de ses propres étalons (mardi 13 mai).

Par la suite (mardi 13 mai), des étalons de transfert du laboratoire interrégional ont été injectés dans ces analyseurs afin de vérifier la cohérence entre ceux des AASQA et ceux de l'ASPA (aucun réglage ni correction des analyseurs).

En parallèle, une procédure de vérification des TEOM a été appliquée à l'ensemble des appareils.

La partie mesure de l'exercice a ainsi pu être lancée le mardi 13 mai en fin d'après-midi.

	Nbr d'unités	O ₃	NO/NO ₂	SO ₂	CO	PM ₁₀
Air Breiz	1	X	X	X	X	X
Airlor	1	X	X	X	X	X
Ascoparg-Coparly	1	X	X	X	X	X
Aspa	2	X	X	X	X	X
Aspa-fixe	1	X	X	X		
Asqab	1	X	X	X	X	X
Atmo Auvergne	1	X	X	X	X	X
Atmo Champagne-Ardenne	1	X	X	X	X	X
Atmo Picardie	1	X	X	X	X	X
Atmosf'air	1	X	X	X	X	X
BTU Cottbus	1	X	X			
Espol	1	X	X	X	X	X
Lcsqa/Ineris	1	X	X	X	X	X
Lig'Air	1	X	X	X	X	X
UMEG	2	X	X	X	X	
l'Université de Wuppertal	1	X	X		X	
Total	18	18	18	16	16	12

Tableau 2.1 : liste des participants et des matériels.

2.5 ACQUISITION DES DONNEES - SUIVI

En vue de la campagne de mesure proprement dite, un système de communication a été mis en place entre la plupart des camions laboratoires et le siège de l'ASPA.

Cette centralisation en continu de données a permis de réaliser un suivi journalier, autrement dit de faire une analyse en temps réel de l'exercice et de préparer des actions correctives pour les appareils ayant un comportement atypique. Ces actions ont été mises en œuvre dès l'issue de l'exercice d'intercomparaison, afin de disposer d'une flotte en état optimal pour la réalisation du programme INTERREG proprement dit.

Cette centralisation a constitué incontestablement un point fort de l'organisation de la campagne.

3. RETOUR D'EXPERIENCE

3.1 PROCEDURES DE VERIFICATION INTRALABORATOIRE

Ces procédures ont été mises en œuvre par les organismes propriétaires, mis à part quelques cas pour lesquels cela avait été réalisé avant transport.

A ce stade, l'ensemble des instruments ont été déclarés opérationnels.

A l'issue de ces vérifications, la norme ISO 5725 considère que l'exercice d'intercomparaison est lancé.

3.2 PROCEDURES DE VERIFICATIONS EXTRALABORATOIRES – CROISEMENT DES ETALONS

En ce qui concerne les gaz, la majorité des comparaisons pleine échelle font état d'un écart relatif inférieur à 5 %.

Ceci fera l'objet d'une analyse ultérieure.

3.3 INCIDENTS

3.3.1 Incidents hors analyseurs

Certains incidents ont entraîné des interruptions de fonctionnement d'une partie de la flotte, telle une coupure de courant lors d'un orage (30 minutes – 6 unités touchées), tel un défaut d'alimentation électrique (20 heures – 1 unité).

Leur impact reste cependant modeste, puisqu'il ne concerne en général pas plus d'un participant à la fois.

Cet aspect est illustré par un graphique dans le paragraphe consacré au nombre de participants, chapitre « Résultats ».

3.3.2 Analyseurs

Il est très important de noter que les analyseurs impliqués dans l'intercomparaison ont tous fait l'objet d'une validation initiale par chacun des participants, à l'aide de ses procédures de vérification (validation interne).

□ Ozone

Au cours de l'intercomparaison, nous avons observé un comportement comparable pour 15 appareils, et un comportement spécifique pour trois appareils, ne faisant l'objet d'aucun signalement par les contrôles internes aux appareils.

➤ Panne

Le comportement atypique d'un analyseur (sous-évaluation systématique) nous a amené à l'examiner de plus près. Une fuite a été détectée. Ceci justifie de ne pas le prendre en compte dans l'exploitation des données, comme nous le verrons ultérieurement.

➤ Perturbation

Un second appareil, également caractérisé par une sous-estimation systématique, a fait l'objet d'une investigation spécifique. Cette sous-estimation semblerait provenir du chauffage de la ligne de prélèvement.

□ Mesure PM₁₀

➤ Panne

Les observations d'un analyseur ont été retirées pour l'ensemble de la campagne d'intercomparaison, en raison d'une panne majeure (fuite), détectée lors du test initial.

➤ Perturbation

Au cours de la campagne, un comportement anormal de certains TEOM a été relevé, à savoir une perturbation cyclique du signal.

Après analyse, il s'est avéré que la climatisation d'une station de mesure peut perturber le fonctionnement d'un TEOM (fluctuation de la température de la station autour du point de consigne, flux d'air froid lors du déclenchement cyclique de la climatisation).

La mise en place d'une protection thermique autour du tube de prélèvement entre plafond et instrumentation permet de résoudre ce problème.

Cette solution a été mise en place sur les appareils non-équipés (majoritaires).

□ Autres polluants

Les autres polluants considérés feront l'objet d'une analyse ultérieure.

Au moins deux analyseurs de NO_x et un analyseur de CO présentent un comportement atypique.

3.4 CONCLUSION

Comme nous venons de le voir, cet exercice d'intercomparaison a permis :

- de faire le point sur l'homogénéité des systèmes d'étalonnage, en conditions terrain,
- de détecter des dysfonctionnements non révélés par ailleurs (alertes automatiques, procédures de vérification),
- de révéler des interactions telles que la perturbation des TEOM par les systèmes de climatisation.

Le travail sur les cas particuliers devra être poursuivi.

4. CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE DE REPRODUCTIBILITE

Le tableau 4.1 résume le schéma permettant de déterminer l'intervalle de confiance, et l'incertitude, ces deux paramètres étant comparables.

Démarche :		Approche globale : détermination terrain		Modélisation
Outil normatif :		ISO 5725		GUM

Etape n°1 :		Mesure terrain		Modélisation du processus de mesure et identification des paramètres d'influence
Etape n°2 :		Calcul de l'écart-type de reproductibilité		Calcul de l'incertitude type combinée
Etape n°3 :		Multiplication par le coefficient de student		Multiplication par le facteur d'élargissement k

Résultat :		Intervalle de confiance		Incertitude élargie
------------	--	-------------------------	--	---------------------

Tableau 4.1 : évaluation de la qualité de la mesure par la détermination de deux paramètres comparables, l'intervalle de confiance et l'incertitude élargie.

4.1 PREPARATION DE LA BASE DE DONNEES

Une base horaire a été constituée à partir des mesures quart-horaire ou demi-horaire (UMEG).

Les mesures correspondant à des périodes de dysfonctionnement ont été retirées, pour les instruments concernés.

Nous obtenons un ensemble exploitable de 60 échantillons horaires environ par paramètre. Ils sont présentés pour chaque polluant dans le chapitre « Résultats ».

4.2 APPLICATION DE LA NORME ISO 5725

4.2.1 Adaptation

Comme cela avait été annoncé lors de la préparation de ce projet, la partie calcul a nécessité l'adaptation de la norme ISO 5725 aux contraintes spécifiques des campagnes air ambiant.

Par ailleurs, afin d'avoir accès au concept d'intervalle de confiance, assimilable à une incertitude élargie, nous avons finalisé les calculs conformément à la norme XP X 43-331 « Qualité de l'air – Emissions de sources fixes ».

A ce jour, deux simplifications ont été utilisées :

1. l'écart-type de répétabilité ne peut être quantifié que pour les laboratoires ayant mis en œuvre deux lignes de mesure soit 2 participants (4 camions) sur 18 camions, voire un seul participant (2 camions) sur 12 camions (cas de la mesure PM_{10}).
2. lors du calcul de l'intervalle de confiance de reproductibilité, la valeur du coefficient de Student varie selon que l'on considère que chaque participant met en œuvre une ou deux lignes ; dans le cas présent, nous considérons le chiffre 1, une minorité ayant deux lignes. Ceci a pour effet d'augmenter légèrement l'intervalle de confiance.

4.2.2 Ecart-type de répétabilité

L'écart-type de répétabilité a été calculé à partir des écarts-types intra-laboratoire de l'UMEG et de l'ASPA.

4.2.3 Dispersion interlaboratoire

La dispersion interlaboratoire a été déterminée par le calcul de l'écart-type sur l'ensemble des participants.

4.2.4 Ecart-type de reproductibilité

La valeur de l'écart-type de reproductibilité au carré est égale à la somme des carrés des deux écart-types précédents.

4.2.5 Intervalle de confiance interne

Ce calcul concerne les participants ayant mis en œuvre 2 lignes de mesure, c'est à dire l'ASPA et l'UMEG. Ce résultat est assimilable à l'incertitude de mise en œuvre de la méthode de mesure, par ces laboratoires.

Les résultats leurs seront fournis individuellement.

En complément de la norme ISO 5725, nous avons eu recours pour ce calcul à la norme XP X 43-331.

4.2.6 Intervalle de confiance de reproductibilité

En complément de la norme ISO 5725, nous avons eu recours pour ce calcul à la norme XP X 43-331. Nous utiliserons dans ce document l'abréviation suivante : **ICR**.

4.3 OBJECTIF DE QUALITE REGLEMENTAIRE

Dans le cas de l'ozone, du dioxyde de soufre, du dioxyde d'azote, la réglementation définit un « objectif de qualité », à savoir une incertitude des mesures individuelles de 15 %, « applicable dans la plage de la concentration servant de seuil ».

Dans le cas de la mesure PM_{10} , cet objectif est de 25 %.

L'intervalle de confiance de reproductibilité (relatif) est assimilable à l'incertitude globale du groupe de participants et peut donc être utilisé pour répondre à l'exigence réglementaire.

5. RESULTATS

Au cours de ce chapitre, nous présentons tout d’abord un tableau récapitulatif (tableau 5.1) présentant l’ensemble des résultats, en traitant tout particulièrement la problématique de la représentativité de la base de données constituée.

Puis, nous détaillons notre démarche, en prenant pour exemple le cas de l’ozone (partie 5.2).

Enfin, nous traitons chaque groupe de polluants, en considérant tour à tour le cas des données limitées aux faibles valeurs, celui des polluants disposant de quelques valeurs non nulles et enfin le cas des données permettant une bonne exploitation.

Une discussion conclura ce chapitre, consacrée aux résultats obtenus, mais aussi à l’intérêt de ce type d’exercice.

5.1 RESULTATS GENERAUX

Le tableau 5.1 résume les résultats obtenus lors de l’exercice d’intercomparaison.

Polluant [$\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$]	Références			Données		Résultats : intervalle de confiance (ICR)	
	Valeur limite horaire pour la protection de la santé humaine [5]	Objectif de qualité en moyenne annuelle [4]	Limite de quantification [3]	Etendue	Nombre d’analyseurs (N)	Meilleur ICR relatif	Meilleur ICR relatif <u>Si</u> <u>Retrait(s)</u>
NO	/	/	6	0-40	18	25%	<15%, si retrait validé
NO ₂	200	40	≅ 10	5-65	18	21%	≅ 15%, si retrait validé
CO		8 h : 10.000	233	0-500	16	60%	60%
O ₃	Seuil d’alerte : 240	Matériaux [5] : 40 (24 h – végétaux : 65)	4	10 - 100	18	≅ 15%	10-15%
SO ₂	350	50	≅ 13	0-75	16	28%	-
PM ₁₀	24 heures : 50	30	/	4-30	12	43%	30%, si retrait validé

Tableau 5.1 : résultats généraux.

Sont fournies dans ce tableau :

- des références, à savoir les valeurs limites, et la limite de quantification ;
- des indications concernant la base de données, c'est-à-dire la plage explorée (étendue) et le nombre de participants (N) ;
- enfin, le meilleur intervalle de confiance obtenu, lequel peut être amélioré par retrait de certains participants, sous réserve d'une justification solidement étayée.

5.1.1 Références

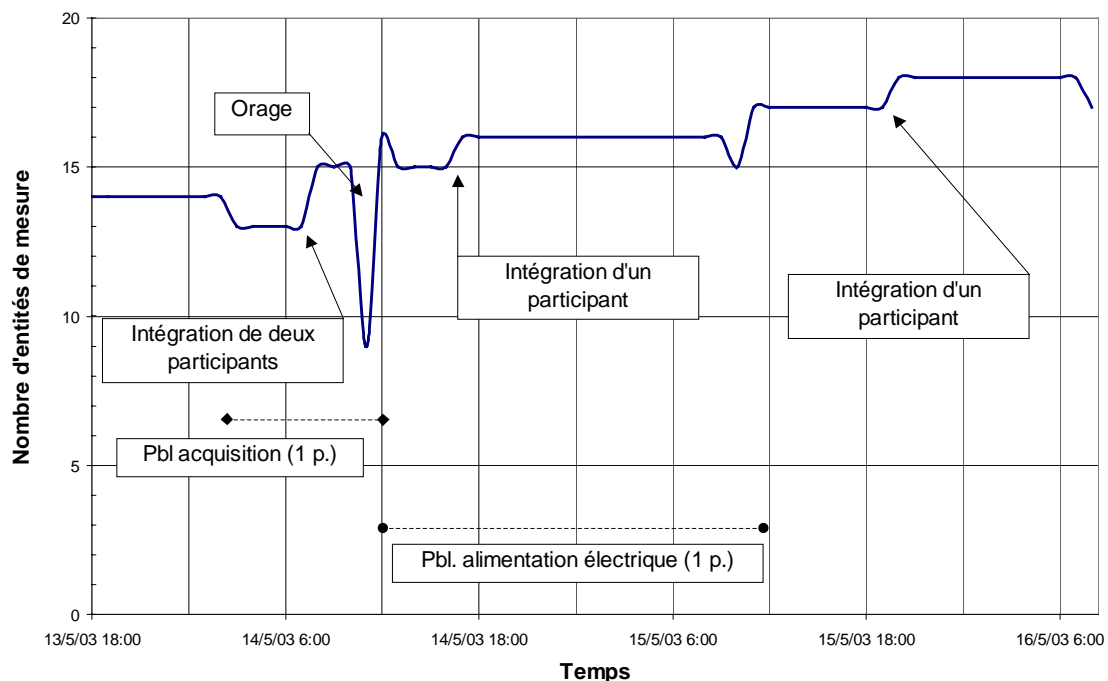
Nous proposons tout d'abord, pour chaque polluant, un ensemble de références, dans le but de porter un jugement sur la représentativité de la plage de concentration rencontrée lors de l'exercice.

D'une part, il est nécessaire de ne pas se restreindre aux faibles valeurs, d'où l'intérêt de se situer par rapport à la **limite de quantification**.

D'autre part, idéalement, le domaine exploré doit comprendre les valeurs limites de concentration, sur lesquelles porte l'**exigence réglementaire de qualité**. En pratique, ce n'est absolument pas le cas. Il s'agit donc de déterminer si la base de données est significative, c'est-à-dire si l'**étendue** de la plage des concentrations rencontrées est suffisamment importante pour permettre une **extrapolation** des résultats à l'ensemble de la gamme de mesure des appareils, et tout particulièrement, aux valeurs-limites.

5.1.2 Nombre de participants

Le tableau 5.1 fournit le nombre d'entités de mesure (N). Dans la majorité des cas, 16 à 18 analyseurs sont impliqués.



Graph 5.1 – Suivi temporel du nombre de participants ; exemple de l'ozone.

Dans certains cas, la participation n'a pas été immédiate : deux participants ont été intégrés le 14 mai au matin ; deux autres, universitaires, ont rejoint l'exercice après son lancement, l'un le 14 mai dans l'après-midi, l'autre le 15 mai en fin de journée.

Tout ceci est illustré dans la figure 5.1 (exemple de la mesure de l'ozone). Comme nous pouvons le constater, mis à part quelques retraits ponctuels, et la coupure électrique due à l'orage, la majorité de l'exercice a porté sur plus de 14 entités.

La situation est comparable pour les autres polluants, le parc étant inférieur de deux unités pour le monoxyde de carbone et le dioxyde de soufre. Par contre, dans le cas de la mesure PM 10, le parc est de 12 analyseurs.

Ce nombre important de participants, et plus globalement de résultats, rend pertinent l'utilisation de traitements statistiques.

5.1.3 Etendue

La principale question posée est celle de l'étendue des concentrations rencontrées : cette étendue est-elle suffisante pour tirer des conclusions ? Notre intérêt porte sur l'ensemble de la gamme de mesure, et notamment sur le comportement des appareils au niveau des valeurs-limites.

Trois cas apparaissent :

- dans le cas le plus défavorable, les concentrations rencontrées restent proches de la valeur nulle ; ainsi, pour le CO, l'étendue dépasse à peine le double de la limite de quantification. L'exercice d'intercomparaison est donc limité aux **valeurs proches de l'origine**.
- dans le second cas, nous conservons une majorité de données proches de zéro ; toutefois, grâce à un ou plusieurs pics, 3 à 4 valeurs permettent d'atteindre cinq à six fois le niveau de quantification, d'atteindre (cas du PM₁₀) voir de dépasser (cas du SO₂) la valeur limite annuelle. L'exercice d'intercomparaison porte donc sur un **nombre très réduit de niveaux de concentration**, mais peut malgré tout être mené.
- dans le dernier cas (NO₂, O₃), l'étendue devient significative vis-à-vis des limites horaires, et surtout, on observe un **nombre important de valeurs entre minima et maxima**.

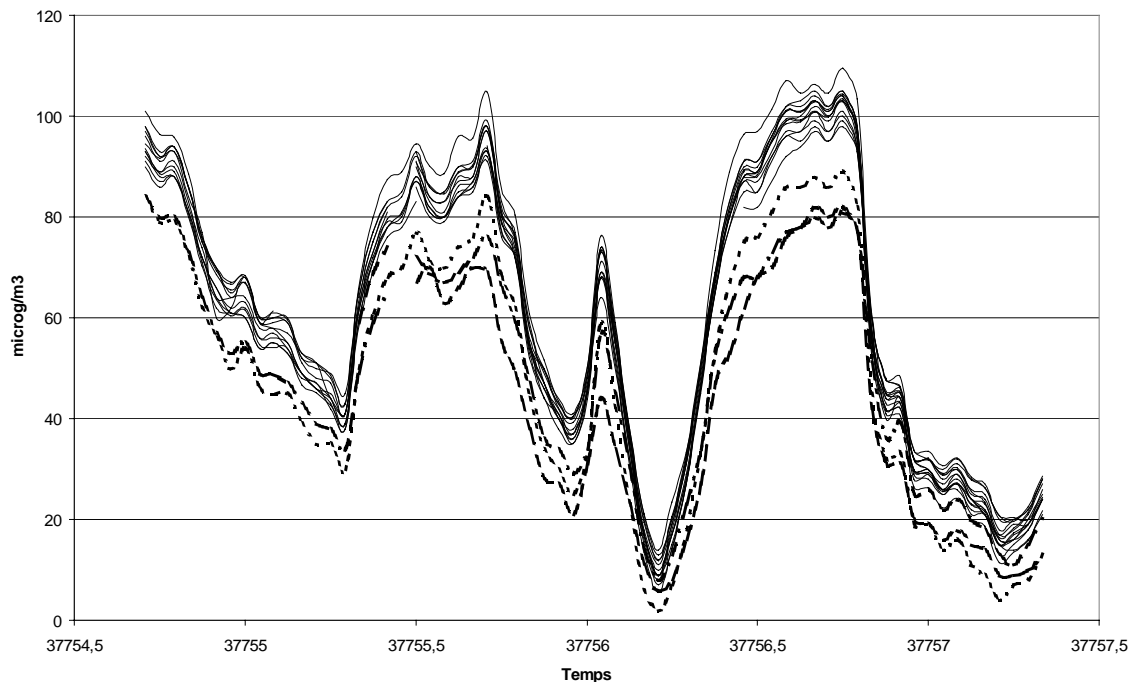
Ces trois cas vont être traités en détail dans les paragraphes suivants.

5.2 ILLUSTRATION : EXEMPLE DE L'OZONE

5.2.1 Phase 1

Le suivi temporel de la concentration d'ozone horaire, est représenté sur la figure O₃-1.

La plage des concentrations observées va de 0 à 100 µg.m⁻³ environ. La base de données ozone bénéficie d'une étendue correcte puisque, d'une part, l'intervalle est bien rempli (homogène), et que, d'autre part, on dépasse la référence annuelle et on dépasse un tiers de la référence horaire. A ce titre, le maximum est égal à environ 25 fois la limite de quantification



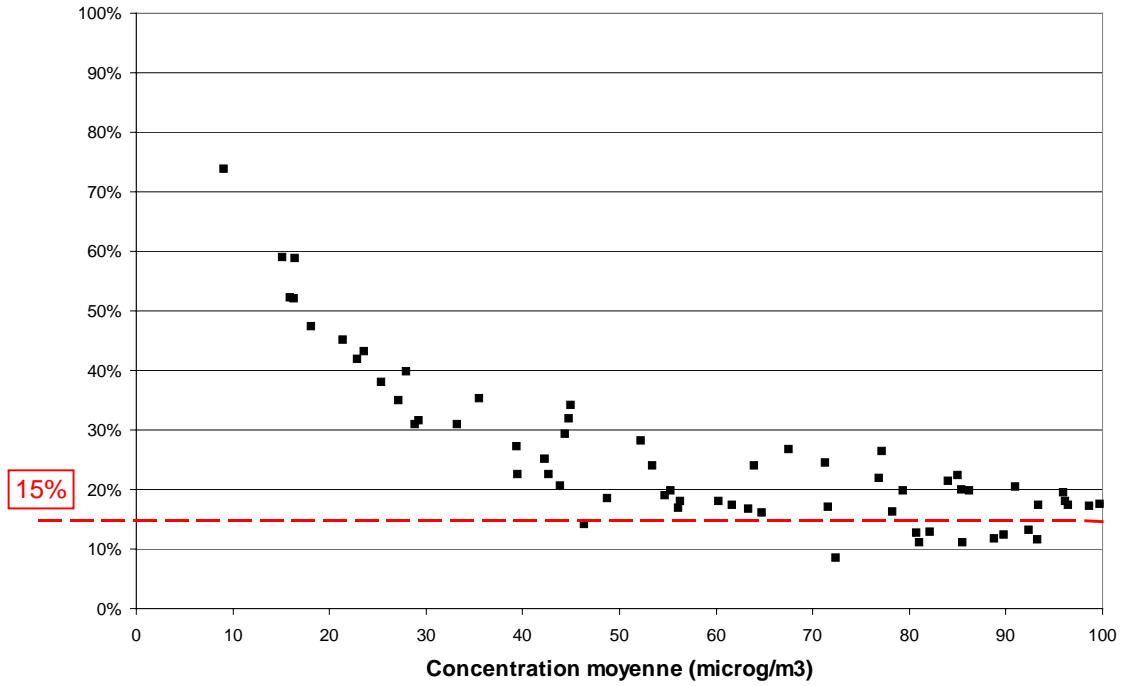
Graphique O₃-1 : suivi temporel de la mesure de l'ozone – données validées.

L'intervalle de confiance relatif présente deux zones (graphe O₃-2) :

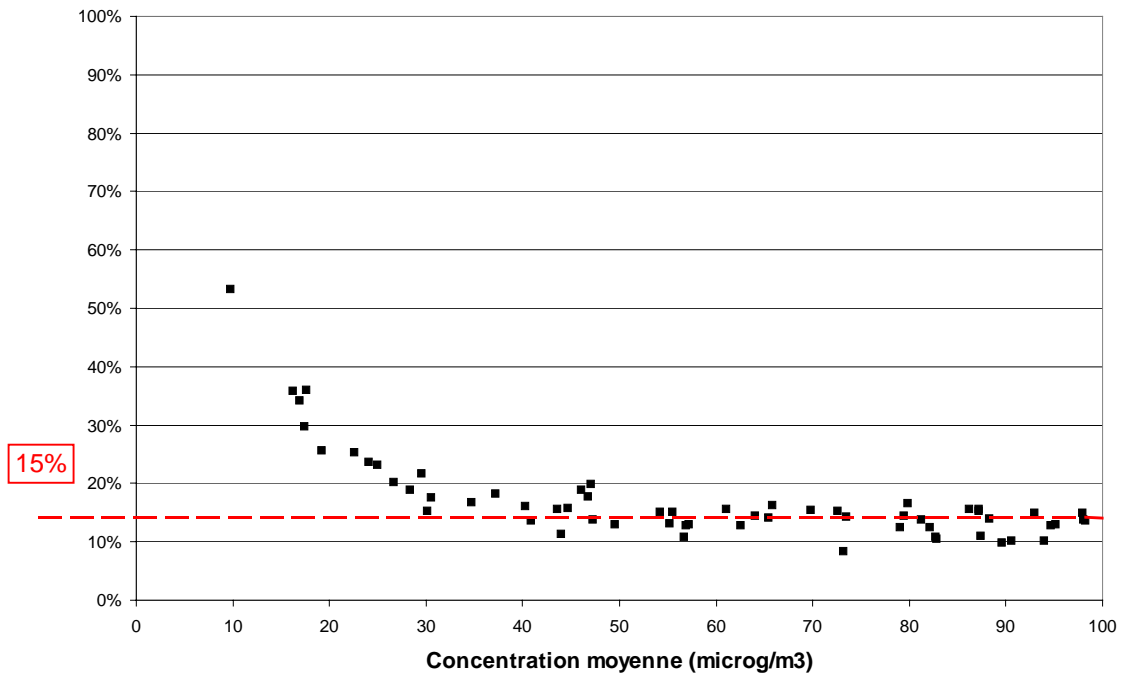
- une zone de décroissance forte, entre 0 et 50 $\mu\text{g.m}^{-3}$ environ. Il est tout à fait classique de trouver une incertitude relative forte dans la gamme des basses concentrations.
- une zone de légère décroissance voire de stabilisation, entre 50 et 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$; cette partie est la plus importante car elle est la plus significative au regard de l'exigence réglementaire (180 et 240 $\mu\text{g.m}^{-3}$). Principal résultat, nous abordons la gamme 10 % - 20 %, et vers 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$, nous nous situons légèrement au-dessus de 15 %.

5.2.2 Phase 2

Comme nous l'avons dit par ailleurs (partie « incidents »), 2 analyseurs déclarés opérationnels en début de campagne, ont connu des problèmes ; l'un a présenté une fuite, l'autre une perturbation au niveau de la ligne de prélèvement. Si nous invalidons leurs données, cela a pour conséquence d'améliorer le résultat global, représenté Figure O₃-3 : la barre des 15 % est atteinte en moyenne dès 40 $\mu\text{g.m}^{-3}$.



Graphique O₃-2 : intercomparaison Ozone - Intervalle de confiance relatif.



Graphique O₃-3 : intercomparaison Ozone - Intervalle de confiance relatif, après deux retraits.

5.2.3 Discussion

□ Adaptations et hypothèses

Comme cela a été exposé, certaines hypothèses ont été posées pour pouvoir adapter l'outil normatif aux spécificités du domaine de l'air ambiant.

Une étude de sensibilité serait nécessaire pour évaluer l'impact du nombre réduit de participants pris en compte dans le calcul de répétabilité. Le poids respectif de la dispersion considérant tous les participants et de la dispersion au sein du sous-groupe équipé de deux lignes de mesure, peut varier de la phase 1 à la phase 2.

□ Positionnement vis à vis des 15 %

La prise en compte de l'ensemble des partenaires (Phase 1) permet déjà d'atteindre le voisinage des 15 %, dans la gamme des concentrations supérieures à 70-80 $\mu\text{g.m}^{-3}$ (Graphe 0₃-1).

Comme cela est courant dans ce type d'exercice, le retrait de certains participants est possible si un dysfonctionnement est établi ; une recherche des valeurs aberrantes peut également être menée, à l'aide d'un test spécifique.

En ce qui nous concerne, et sous réserve d'apporter des éléments définitifs, trois lignes de mesure se seraient retrouvées dans ce cas. Leur retrait de la base de données de l'exercice d'intercomparaison (Phase 2) a pour effet d'améliorer le résultat général, et d'atteindre l'objectif des 15 % pour les concentrations situées entre 40 et 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$.

□ Respect des exigences réglementaires

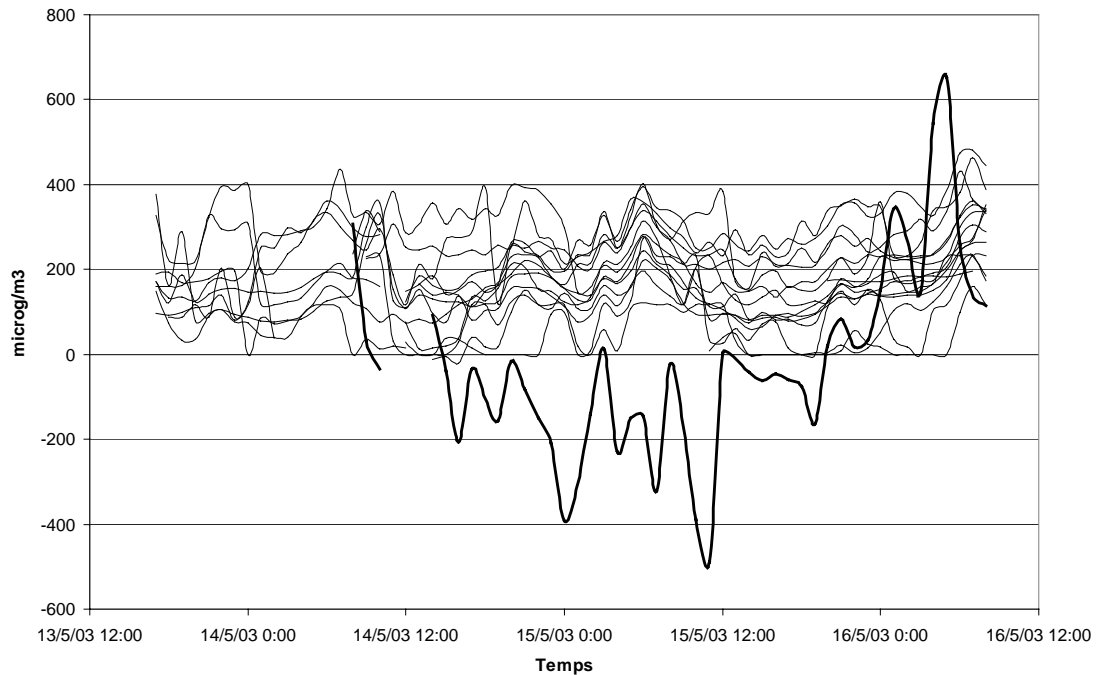
La réglementation pose sa spécification au niveau des limites réglementaires, à savoir un seuil d'information de 180 $\mu\text{g.m}^{-3}$ et un seuil d'alerte de 240 $\mu\text{g.m}^{-3}$ pour l'ozone.

L'exploitation de la campagne d'intercomparaison au regard de cette réglementation européenne nécessite donc l'extrapolation vers ces seuils, des résultats obtenus dans la gamme 60 et 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$.

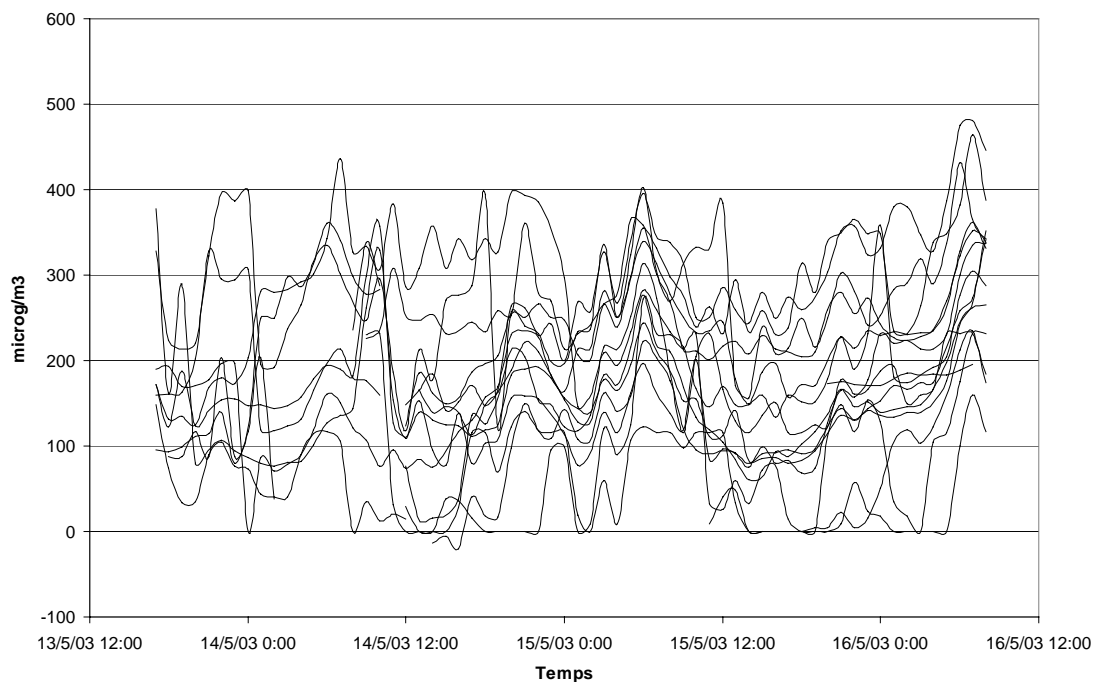
L'examen des graphiques 0₃-3 tend à rendre plausible une telle extrapolation : en effet, nous observons, d'une part, le respect de la valeur de 15 % dès 40 $\mu\text{g.m}^{-3}$ et, d'autre part, une tendance générale (stabilisation avec une légère décroissance) qui suggère un maintien voire une amélioration de la performance vers les hautes concentrations.

Conclusion : *l'intervalle de confiance relatif atteint la zone des 15 %. Le retrait de certains participants permet même d'atteindre la gamme 10 %-15 %. Au vu de l'allure de la diminution progressive de l'intervalle de confiance relatif en relation avec l'augmentation de la concentration, cela suggère le maintien et même l'amélioration pour le reste de la gamme au-delà de 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$.*

5.3 PREMIER CAS (CO) : EXPLOITATION LIMITEE.



Graphique CO-1 : suivi temporel du CO.



Graphique CO-2 : suivi temporel du CO après retrait d'un participant.

La base de données CO ne présente malheureusement –du point de vue de l'intercomparaison- que des valeurs proches de zéro (Graphe CO-2).

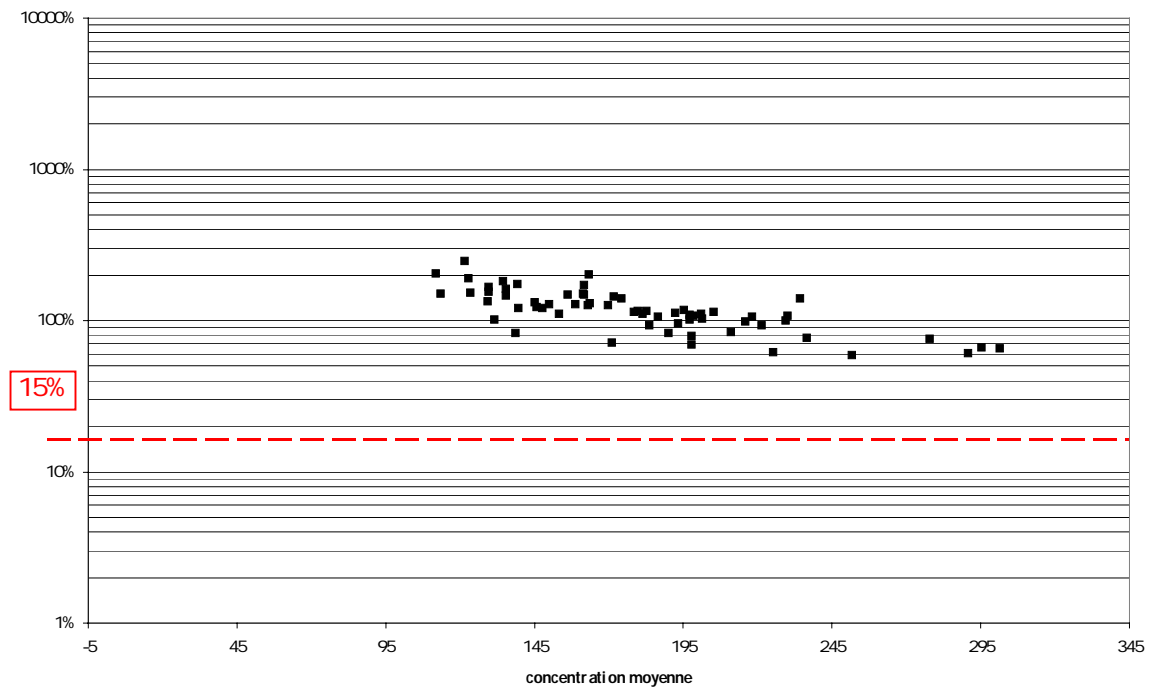
Le maximum est ainsi égal à environ deux fois la limite de quantification.

Il est à noter qu'un participant a été retiré : comme on peut le constater sur le graphique CO-1 (trait épais), outre des valeurs négatives, son comportement est totalement dissocié des autres appareils. Son dysfonctionnement avait été signalé par son opérateur, dès le début de la campagne, ce qui justifie le retrait.

En terme d'intervalle de confiance, nous observons (graphique CO-3) des valeurs non-satisfaisantes (meilleur ICR avant élimination : 72 % - meilleur ICR après élimination : 65 %).

Ceci est dû avant tout à une étendue de concentration limitée aux basses concentrations. Cette limitation en concentration ne permet pas d'extrapolation à l'ensemble de la gamme de mesure, et ne remet donc absolument pas en cause la qualité de la mesure pour les valeurs supérieures à zéro.

Conclusion : dans le cas de l'intercomparaison sur le monoxyde de carbone, les observations d'un instrument ont été retirées, suite au signalement effectué par son opérateur. La base de données est strictement limitée aux valeurs proches de zéro, ce qui ne permet pas de préjuger de son comportement par ailleurs, et notamment au niveau des valeurs-limites.



Graphique CO-3 : intercomparaison CO - Intervalle de confiance relatif, un retrait.

5.4 SECOND CAS (NO, SO₂, PM₁₀) : EXPLOITATION POSSIBLE MAIS DE PORTEE LIMITEE.

5.4.1 NO

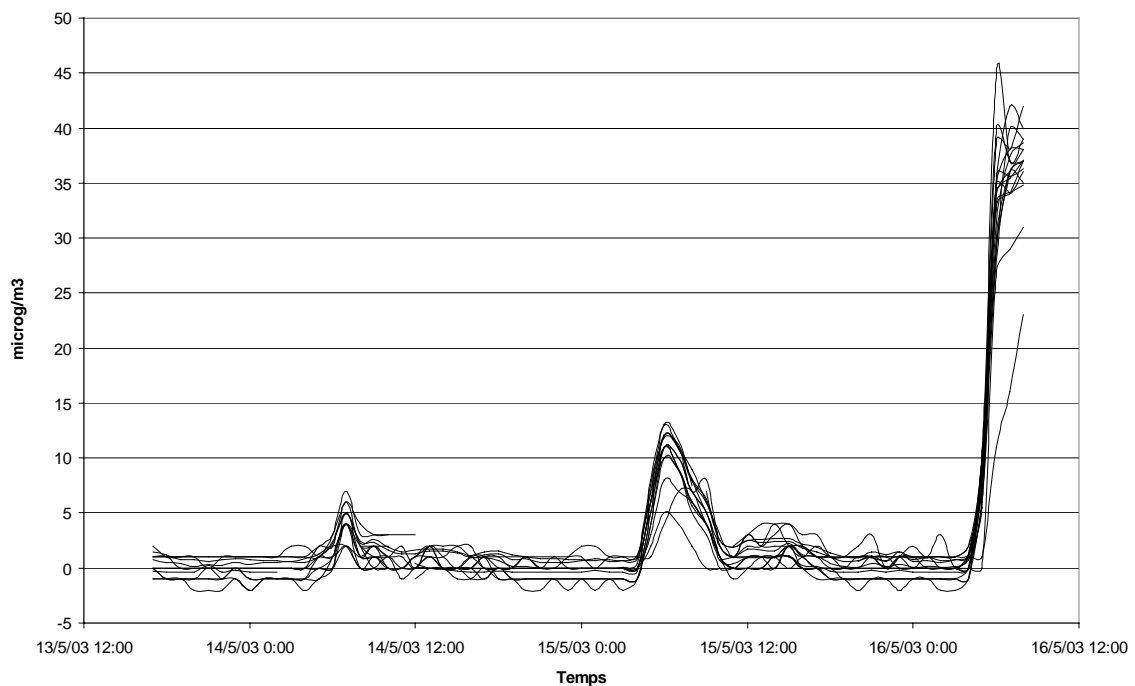
La base de données « NO » ne présente que 3 points en dehors des bas niveaux (graphe NO-1).

A titre de comparaison, et en l'absence de valeur limite, le maximum se situe à 5/6 fois la limite de quantification.

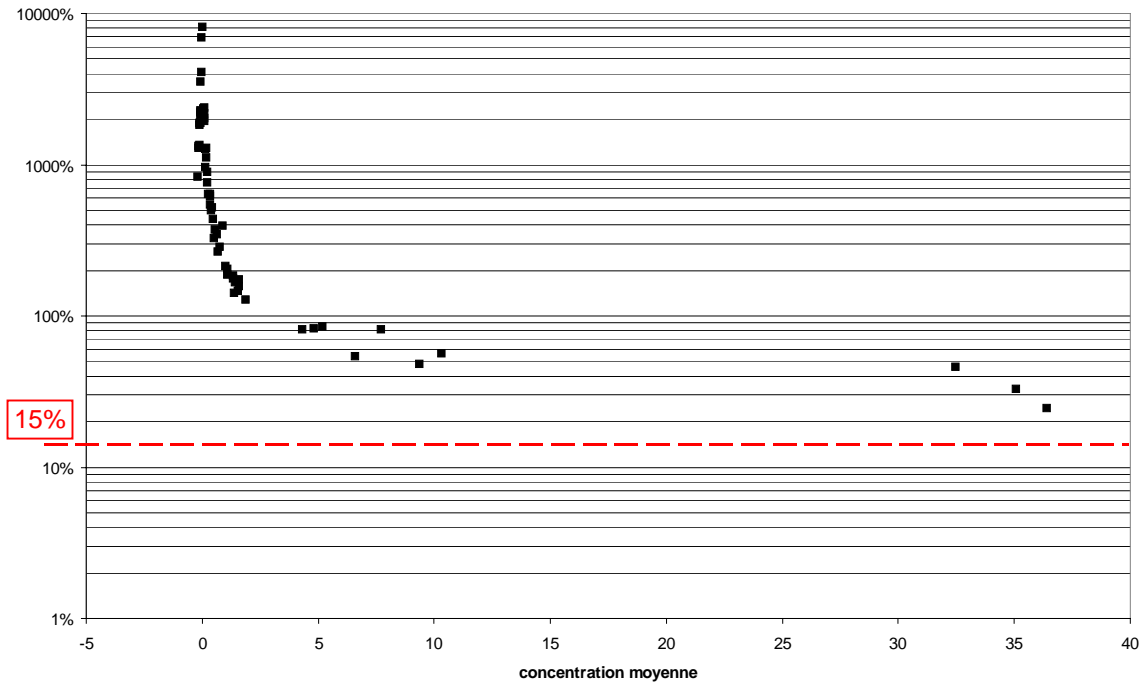
Le meilleur intervalle de confiance se situe à 25 % (graphe CO-3), ce qui n'est pas suffisant au regard de la limite des 15 %.

Deux participants présentent une sous-estimation évidente (ex. pic matinal du 15/5/03 – pic matinal du 16/05/03). Leur retrait mènerait à un intervalle de confiance nettement meilleur puisque deux points passent alors au-dessous de 15 % (12 et 11 %). Toutefois, la justification de ce retrait reste à produire.

Conclusion : *l'intervalle de confiance sur la mesure du NO a été au mieux de 25% au niveau de 35 µg.m⁻³. L'allure du graphique NO-2 suggère une amélioration des résultats dans la gamme supérieure.*

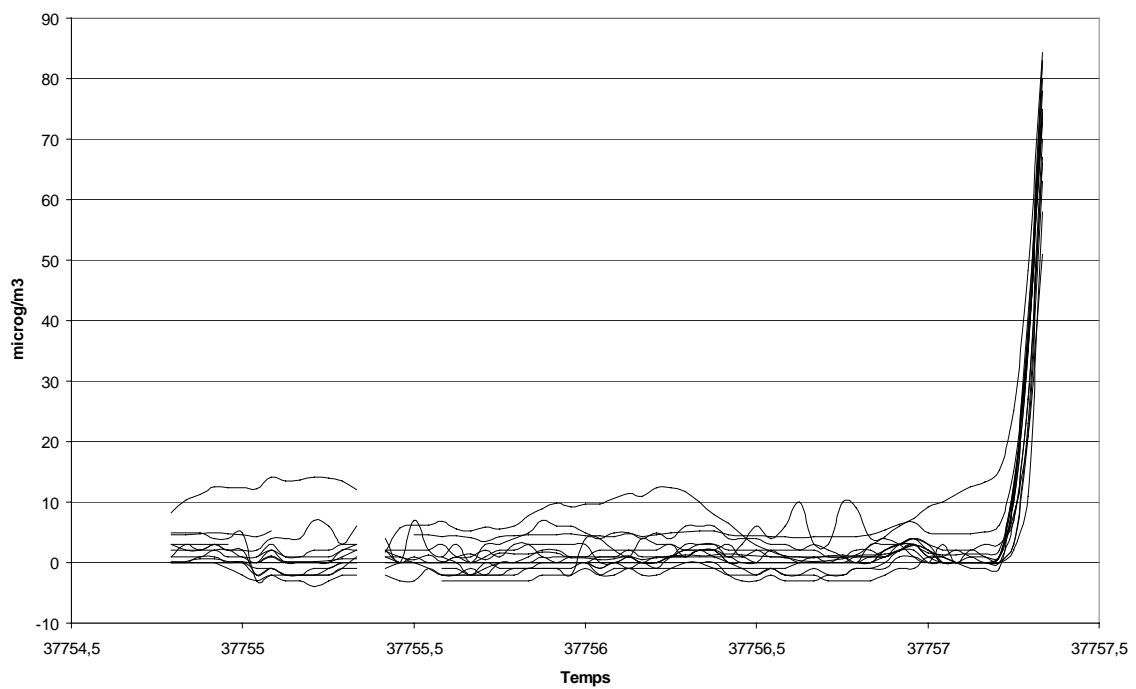


Graphique NO-1 : suivi temporel du NO.

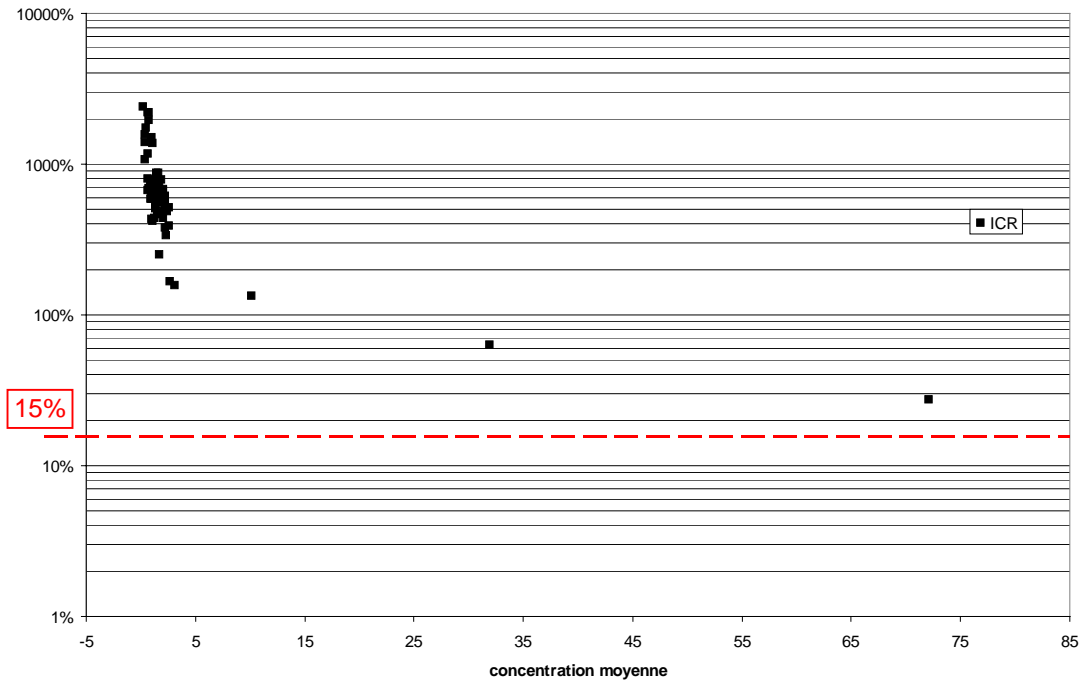


Graphique NO-2 : intervalle de confiance relatif, sans retrait.

5.4.2 SO₂



Graphique SO₂-1 : suivi temporel du SO₂.



Graphique SO₂-2 : intervalle de confiance relatif, sans retrait.

Les valeurs de SO₂ mesurées vont au-delà de la référence annuelle ; le maximum est égal à environ 6 fois la limite de quantification, et se situe à environ 20 % de la référence horaire.

Si cette étendue se distingue donc clairement de la gamme des basses concentrations, ceci est le fait d'un nombre réduit de valeurs, appartenant à un pic intervenant en toute fin d'exercice (graphique SO₂ -1).

L'intervalle de confiance relatif (graphique SO₂ -2) présente un spectre assez cohérent puisqu'on observe une décroissance très rapide en quittant les faibles valeurs, décroissance moins importante mais continue par la suite, pour aboutir à une valeur de 28 %, correspondant à environ deux fois la valeur souhaitée (15 %).

Un participant présente une surestimation systématique (pointillé, graphe SO₂-1) ; toutefois son retrait devrait avoir un impact limité sur le maxima de concentration.

Conclusion : *l'occurrence d'un pic en fin de campagne d'intercomparaison permet une exploitation ne se limitant pas aux valeurs minimales, avec toutefois un nombre très réduit de valeurs (3). L'intervalle de confiance relatif ainsi calculé reste nettement supérieur au niveau de 15 %.*

5.4.3 PM₁₀

Dans le cas de la mesure PM₁₀, le nombre de participants était moins important (12). De plus, un seul participant, au lieu de deux pour les autres polluants, disposait de deux entités de mesure.

En terme d'étendue, nous bénéficions, comme pour le SO₂, d'une augmentation des concentrations observées lors de la dernière matinée.

Le maximum correspond à l'objectif de qualité annuel, avec toutefois seulement 6 valeurs au-dessus de $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, ce qui explique le classement de ce polluant dans le « second cas ». Il est à noter que le constructeur recommande de traiter avec prudence les valeurs inférieures à $10 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

Cet exercice est marqué par une dispersion importante des résultats. Comme nous pouvons le voir sur le graphe PM₁₀-1, les observations de trois participants présentent de fortes variabilités (pointillés courts). A l'inverse, deux autres analyseurs « sous-estiment » les concentrations par rapport au groupe et montrent une variabilité faible.

La suppression des instruments les plus fluctuants (graphe PM₁₀-2) est justifiée car nous nous sommes aperçus qu'ils étaient particulièrement sensibles au fonctionnement de la climatisation des véhicules.

Ce retrait souligne la spécificité des deux appareils caractérisés par une « sous-estimation », sans disposer à ce jour d'arguments techniques justifiant un retrait.

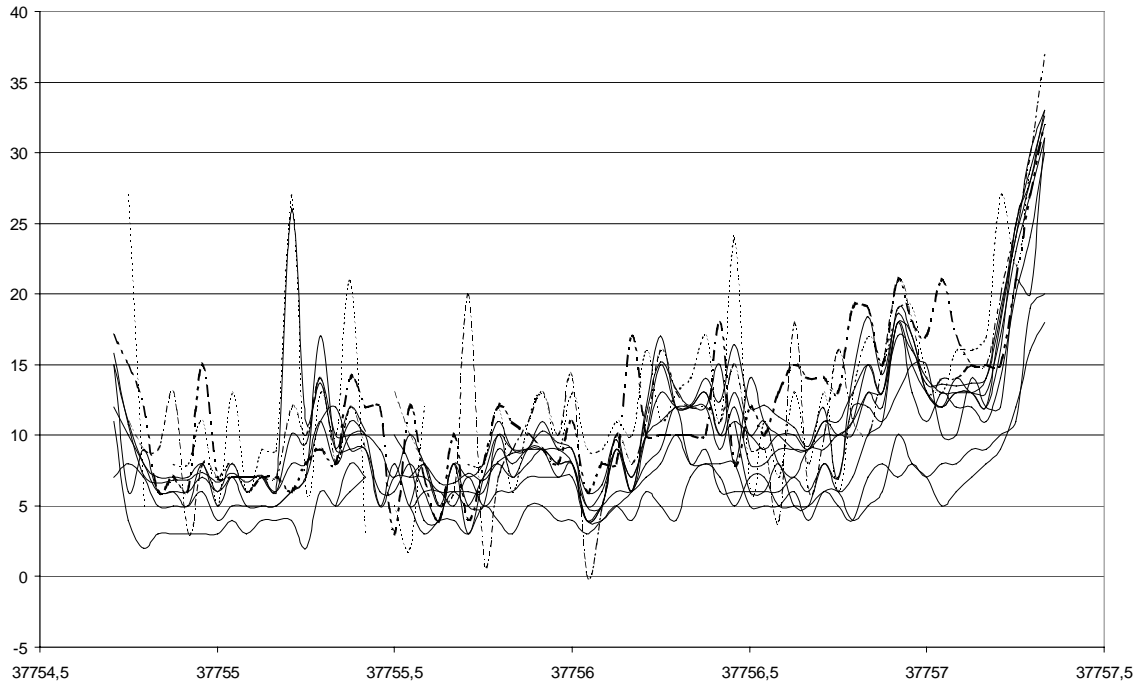
En terme d'intervalle de confiance, nous parvenons au mieux à la valeur de 43 %. Un premier retrait (3 participants) est sans impact positif (meilleur ICR après 3 éliminations : 45 %).

Le spectre de l'intervalle de confiance relatif est très dispersé dans le cas des valeurs inférieures à $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

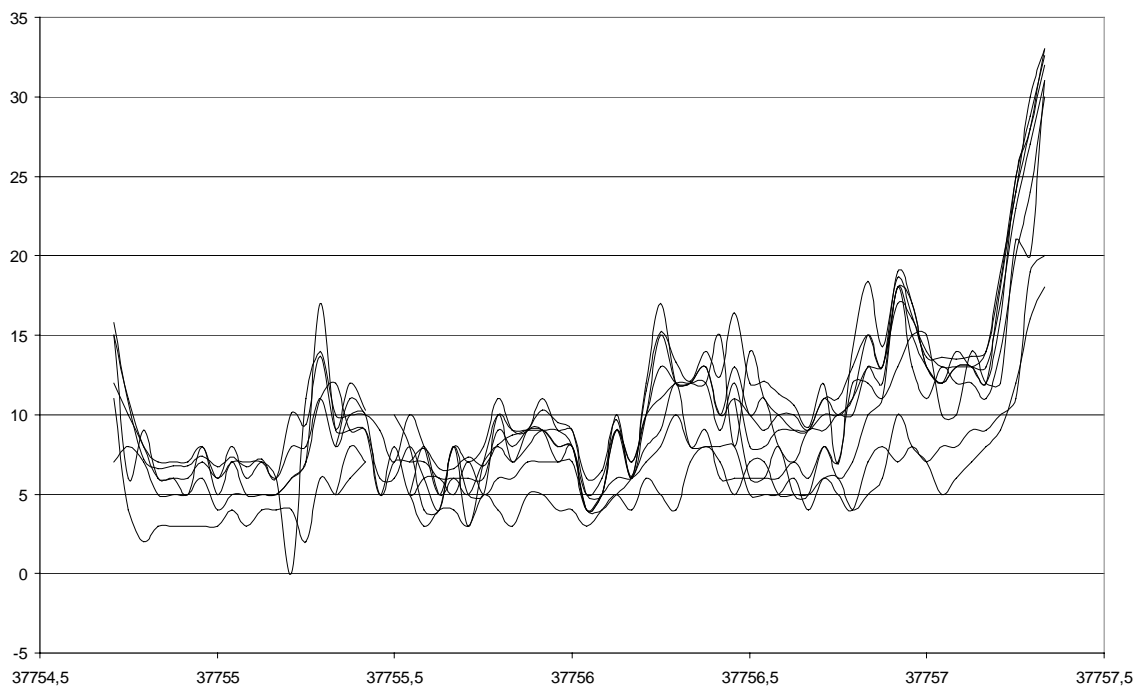
Conclusion : dans le cas de l'intercomparaison PM₁₀, la base de données ne présente que 6 concentrations supérieures à $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Le souhait émis en terme de convergence de la mesure (25 %) n'est pas atteint dans la plage rencontrée.

Nous relevons une dispersion importante pour les valeurs inférieures à $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

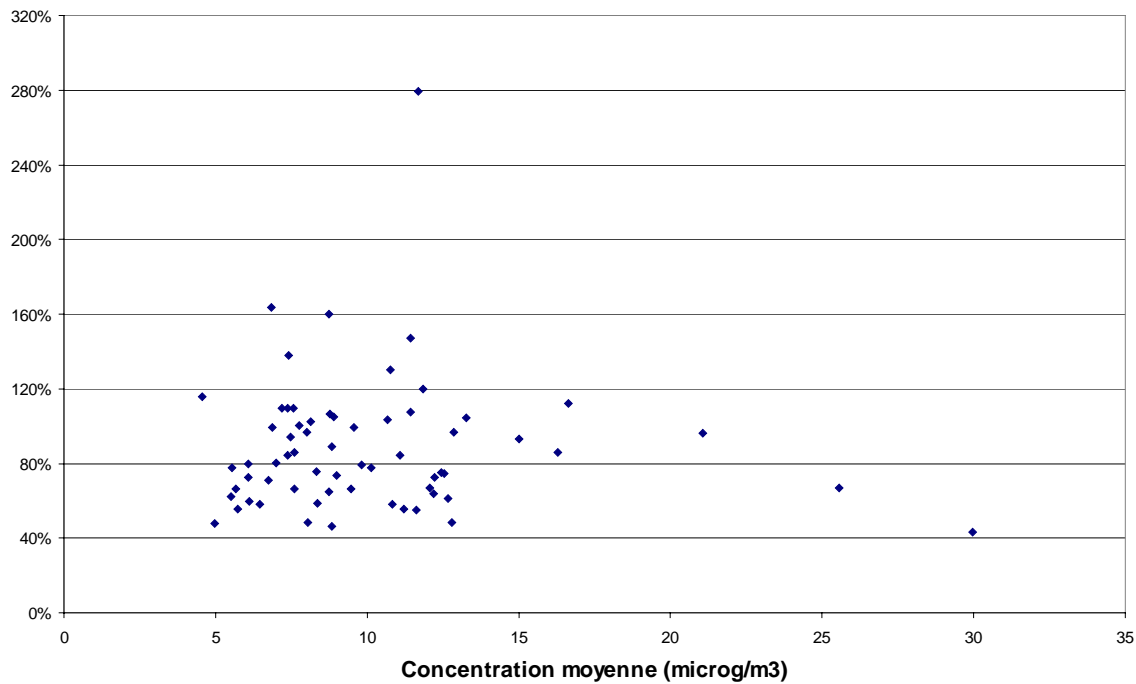
Elle trouve ses origines, d'une part, à la présence d'un groupe d'appareils pour certains particulièrement fluctuants et pour d'autres à forte inertie. D'autre part, il y a matière à relativiser la qualité de ce type de mesure, non seulement au-dessous de $10 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, comme le préconise le constructeur, mais peut être également au-dessous de $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, voire même $20 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, comme le suggèrent certains utilisateurs. Cette dispersion tranche avec le comportement rencontré par ailleurs pour les analyseurs de gaz, et suggère l'intérêt d'améliorations métrologiques.



Graphique PM-1 : suivi temporel du paramètre PM₁₀.



Graphique PM-2 : suivi temporel du paramètre PM₁₀, après trois retraits.



Graphique PM-3 : intervalle de confiance relatif, sans retrait.

5.5 TROISIEME CAS (NO₂, O₃) : EXPLOITATION SATISFAISANTE.

Le cas de l'ozone a été traité précédemment, à titre d'exemple.

5.5.1 NO₂

Nous relevons dans le cas de NO₂, une concentration maximale nettement distincte des valeurs faibles (environ 7 fois la limite de quantification (NO₂-1), qui dépasse la référence annuelle, et atteint un tiers de la référence horaire.

Par ailleurs, l'intervalle entre niveau minimum et maximum bénéficie d'un nombre conséquent de valeurs, réparties de manière homogène (graphe NO₂-2).

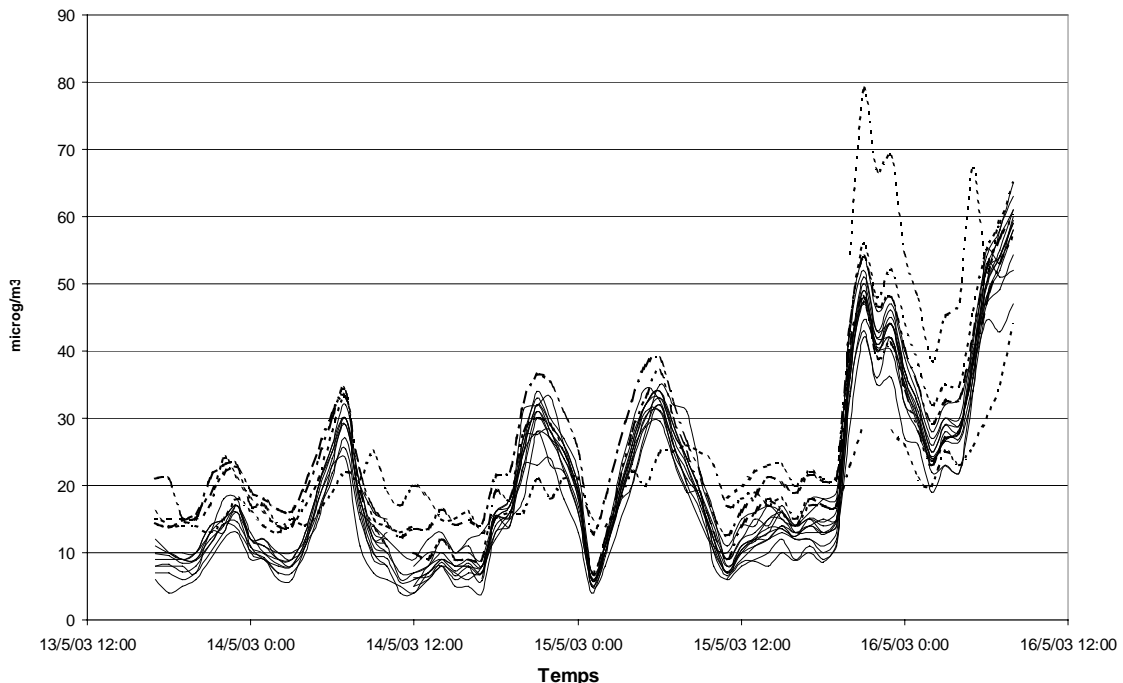
Différents participants (pointillés, graphe NO₂-1) présentent des évolutions spécifiques, les distinguant du groupe.

En terme d'intervalle de confiance relatif, nous atteignons la valeur de 21 %.

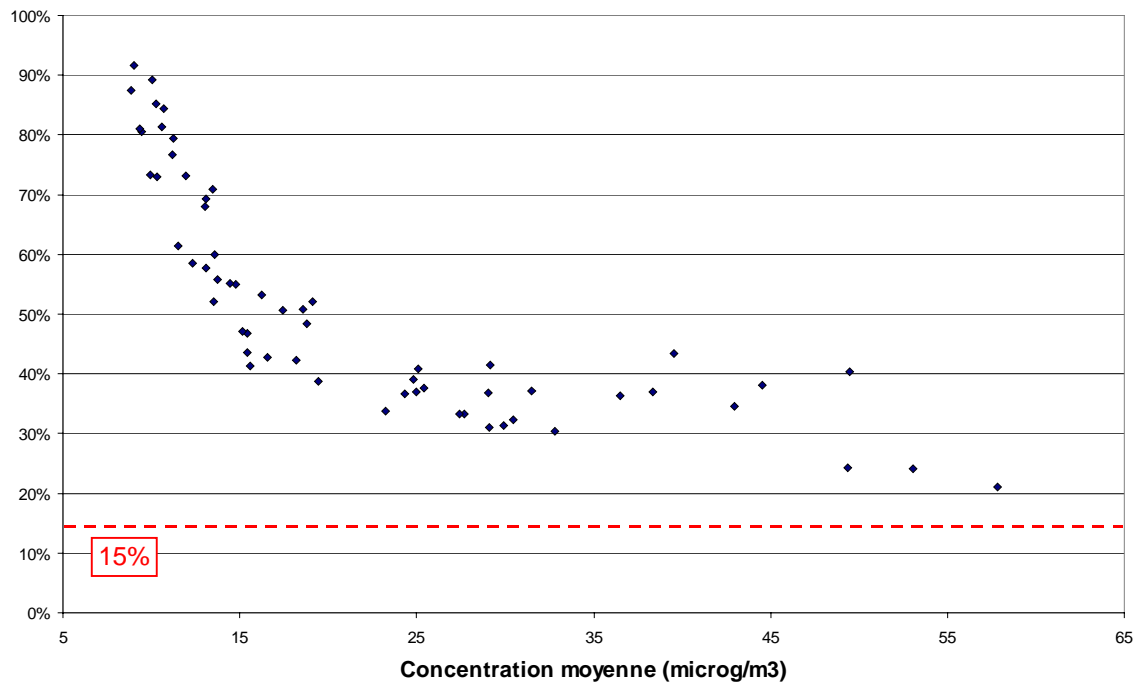
Un premier retrait permet d'atteindre 13 %, avec 2 valeurs légèrement supérieures à la limite, une au-dessous ; deux retraits supplémentaires n'améliorent pas le chiffre de 13 %, mais permettent de passer à 3 valeurs légèrement supérieures à la limite, une au-dessous.

Toutefois, la justification de tels retraits reste à établir.

Conclusion : *l'exercice d'intercomparaison présente, dans le cas du dioxyde d'azote, une base de données tout à fait satisfaisante en terme de maximum, mais aussi de répartition au sein de la plage. Le spectre de l'intervalle de confiance présente une décroissance observée par ailleurs, permettant, au-dessus de 50 µg.m⁻³, de se rapprocher de l'exigence réglementaire, sans toutefois l'atteindre.*



Graphique NO₂-1 : suivi temporel du dioxyde d'azote.



Graphique NO₂-2 : intervalle de confiance relatif.

6. SYNTHÈSE ET DISCUSSION

6.1 RÉSULTATS OBTENUS

6.1.1 Etendue

Comme nous avons pu le voir, les données recueillies ne permettent la réalisation d'une véritable intercomparaison que pour un nombre limité de polluants :

- le CO est "éliminé", les concentrations observées restant au niveau du zéro ;
- l'exploitation des mesures de NO, SO₂ et du PM₁₀, reste fragile du fait du nombre extrêmement réduit de valeurs significatives.

Seuls l'ozone et le dioxyde d'azote pour lesquels le domaine exploré est suffisant, bénéficient d'une réelle exploitation de leur base de données.

6.1.2 D'autres approches sont-elles possibles ?

Le calcul de l'intervalle de confiance permet de caractériser la dispersion à l'échelle du groupe des participants.

Nous avons choisi ici d'évaluer la qualité de cette dispersion en considérant l'intervalle de confiance relatif, dans le sens relatif au niveau de la concentration mesurée.

Deux autres pistes existent.

- Intervalle de confiance relatif, ramené à la valeur limite

La recherche de l'expression de l'intervalle de confiance sous une forme relative peut se faire, comme nous l'avons considéré jusqu'ici, en divisant la valeur absolue par la concentration mesurée ; il est également possible de diviser par la concentration au niveau de la limite réglementaire. L'idée est ici d'établir un lien plus direct avec la contrainte réglementaire.

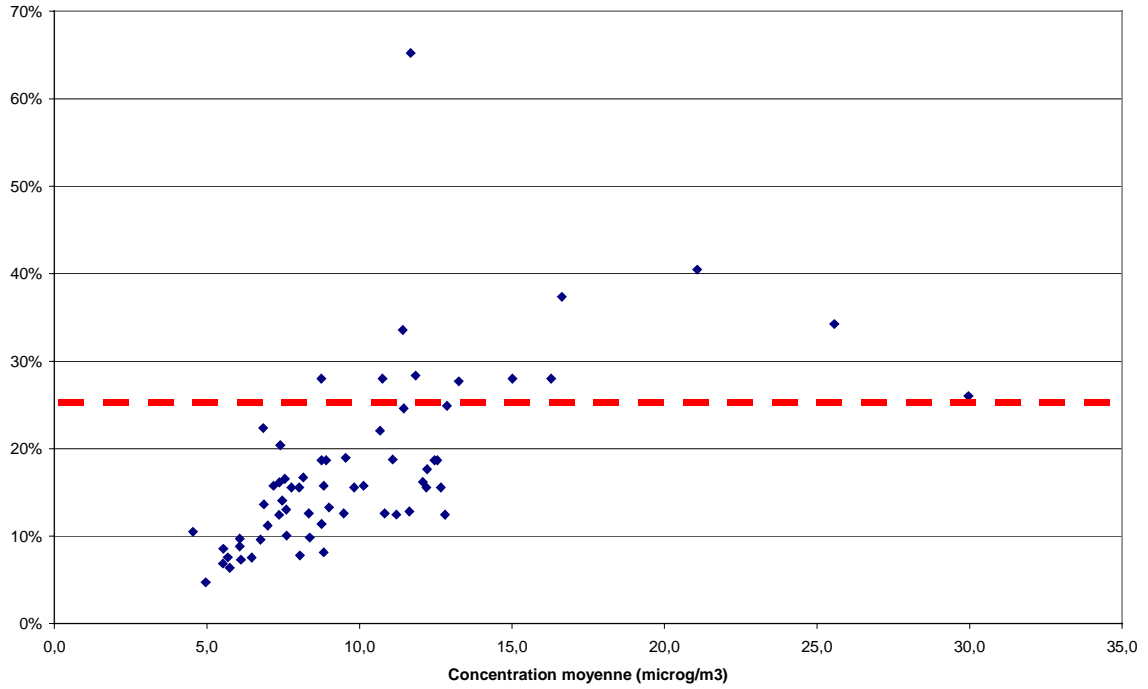
Considérons à titre d'exemple le cas des particules, ce qui revient à comparer l'intervalle de confiance absolu avec une valeur limite de 50 µg.m⁻³.

Le graphique 6.1 permet de visualiser cette démarche.

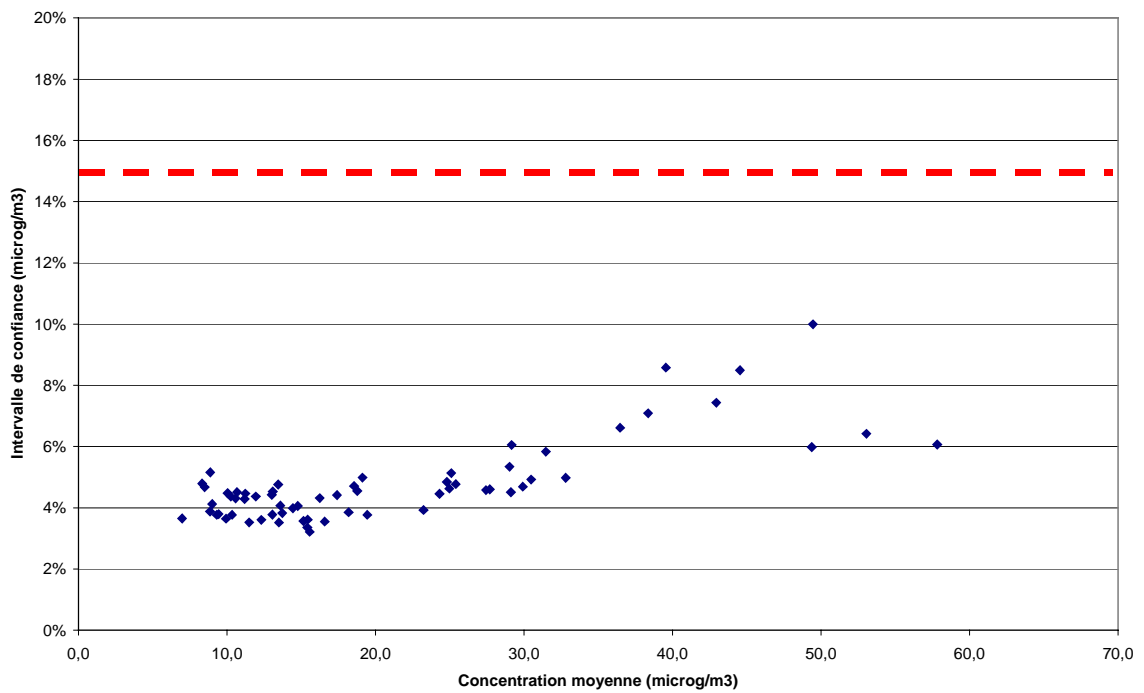
Le résultat n'est pas très probant dans la mesure où les niveaux pour lesquels nous avons observé la meilleure convergence, à savoir les concentrations les plus élevées, sont exclues, alors que l'ensemble des valeurs basse concentration sont reconnues comme de bonne qualité.

Considérons à présent un second exemple, à savoir le cas du dioxyde d'azote (graphique 6.2). Il apparaît ici que l'ensemble des résultats sont habilités, ce qui peut sembler excessif au vu des divergences sur certains points (graphiques NO₂-1).

Conclusion : *l'approche consistant à prendre en compte la valeur limite à la place de la concentration mesurée n'est pas très convaincante. Une recherche d'adaptation serait nécessaire.*



Graphique 6.1 : intervalle de confiance relatif ramené à la valeur limite, dans le cas de l'intercomparaison PM₁₀. Aucun retrait.



Graphique 6.2 : intervalle de confiance relatif ramené à la valeur limite, dans le cas de l'intercomparaison NO₂. Aucun retrait

□ Intervalle de confiance absolu

Cette solution consisterait tout simplement de ne considérer que la valeur absolue, et de la comparer à la valeur absolue exigée au niveau de la valeur limite.

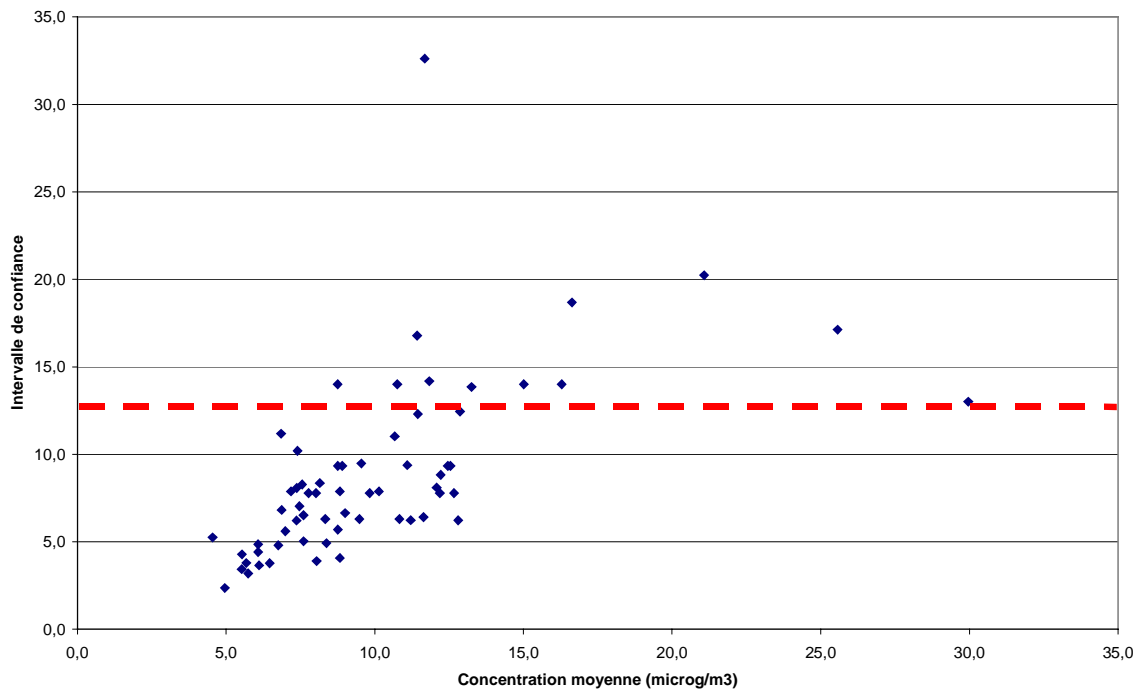
Si nous prenons le cas des particules, cela revient à comparer l'intervalle de confiance absolu avec un seuil de $12,5 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (25 % de $50 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$).

Le graphique 6.3 permet de visualiser cette démarche.

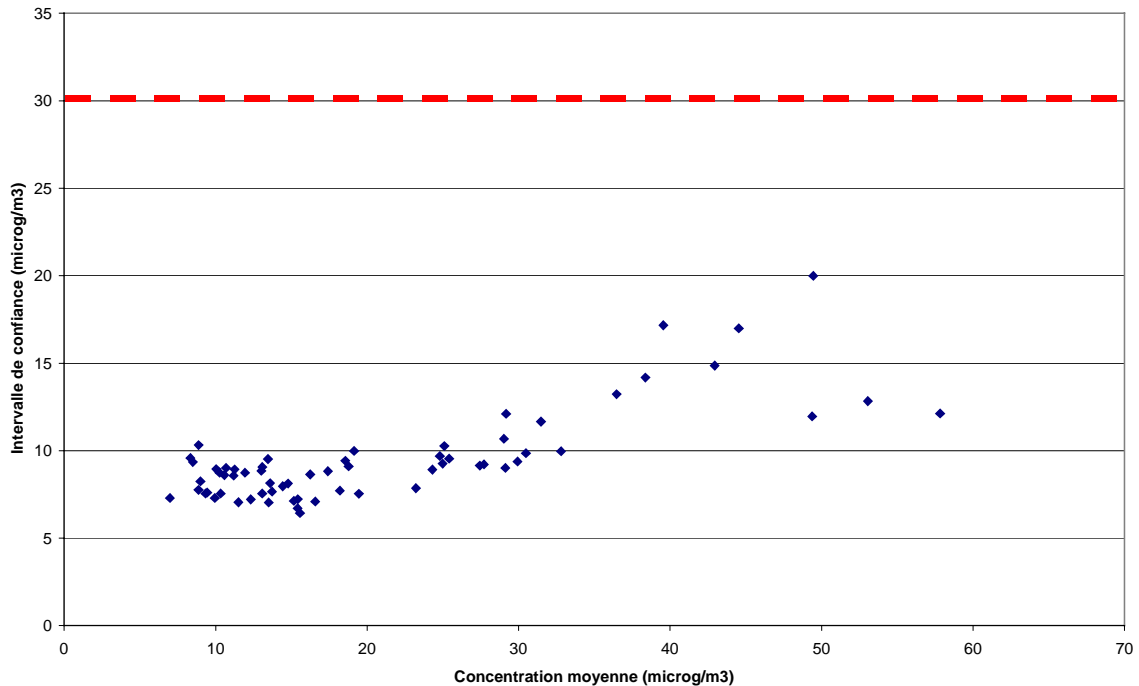
Le graphe 6.4 illustre cette démarche dans le cas du dioxyde d'azote.

Ce mode de calcul est à un facteur près (la concentration à la valeur limite) identique à la démarche précédente, ce qui nous amène à une analyse comparable.

Conclusion : la démarche consistant à utiliser la valeur absolue de l'intervalle de confiance constitue une simple variante mathématique de la démarche précédente et nous mène à une conclusion similaire.



Graphique 6.3 : intervalle de confiance absolu dans le cas de l'intercomparaison PM_{10} . Aucun retrait.



Graphique 6.4 : intervalle de confiance absolu dans le cas de l'intercomparaison pour le dioxyde d'azote.

□ Conclusion

L'intervalle de confiance permet de caractériser la qualité de la convergence entre les différents participants à une intercomparaison. Nous avons utilisé dans ce document une expression relative à la concentration mesurée. Des variantes existent (prise en compte de la valeur limite, ou valeur absolue stricte) ; un de leurs avantages est de valoriser les mesures faites à basse concentration, qui sont condamnées d'emblée par la première approche.

Toutefois, notre intérêt porte sur le comportement à la valeur limite, et donc sur les possibilités d'extrapolation à partir de la plage observée. A ce titre, la méthode de départ propose une représentation graphique beaucoup plus adaptée (exemple : graphe NO₂-2).

6.1.3 Retraits

Nous avons procédé dans différents cas au retrait de la base de données des observations réalisées par certains analyseurs.

La détection du problème peut se faire à différentes étapes :

- Détection lors des procédures de vérification : 2 cas (fuite dans le cas d'un TEOM, dysfonctionnement pour un analyseur de CO).
- Détection lors de la comparaison des résultats. Dans certains cas, l'analyse est délicate. A ce jour,
 - 5 cas justifiés : impact d'une ligne chauffée et une fuite sur la mesure de l'ozone, trois TEOM (variabilité excessive)

- Au moins 6 cas à étudier : sous-estimation ou sur-estimation systématique (un analyseur d’ozone, un analyseur de NO_x, deux TEOM) ; comportement atypique (deux analyseurs de NO_x, un analyseur de SO₂)

En résumé, sur un total de 80 analyseurs,

- les procédures de vérification initiale et de contrôle, nous ont amenés à écarter 2 appareils (2,5 % du parc) ;
- la comparaison entre analyseurs nous a amenés à détecter un dysfonctionnement sur 5 analyseurs (6,25 % du parc), et à nous interroger sur au moins 6 appareils (7,5 % du parc).

La question du bon fonctionnement a donc porté et porte sur au moins 16,25 % du parc d’analyseurs, l’apport principal (13,75 sur 16,25 %) étant à mettre au crédit de la comparaison entre appareils.

6.1.4 Respect des recommandations des directives

La demande exprimée est celle du respect d’une incertitude maximale (15 % ou 25 % selon les cas) **au niveau des valeurs limites**.

En l’absence de données au niveau des valeurs limites, tout l’enjeu de notre travail, pour chaque polluant, est d’évaluer la possibilité d’extrapoler les résultats trouvés dans les plages de concentration disponibles.

Nous constatons que sur les 2 polluants réellement exploitables, et sur les 3 polluants pour lesquels une première approche a été réalisée, **l’extrapolation des résultats ne donne une réponse positive que dans le cas de l’ozone**.

Toutefois, NO, NO₂, SO₂ et PM₁₀ présentent des situations plutôt encourageantes :

- leur situation reste inférieure au double de la valeur recommandée (exemples : 28 % pour SO₂, 21 % pour NO₂) ;
- un nombre réduit de retraits ménerait au respect de la recommandation pour NO et NO₂ ;
- on peut raisonnablement penser que l’augmentation du nombre de valeurs non-nulles, et un développement de la plage vers de plus fortes concentrations, devraient permettre d’atteindre de meilleurs intervalles de confiance relatifs, à l’exemple de l’ozone.

6.1.5 Métrologie PM₁₀

Il est important de souligner que nous avons rencontré une dispersion importante des mesures dans le cas du PM₁₀.

Le rôle perturbateur des systèmes de climatisation a été mis en évidence ; l’isolation thermique des tubes de prélèvement semble une solution adaptée à ce problème.

Il n’en demeure pas moins que si le retrait de trois participants particulièrement touchés par ce problème a permis de réduire cette dispersion, elle n’est pas pour autant satisfaisante ; elle pose la question de la qualité de la mesure de ce type de technique au-dessous de 15 µg.m⁻³.

6.2 POTENTIALITES DE CETTE METHODE

6.2.1 Dépendance vis-à-vis des concentrations rencontrées

Nous nous attendions à une forte dépendance vis-à-vis des concentrations disponibles sur le site.

Le fait que seuls 2 polluants sur 6 bénéficient d'un traitement complet confirme cette crainte.

Le niveau du maxima de concentration rencontré, et le nombre de valeurs éloignées du zéro, ont un poids majeur : une étendue limitée pénalise les participants à une intercomparaison ; elle donne un éclairage pessimiste vis-à-vis de la demande réglementaire. En conséquence, **la mise à disposition de niveaux de concentration significatifs doit être recherchée**, en cherchant à s'approcher le plus possible des valeurs limites horaires.

L'hypothèse du passage à un site de proximité doit cependant être étudiée avec précaution : il est en effet essentiel d'assurer un maximum d'homogénéité de l'échantillon, notamment en ce qui concerne les polluants primaires.

6.2.2 Organisation

- La mise à disposition des participants et des animateurs d'un système d'acquisition centralisée des données constitue un atout majeur : il permet en effet un suivi en continu de l'exercice.
- La gestion des participants (invitation, agenda, coordination, alimentation électrique, logement, etc.) constitue un travail important.

6.2.3 Echanges

Ce type d'exercice constitue une excellente opportunité de rencontre et d'échange pour les différents opérateurs ; cet aspect mériterait d'être développé.

7. CONCLUSION

Ce document propose une analyse de la campagne d'intercomparaison Interreg-ASPA de Mai 2003, qui a réuni 16 participants, 18 entités de mesure, 80 analyseurs.

Les éléments marquants sont les suivants :

- en terme de simple comparaison :
 - mise en évidence de problèmes techniques non détectés par les procédures initiales ou les systèmes automatiques (au moins 11 appareils, soit 13,75 % du parc) ;
 - retour d'expérience marquant sur l'utilisation des TEOM (influence de la climatisation) ;
- en terme de quantification des écarts :
 - pour la première fois au niveau français, détermination de l'intervalle de confiance (base horaire) pour des stations de mesure « Air ambient » ;
 - exploitation limitée de la base de données en raison de concentrations majoritairement faibles (NO, O₃, SO₂, CO, PM₁₀) ;
 - dans le cas du dioxyde d'azote, le seuil de 15 % est approché avec dans le meilleur des cas une valeur de 21 % ;
 - dans le cas de l'ozone, le seuil de 15 % est atteint dans la gamme 40 – 100 µg.m⁻³.

Le niveau du maxima de concentration rencontré, et le nombre de valeurs éloignées du zéro, ont un poids majeur : une étendue limitée pénalise les participants à une intercomparaison. On peut raisonnablement penser que l'augmentation de nombre de valeurs non-nulles, et un développement de la plage vers de plus fortes concentrations, devraient permettre d'atteindre de meilleurs intervalles de confiance relatifs, à l'exemple de l'ozone.

En conséquence, la mise à disposition de niveaux de concentration significatifs doit être recherchée, en cherchant à s'approcher le plus possible des valeurs-limites horaires.