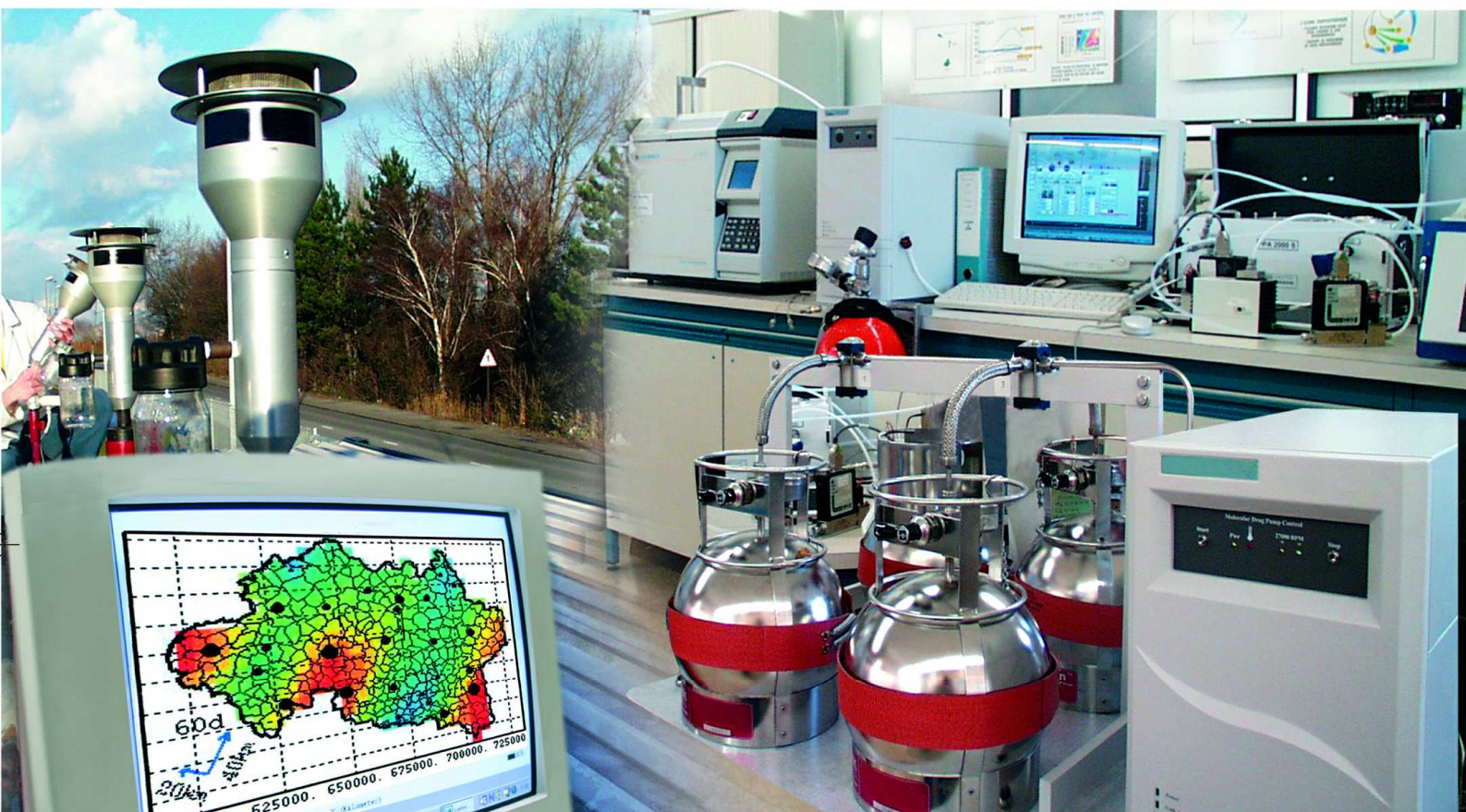




Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Utilisation du TEOM/FDMS pour la surveillance des PM

Rapport 2/2

Procédure d'équivalence : TEOM/FDMS PM10 et PM2,5 Campagne de Bobigny.

Novembre 2005 - version finale

Convention: 05000051

O. Le Bihan, H. Marfaing (AIRPARIF)





Ministère de l'Ecologie
et du Développement Durable

PREAMBULE

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué de laboratoires de l'Ecole des Mines de Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches finalisées à la demande du Ministère chargé de l'environnement, sous la coordination technique de l'ADEME et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par la Direction des Préventions des Pollutions et des Risques du Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique aux AASQA.

L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre des réglementations nationales et européennes mais aussi dans un cadre plus prospectif destiné à fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper les évolutions futures.



Ministère de l'Écologie
et du Développement Durable

**Utilisation du TEOM/FDMS
pour la surveillance des PM
Rapport 2/2
Procédure d'équivalence :
TEOM/FDMS PM10 et PM2,5
Campagne de Bobigny.**

Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

Convention 05000051

Financée par la Direction des Préventions des Pollutions et des Risques
(DPPR)

Novembre 2005

C. Ampe (AIRPARIF), R. Aujay, I. Fraboulet, S. Geffroy, G. Guthertz
(AIRPARIF), B. Herbin (EMD), O. Le Bihan, H. Marfaing (AIRPARIF), F. Mathé
(EMD), M. Reynaud, A. Smith.

Ce document comporte 27 pages (hors couverture et annexes).

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	O. LE BIHAN	J. POULLEAU	M.RAMEL
Qualité	Ingénieur Unité Qualité de l'Air	Ingénieur, Adjoint de l'Unité Qualité de l'Air	Responsable LCSQA/INERIS Direction des Risques Chroniques
Visa			

TABLE DES MATIERES

1. RESUMÉ.....	2
2. REMERCIEMENTS	3
3. DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE.....	4
3.1 Norme PM2,5	4
3.2 Guide « Démonstration de l'équivalence »	5
3.3 Principales conditions à respecter.....	5
3.4 Calcul	6
4. LE SITE AIRPARIF DE BOBIGNY	8
5. MÉTHODE DE RÉFÉRENCE	10
5.1 Statut du Partisol.....	10
5.2 Salle de pesée	10
6. RÉSULTATS	11
6.1 Météorologie, gamme de concentration	11
6.2 Méthode de référence : démonstration du respect des contraintes.....	12
6.2.1 Choix d'un stockage en remorque, des préleveurs gravimétriques	12
6.2.2 Respect de la contrainte sur la température de prélèvement	13
6.2.3 Respect des contraintes de température lors du stockage sur site, du transport et du stockage en salle de pesée	14
6.3 Résultats concernant la méthode candidate TEOM/FDMS PM10.....	16
6.4 Résultats concernant la méthode candidate TEOM/FDMS PM2,5.....	22
7. CONCLUSION.....	27

1. RESUME

Constatant la difficulté qu'il y avait à utiliser la méthode de référence de mesure des PM10 au sein d'un réseau de surveillance en utilisation quotidienne, l'ensemble des intervenants français s'est orienté vers la mise en œuvre de techniques automatiques (micro-balance, jauge Beta).

Celles-ci ont dû évoluer afin de prendre en compte les composés particuliers volatils. C'est ainsi que des modules spécifiques (FDMS et RST) ont été adjoints aux matériels de mesures classiques que sont les appareils TEOM et jauge β . Ainsi équipés les appareils ont pu être testés pour démontrer leur équivalence avec la méthode de référence.

La campagne de mesure présentée est la première des quatre campagnes destinées à fournir des données comparatives entre la méthode de référence EN12341(ou assimilée) et les techniques candidates, à savoir :

- le TEOM/FDMS PM10
- le TEOM/FDMS PM2.5
- la jauge Beta PM10.

Le contexte plus général, et notamment la stratégie française, sont abordés dans un second rapport intitulé « Utilisation du TEOM/FDMS pour la surveillance des PM : Synthèse des travaux 2005 ».

Les résultats obtenus lors de la campagne de Bobigny sont favorables pour l'ensemble des méthodes candidates.

2. REMERCIEMENTS

Les rédacteurs remercient les sociétés ECOMESURE et Environnement SA, pour leur soutien apporté dans le cadre de cette étude.

3. DOCUMENTS DE REFERENCE

Lors du lancement à l'automne 2004, de la démarche de démonstration de l'équivalence au niveau français, deux documents étaient en cours de réalisation : d'une part une norme dédiée à la mesure du PM_{2,5} (cf. 3.1) et d'autre part un document d'appui décrivant de manière générale la procédure à suivre pour évaluer l'équivalence d'une technique par rapport à une méthode de référence (cf. 3.2).

Nous en avons tiré des conditions générales d'essais (cf. 3.3), et un mode d'exploitation des résultats (cf. 3.4).

3.1 NORME PM_{2,5}

Le projet de norme prEN 14907 a été élaboré au niveau européen par le Comité Technique CEN/TC 264 "Qualité de l'air".

Son intitulé précis est : « Qualité de l'air ambiant — Méthode de mesurage gravimétrique de référence pour la détermination de la fraction massique MP_{2,5} de matière particulaire en suspension ».

L'objectif de ce document est « de présenter une méthodologie harmonisée et pratique de surveillance de la concentration massique MP_{2,5} dans l'air ambiant, selon la Directive communautaire 96/62/CE sur l'évaluation et la gestion de la qualité de l'air ambiant et la Directive du Conseil 1999/30/CE... »

« Les mesurages de MP_{2,5} ne peuvent pas être raccordés à des étalons de référence. Par conséquent, la méthode de référence décrite dans la présente norme définit la grandeur mesurée par convention, en particulier par la conception de la tête d'échantillonnage et les paramètres opérationnels associés couvrant l'ensemble du processus de mesurage. La présente norme comprend :

- une méthode manuelle de mesurage gravimétrique de référence de MP_{2,5} ;
- un résumé des caractéristiques de performance de la méthode, y compris l'incertitude de mesure ;
- une procédure pour déterminer si d'autres méthodes de mesurage (par exemple, d'autres méthodes de surveillance automatique ou gravimétrique manuelle) sont équivalentes à cette méthode de référence (Annexe A). »

Une version française a été mise en circulation en mars 2004.

Elle a été suivie d'une version modifiée, en langue anglaise, mise en circulation en novembre 2004 (N 251).

Des évolutions notables ont été observées entre ces différentes versions, tant au niveau de certaines contraintes. La température maximum de stockage des filtres après prélèvement est passée de 20°C à 23°C , qu'au niveau de la notion d'équivalence qui a été totalement supprimée, référence étant faite au Guide sur la démonstration d'équivalence (cf. paragraphe suivant).

Ce dernier document a pour avantage d'approfondir les conditions de mise en œuvre de la méthode de référence, en comparaison avec la norme EN 12341 dédiée au PM10. Cette dernière est considérée, mais nous avons fait le choix de donner priorité à la norme prEN14907 ; en effet, il est prévu que ce nouveau texte –plus précis et plus exigeant- serve de base à une future révision de la norme EN 12341.

3.2 GUIDE « DEMONSTRATION DE L'EQUIVALENCE »

Ce guide a pour objectif de définir précisément la procédure à suivre si l'on souhaite démontrer l'équivalence entre une technique de mesure et une méthode de référence.

Dans le cas qui nous occupe ici, il s'agit donc de démontrer l'équivalence entre d'une part le TEOM/FDMS PM10 et la jauge Beta Env. SA PM10, ainsi que le TEOM/FDMS PM2,5, et d'autre part la méthode gravimétrique telle que définie par la norme EN12341 et la norme EN 14907 (cas du PM2,5).

Il est important de préciser le statut de ce document : il ne s'agit en aucun cas d'une norme, puisqu'il a été rédigé en dehors des instances du CENTC 264 et par un groupe d'expert ne disposant pas de délégation ou de mission officielle particulière.

A la demande du MEDD, la commission européenne a précisé que le statut de ce document est purement informatif. Son utilisation revêt donc un aspect purement volontaire.

Une partie spécifique de ce document est dédiée à la mesure des PM (chapitre 9).

Son apport principal en ce qui concerne les travaux français est :

- de définir un principe général : pour les particules, comparaison entre appareils sur site
- de fournir un ensemble de caractéristiques (nombre de sites, caractéristiques, nombre d'échantillons, etc.)
- de détailler une procédure de calcul,
- et enfin, de définir les paramètres à considérer et les seuils associés à respecter (dispersion intra- et inter-méthodes, incertitude).

Depuis octobre 2005, le texte a revêtu cependant indirectement un caractère normatif puisqu'il est cité par le CENTC264 GT22 dans l'une de ses normes comme la procédure à suivre pour montrer l'équivalence d'une méthode candidate avec la méthode de référence. Il est également mentionné dans le projet de nouvelle directive (version de septembre 2005).

3.3 PRINCIPALES CONDITIONS A RESPECTER

Le tableau 3.1 synthétise les principales conditions à respecter lors de la mise en œuvre de la procédure d'équivalence, en terme de pesée.

Le tableau 3.2 concerne les autres aspects.

Deux conditions sont particulièrement importantes et concernent la température des filtres, durant et après l'échantillonnage (Tableau 3.2 / température) :

- effectuer un échantillonnage à +/- 5°C vis-à-vis de la température extérieure
- s'assurer que la température de stockage ne dépasse jamais la température de prélèvement ; dans le cas où la température de prélèvement est inférieure à 23°C, la température de stockage ne dépasse jamais 23°C.

3.4 CALCUL

L'exploitation des données comprend :

- la vérification de la dispersion interne de la méthode de référence : pour ce faire, cette méthode est dupliquée ;
- la vérification de la dispersion interne de la méthode candidate : là encore, il doit y avoir duplication ;
- calcul de l'incertitude, et confrontation au maxima de 25 % au niveau de la valeur limite 24h (50 µg/m³).

Sujet	document	paragraphe	contenu
CHAMBRE DE PESE			
Chambre de pesée	prEN 14907 N 251		climatisée
Température	prEN 14907 N 251		mesure en continu
Température	prEN 14907 N 251, EN 12341	Annexe C	20°C +/- 1
Humidité	prEN 14907 N 251		mesure en continu
Humidité	prEN 14907 N 251, EN 12341	Annexe C	50% +/- 5
Respect de la norme 12341	prEN 14907 N 251		
Balance	prEN 14907 N 251		"resolution"=< 10 microg/m ³
PROCEDURE DE PESEE			
Conditions de pesée	prEN 14907 N 251		relevées avant chaque session
Manipulation	prEN 14907 N 251		pincés en acier inoxydable
Filtres référents :	prEN 14907 N 251		2 filtres
Filtres référents :	prEN 14907 N 251		pesée enregistrée à chaque session
Filtres référents :	prEN 14907 N 251		écart inférieur à 40 microg
PREPESEE			
Conditionnement préalable	prEN 14907 N 251		48h minimum
Pas de dessiccation poussée	EN 12341	Annexe C	
Ecart entre les deux prépesées	prEN 14907 N 251		12h minimum
Critère de qualité	prEN 14907 N 251		40 µg maximum entre les deux pesées.
Résultat	prEN 14907 N 251		moyenne des deux prépesées

Tableau 3.1 : origine et contenu des principales obligations à remplir en terme de pesée.

Sujet	document	paragraphe	contenu
MATERIEL			
validité du Partisol (hors stockage)	prEN 14907 N 251	5	tête, etc.
longueur inlet/filtre	prEN 14907 N 251	5.1.2	< 3 m
nature chimique des tuyaux	prEN 14907 N 251	5.1.2	PTFE, glass, quartz
nature chimique des supports de filtre	prEN 14907 N 251	5.1.3	inox, polycarbonate, grille en POM or PTFE.
MAINTENANCE			
graisseage des inlets	prEN 14907 N 251	7.1	respect des instructions données par le constructeur.
	prEN 14907 N 251	7.1	15j minimum par défaut
FILTRE			
nature	prEN 14907 N 251	5.1.3	PTFE, glass, quartz
nature	EN 12341	Annexe C	fibres, quartz
efficacité de prélèvement	EN 12341	Annexe C	> 99,5 %
efficacité de prélèvement	prEN 14907 N 251	5.1.3	au moins 99,5 % pour un diamètre de 0,3 µm
diamètre	prEN 14907 N 251	5.1.3	entre 34 et 41 mm
TEMPERATURE			
température de prélèvement	prEN 14907 N 251	5.1.2 et 5.1.3	temp filtre = temp ext +/- 5°C
température de stockage	prEN 14907 N 251	6.4	Bobigny / hiver : =< 23°C
DEBIT			
système général de régulation	prEN 14907 N 251	5.1.4	
valeur	prEN 14907 N 251	5.1.4	2,3 m3/h +/- 2%
FDMS	prEN 14907 N 251		nominal +/- 10%, +/- 5% sur 24h
partisol	prEN 14907 N 251		nominal +/- 10%, +/- 5% sur 24h
pas de temps	prEN 14907 N 251		résolution de 5'
durée de prélèvement	prEN 14907 N 251	6.3	24h +/- 1h
durée de stockage	prEN 14907 N 251	6.4	15 jours maximum
CALIBRATION'			
	<u>"calibration" débit</u>		
traçabilité étalon	prEN 14907 N 251	7.2.1	utilisation d'un étalon raccordé au niveau national
incertitude élargie étalon	prEN 14907 N 251	7.2.1	2 % (à 95%)
contrôle	prEN 14907 N 251	7.2.1	ajustement au-dessus de 2 %
	<u>température</u>	prEN 14907 N 251 (7.2.2)	raccordement
	<u>pression</u>	prEN 14907 N 251 (7.2.2)	raccordement
	<u>humidité</u>	prEN 14907 N 251 (7.2.2)	raccordement

Tableau 3.2 : origine et contenu des principales obligations, hors pesée.

4. LE SITE AIRPARIF DE BOBIGNY

La station AIRPARIF utilisée dans le cadre de cette campagne de mesure, est une station urbaine de fond, située au nord-est de Paris (Figure 4.a).

AIRPARIF dispose d'une longue expérience de ce site. Qui plus est, il dispose en permanence de deux TEOM 50°C, PM10 et PM2.5, ce qui est d'un très grand intérêt pour observer l'apport des modules FDMS.

Une remorque a été mise en place par Airparif à côté de la station (photo 4.a). Elle a permis la mise en œuvre de 4 préleveurs gravimétriques séquentiels, et de 4 TEOMS/FDMS (Photo 4.b).

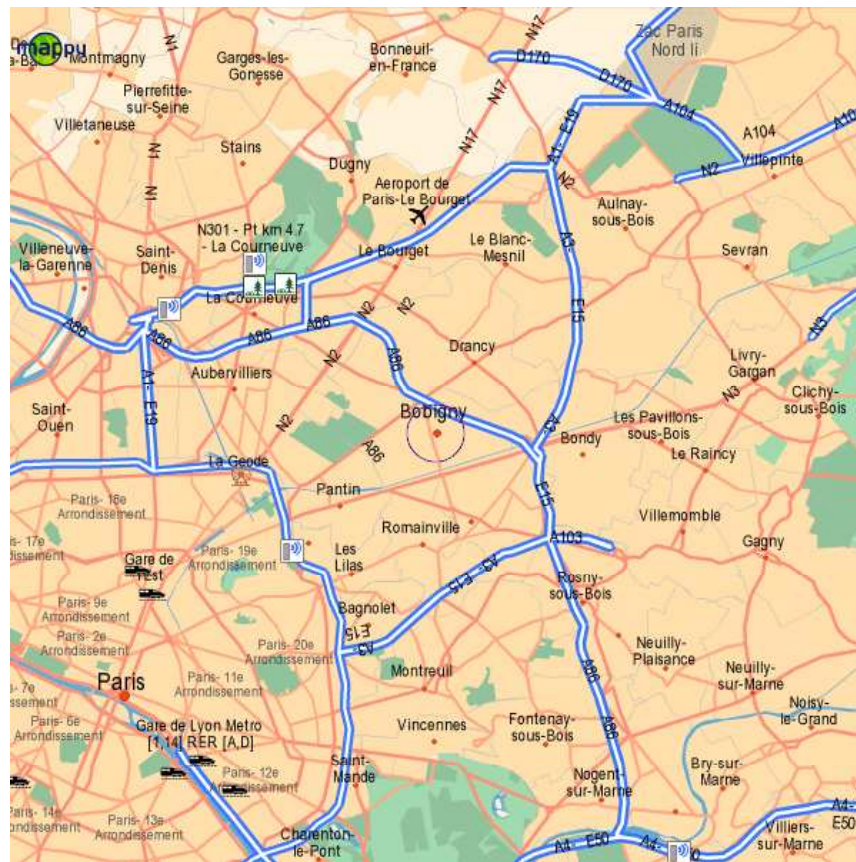


Figure 4.a : localisation géographique du site par rapport à l'agglomération parisienne.



Photo 4.a : photo d'ensemble de l'installation.

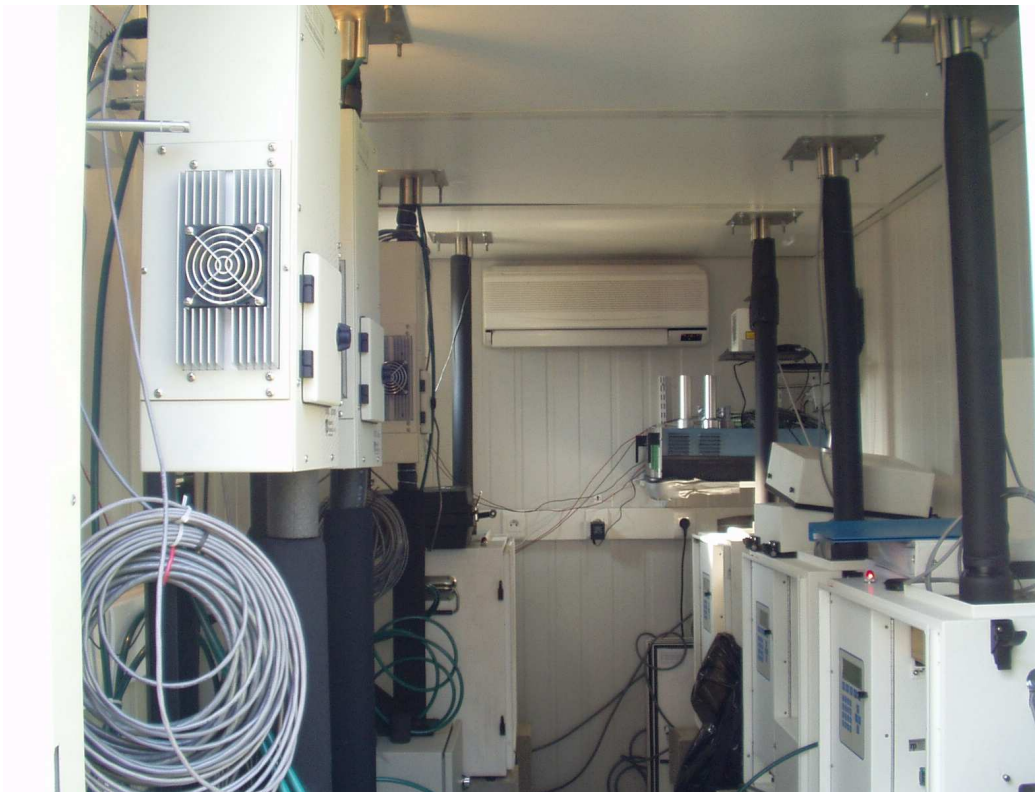


Photo 4.b : disposition à l'intérieur de la remorque AIRPARIF.

5. METHODE DE REFERENCE

5.1 STATUT DU PARTISOL

Dans la mesure où les appareils de référence tels que désignés par la norme EN 12341 sont inadaptés pour réaliser un suivi en automatique, et qu'il est indispensable, pour ce type d'exercice, d'avoir recours à des versions séquentielles, l'appareil de référence gravimétrique utilisé pour la campagne est le préleveur séquentiel Partisol 2025 (également désigné sous l'appellation « Partisol Plus ») de marque Rupprecht et Patashnick. Cet appareil peut être considéré comme équivalent à la méthode de référence, dans la mesure où des tests d'équivalence selon le protocole de la norme EN 12341 ont montré la conformité de ce type d'appareil [Test Report on the proof of the equivalence of the Partisol-Plus Model 2025 Air Sampler for the collection of airborne particulate matter from Rupprecht & Patashnick Co. Inc. using the reference method according to the European Standard EN 12341 (P. Mückler - TUV - November 2000 - reference 1.6/205/90)].

5.2 SALLE DE PESEE

L'INERIS dispose depuis plusieurs années d'une salle de pesée, conçue à l'attention et en conformité avec les besoins du LCSQA (norme EN 12341) : cela implique notamment le contrôle en température et en humidité.

6. RESULTATS

6.1 METEOROLOGIE, GAMME DE CONCENTRATION

Les conditions météorologiques ont été telles durant la campagne de Bobigny (janvier-mi-avril 2005), que la station a été pour l'essentiel alimentée en masses d'air provenant de la région parisienne (Figure 6.a).

Ces conditions ont permis de respecter une condition essentielle du Guide, à savoir de disposer d'au moins 20 % de la base de données au-dessus de la moitié de la valeur limite journalière, soit $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (Figure 6.b).

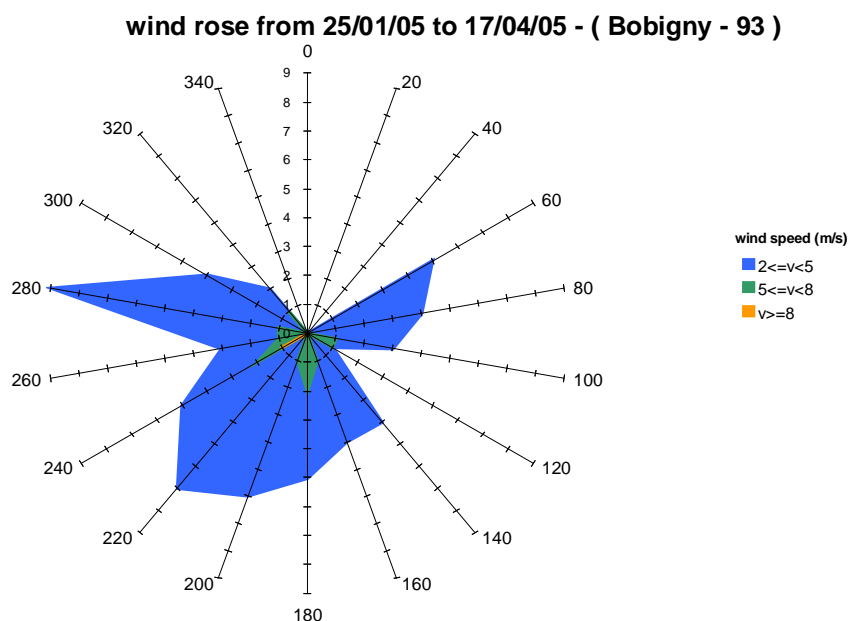


Figure 6.a : campagne de Bobigny - rose des vents.

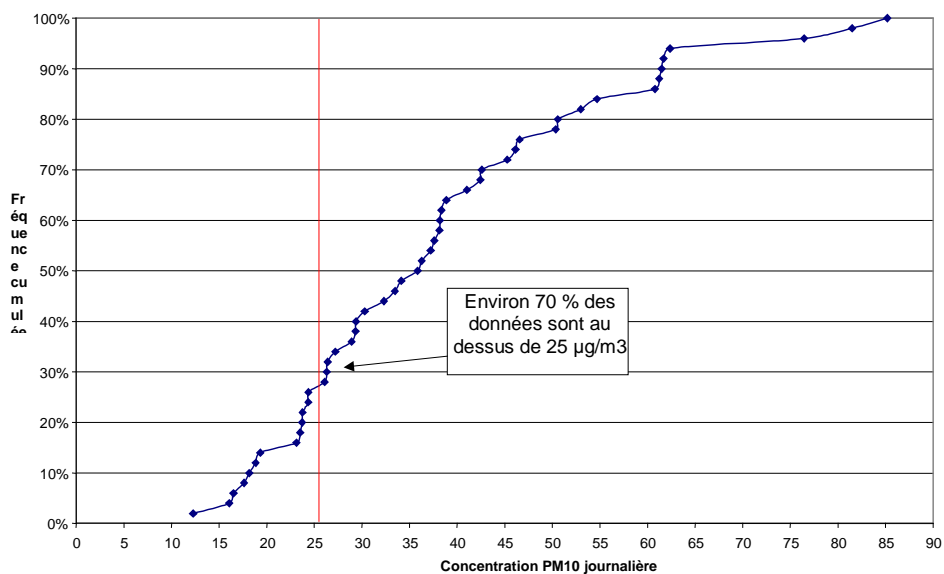


Figure 6.b : faible fraction de données au-dessous de $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$, pour le PM10.

En ce qui concerne la mesure du PM_{2,5}, nous ne disposons pas à ce jour de valeur limite journalière ; ce point sera abordé plus loin.

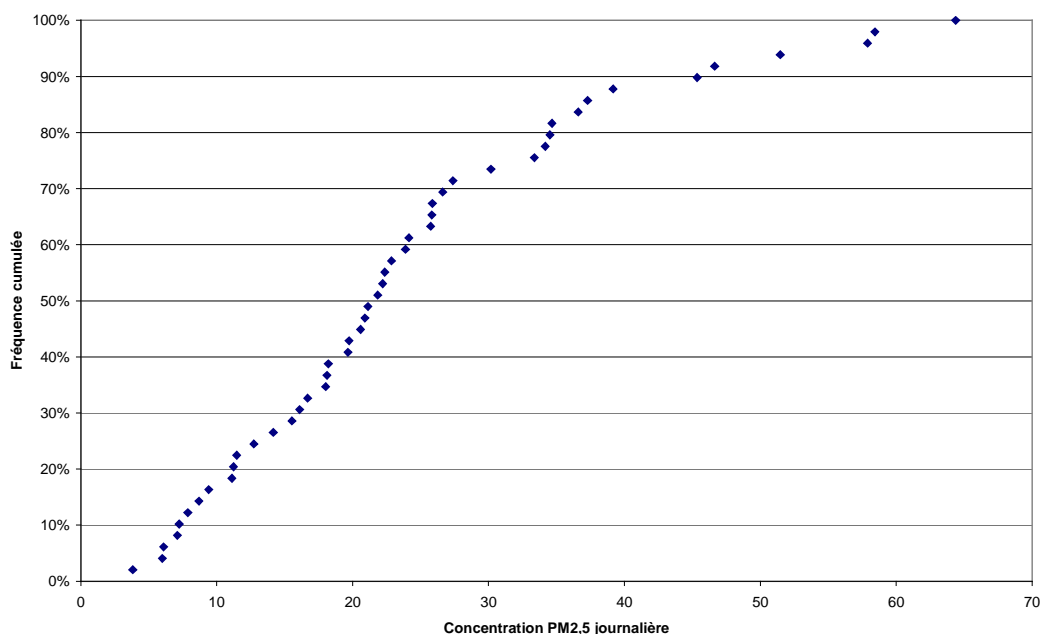


Figure 6.b-bis : fréquence cumulée en PM_{2,5}.

6.2 METHODE DE REFERENCE : DEMONSTRATION DU RESPECT DES CONTRAINTES

6.2.1 CHOIX D'UN STOCKAGE EN REMORQUE, DES PRELEVEURS GRAVIMETRIQUES

Il convient d'éviter, lors de la mise en œuvre d'un préleveur gravimétrique, de se trouver dans une situation telle que l'instrument se trouve en plein soleil, où tout ou partie de l'appareil pourrait atteindre des températures supérieures à celle de l'air ambiant, avec le risque de pertes de composés volatils.

Une telle situation entraînerait une sous-estimation de la concentration en particules par la méthode de référence.

A ce titre, il est à noter qu'observer des valeurs supérieures pour une technique automatique à une méthode de référence, en été, peut être lié à une telle situation, ou à une exposition des filtres à une température inadaptée lors du transport ou du stockage.

C'est pourquoi nous avons fait le choix de placer les préleveurs Partisol à l'intérieur d'une remorque climatisée. Nous avons ainsi pu réaliser des prélèvements à +/- 5°C par rapport à l'air extérieur (cf. paragraphe suivant), et cela nous a permis de contrôler totalement l'aspect « température », à commencer par celle du stockage des filtres.

6.2.2 RESPECT DE LA CONTRAINTE SUR LA TEMPERATURE DE PRELEVEMENT

Comme indiqué précédemment, le filtre en cours d'utilisation doit être à une température proche de la température extérieure.

Pour ce faire, nous avons eu recours à une isolation thermique relativement poussée des lignes de prélèvement.

Nous avons également agi sur la température de consigne de la climatisation, qui a été progressivement diminuée jusqu'à atteindre notre objectif.

Enfin, le radoucissement des températures extérieures a également permis de réduire l'écart entre températures intérieure et extérieure.

Les relevés ont été effectués de manière ponctuelle (Figure 6.c), à l'aide d'une sonde dont la partie sensible est très petite. Les sondes de température disponibles sur le Partisol n'ont pas été utilisées car elles ont été conçues à l'origine pour une installation en extérieur : si elles sont liées à la température de la matrice, elles sont également influencées par la température du corps du préleveur.

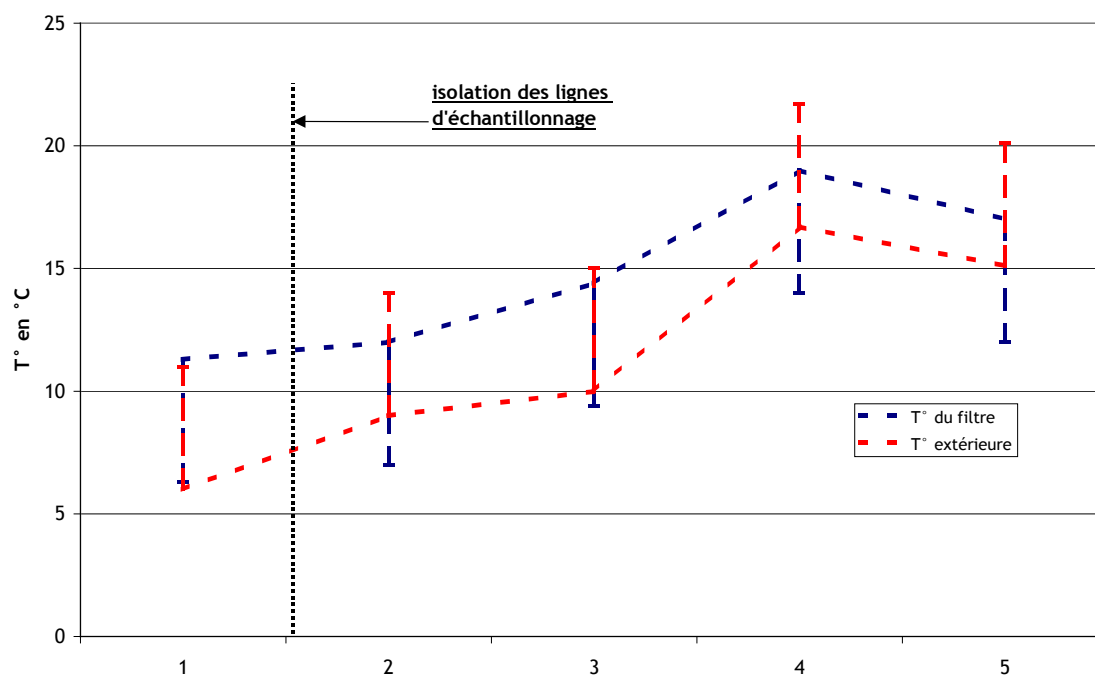


Figure 6.c : Différence entre température externe et filtre après isolation des lignes d'échantillonnage – respect de l'obligation d'une différence inférieure ou égale à 5°C.

6.2.3 RESPECT DES CONTRAINTES DE TEMPERATURE LORS DU STOCKAGE SUR SITE, DU TRANSPORT ET DU STOCKAGE EN SALLE DE PESEE

Les Figures 6.d à 6.f détaillent le suivi de la température des échantillons tout au long de leur cheminement, de leur stockage sur site en passant par leur transport et leur stockage en salle de pesée.

Comme nous pouvons l'observer, le plafond de 23°C a été respecté tout au long de ce processus.

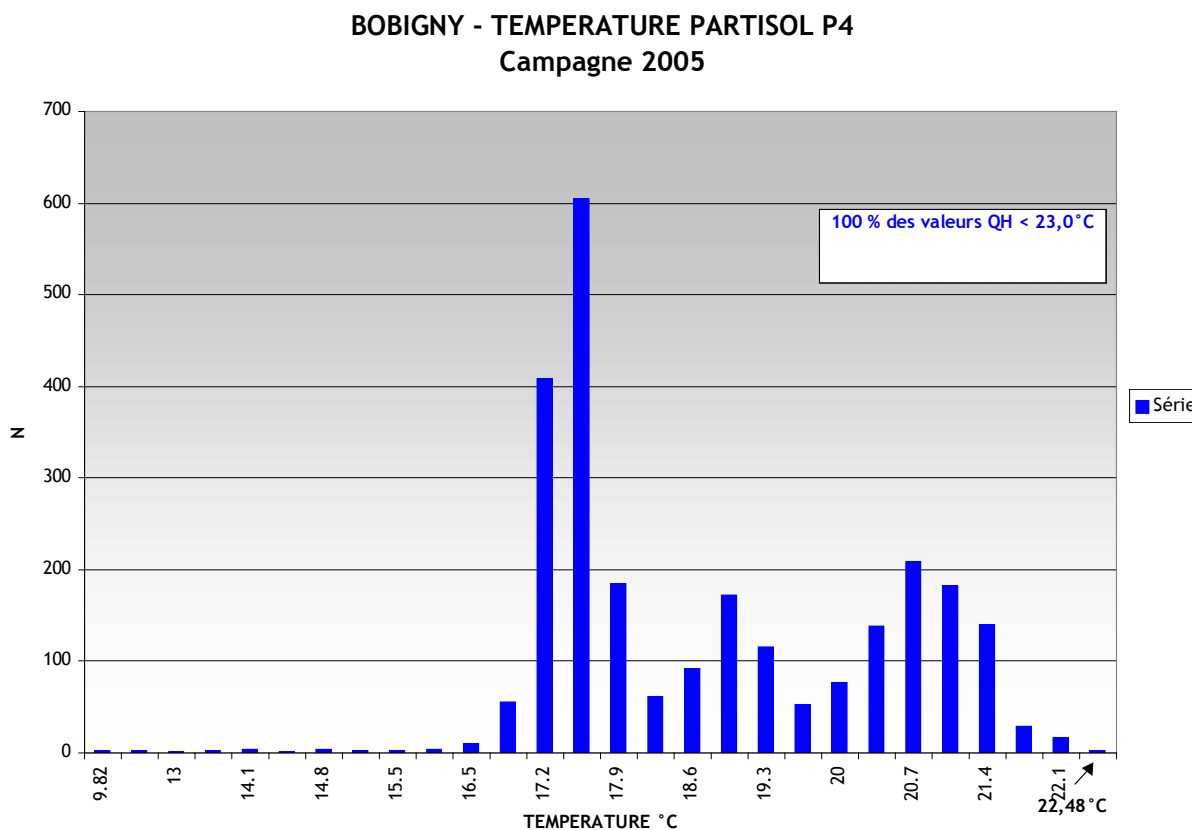


Figure 6.d : histogramme des températures à l'intérieur de la remorque lors de la campagne de Bobigny.

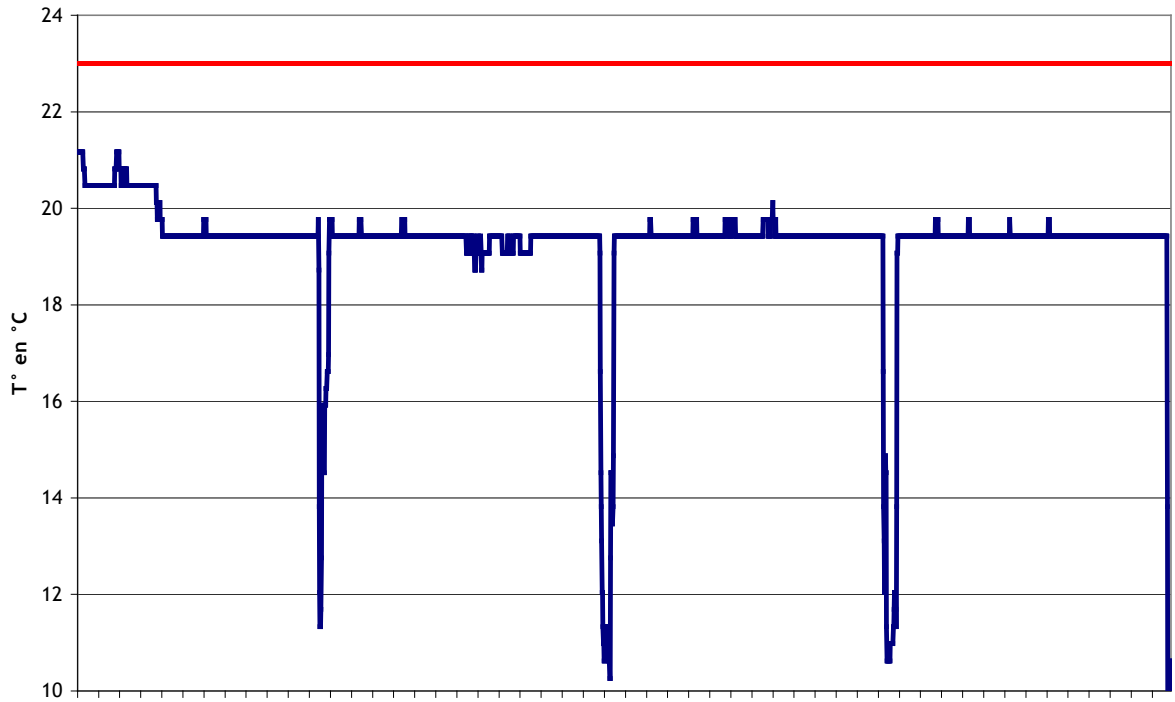


Figure 6.e : suivi de la température du capteur « transport » durant le mois de février.

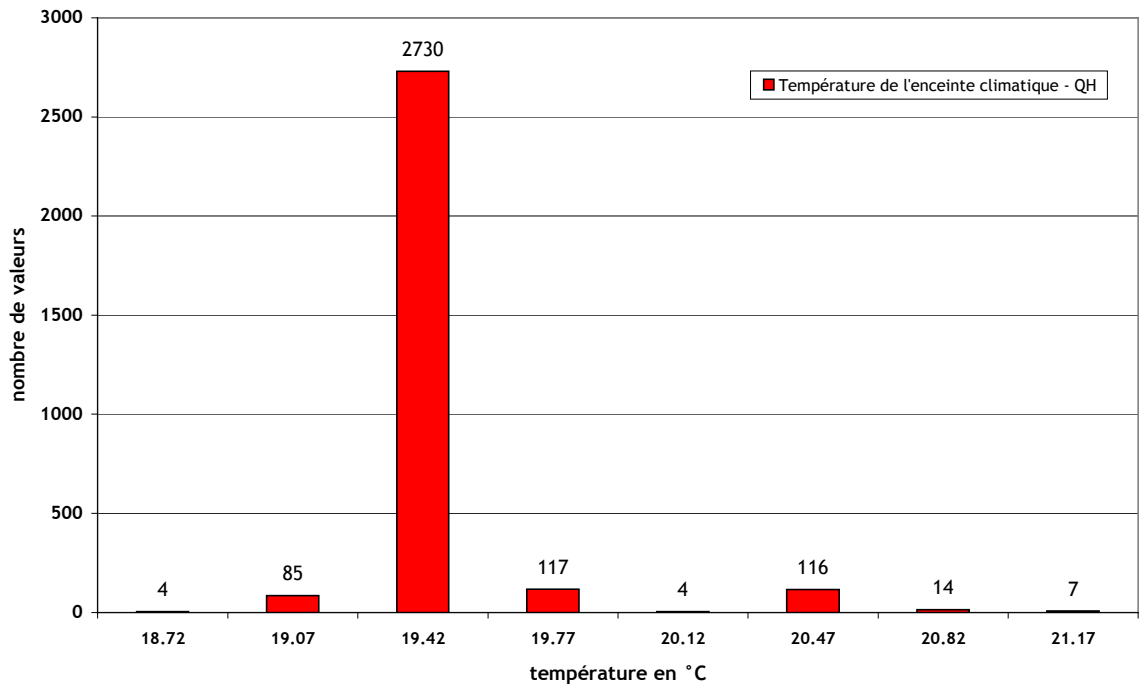


Figure 6.f : histogramme de fréquence de la température dans la salle de pesée lors de la campagne.

6.3 RESULTATS CONCERNANT LA METHODE CANDIDATE TEOM/FDMS PM10

L'observation des données expérimentales permet d'emblée de constater l'efficacité du module FDMS : en effet, le suivi temporel (Figure 6.g) montre d'une part une sous-estimation quasi-systématique de l'appareil 50°C (TEOM classique), et d'autre part, une convergence systématique entre TEOM/FDMS et méthode de référence.

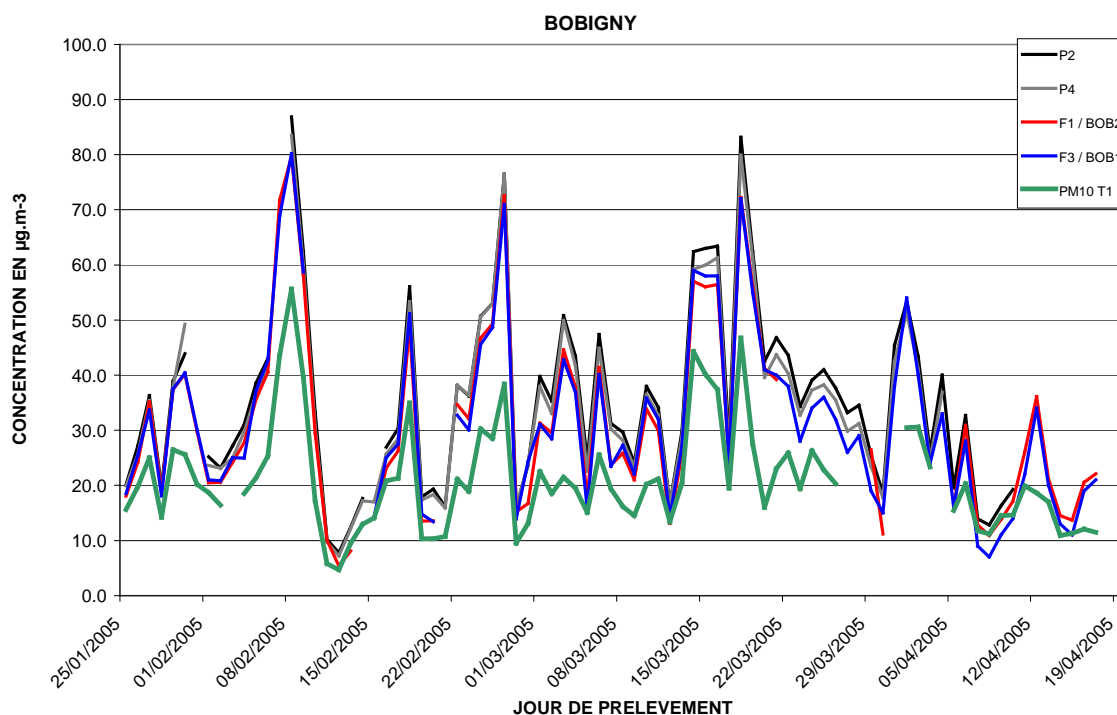


Figure 6.g : Suivi temporel des mesures PM10 par Partisol (P2 et P4), TEOM/FDMS (F1 et F3) et par TEOM 50°C (PM10 T1).

PM10 - Obligation en terme de « hautes » concentrations

Comme le montre le tableau 6.a, cette obligation est très largement respectée.

Exigence	Ensemble des données > 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Résultat
20 % des données au-dessus de 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	73 %	Positif

Tableau 6.a : condition sur le pourcentage de données inférieures à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

PM10 - Obligation en terme de dispersion intra-méthode (répétabilité)

La répétabilité de chaque méthode est très bonne, comme le montrent les figures 6.h et 6.i, ainsi que les tableaux 6.b et 6.c. Il est à noter qu'à des fins d'illustration, une courbe de tendance linéaire selon les moindres carrés a été placée sur chaque graphique ; le calcul rapporté dans les tableaux est quant à lui basé sur une régression orthogonale.

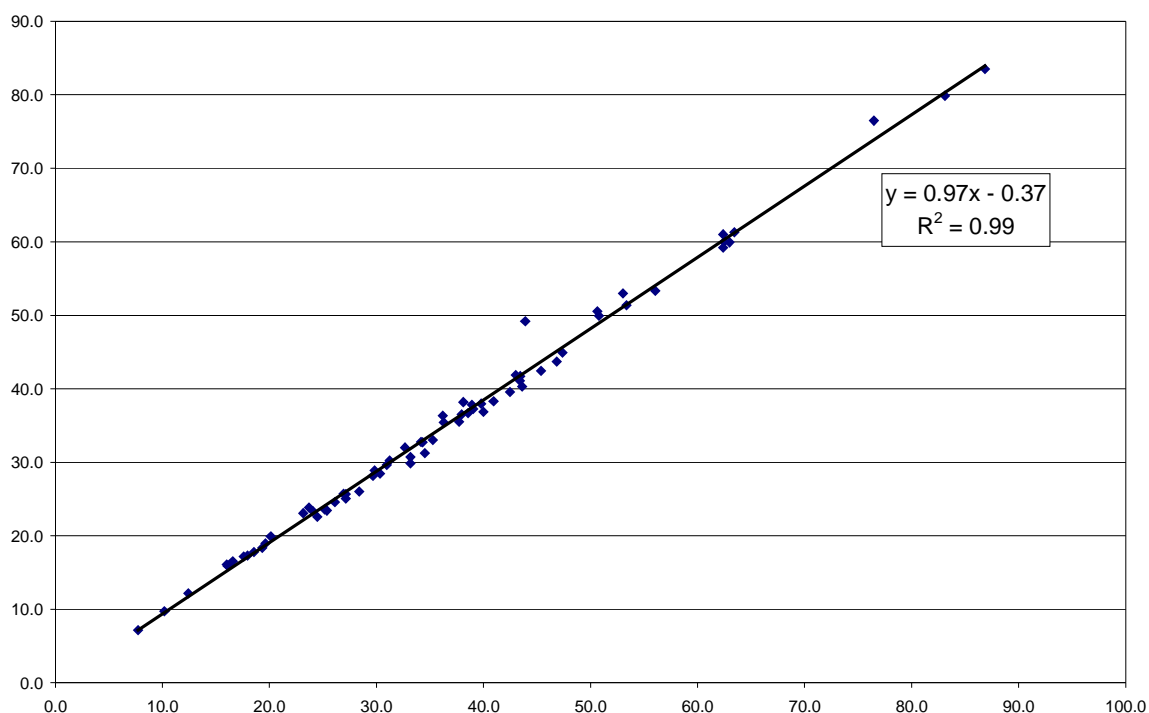


Figure 6.h : observation de la dispersion interne des Partisols PM10 (résultats d'un partisols en fonction du second)

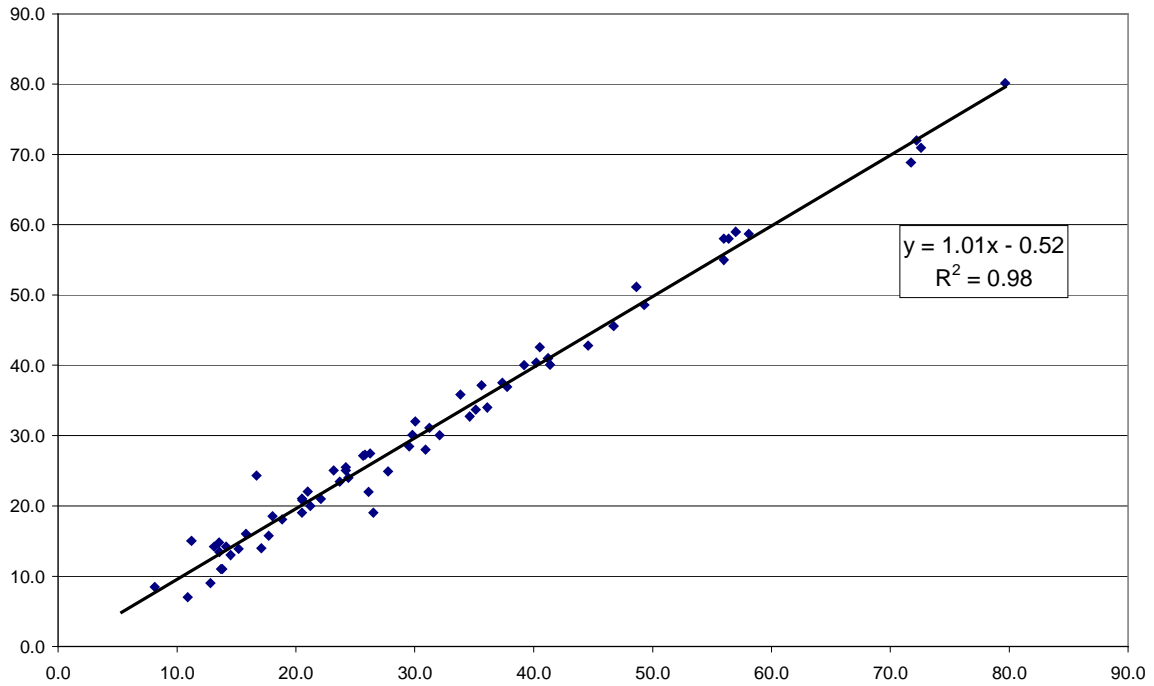


Figure 6.i : observation de la dispersion interne des TEOM/FDMS PM10 (résultats d'un TEOM/FDMS en fonction des résultats du second TEOM/FDMS).

Les valeurs de répétabilité associées à la méthode de référence et à la méthode candidate sont obtenues par la formule suivante :

Equation 1

$$u_{bs} = \sqrt{\left(\frac{\sum_{i=1}^n (y_{i,1} - y_{i,2})^2}{2n} \right)}$$

Où

- y_{i,1} et y_{i,2} sont les résultats de deux prélèvements 24h réalisés en parallèle.
- n est le nombre de prélèvements 24h réalisés .

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux 6b et 6c.

Ensemble des données	Méthode de référence	Méthode candidate
Dispersion interne	1,33	1,51
Exigence	≤ 2 µg/m ³	< 3 µg/m ³
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.b : résultats en terme de répétabilité (dispersion interne), sur l'ensemble des données.

Données supérieures à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Méthode de référence	Méthode candidate
Dispersion interne	1,5	1,1
Exigence	$\leq 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$< 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.c : résultats en terme de répétabilité (dispersion interne), sur les données supérieures à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

PM10 – Comparaison entre méthode candidate et méthode de référence

Les résultats de cette comparaison sont illustrés par la figure 6.j, basée sur les valeurs moyennes de chaque méthode, candidate (CM) ou de référence (RM).

L'équation de la relation linéaire entre méthode candidate et méthode de référence obtenue par régression orthogonale est la suivante :

Equation 2

$$y_i = a + bx_i$$

Les calculs proprement dits sont présentés dans les tableaux 6.d et 6.e.

Comme nous pouvons le constater, les exigences du Guide sont respectées qu'il s'agisse de l'ensemble des données ou du sous-groupe supérieur à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

	Ensemble des données	Données supérieures à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Pente « b »	0,95	0,94
Exigence	$0,9 \leq b \leq 1,1$	$0,9 \leq b \leq 1,1$
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.d : résultats au niveau de la régression orthogonale.

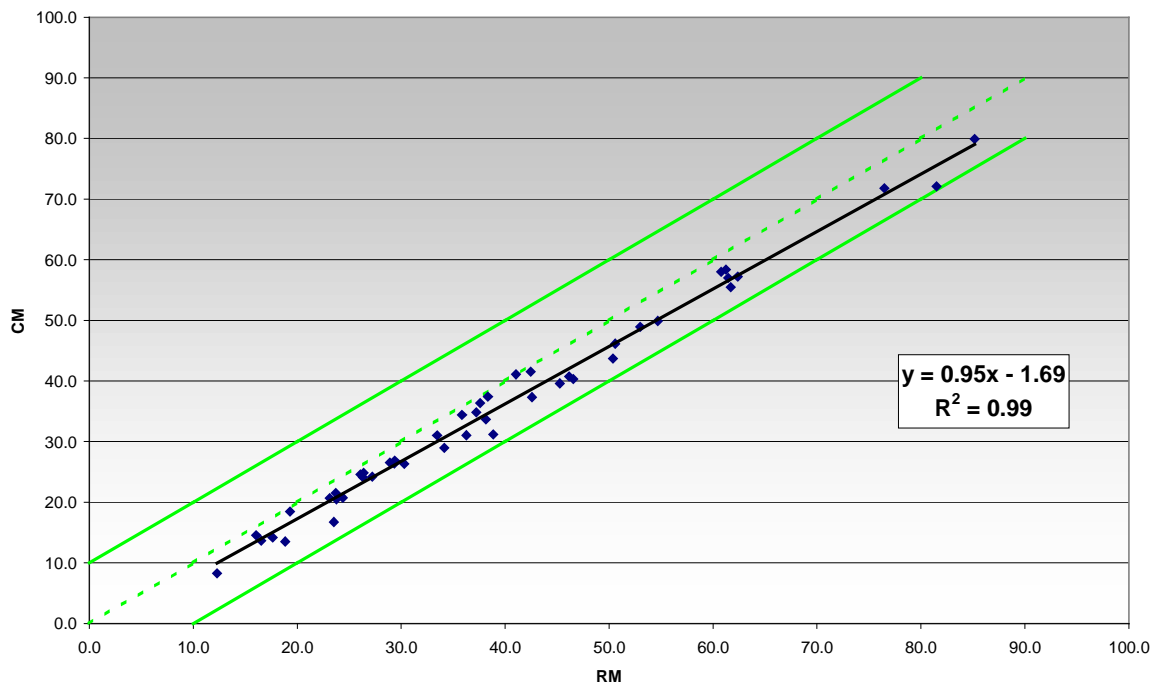


Figure 6.j : Comparaison entre la moyenne obtenue pour la méthode de référence (RM), et la moyenne obtenue pour la méthode candidate (CM).

L'incertitude relative élargie de la méthode candidate W_{CM} est calculée en appliquant la formule suivante :

Equation 3

$$W_{CM} = k \cdot w_{c,CM}$$

Avec

- k=2 quand un grand nombre de résultats expérimentaux est disponible
- $w_{c,CM}(y_i)$ est l'incertitude combinée de la méthode candidate

Equation 4

$$w_{c,CM}^2(y_i) = \frac{u_{c-s}^2(y_i)}{y_i^2}$$

Où u_{c-s} est l'incertitude entre les résultats de la méthode candidate et ceux de la méthode de référence

Equation 5

$$u_{c-s}^2(y_i) = \frac{RSS}{(n-2)} - u^2(x_i) + [a + (b-1)x_i]^2$$

Où

-RSS est la somme des résidus au carré de la régression orthogonale

Equation 6
$$RSS = \sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i)^2$$

- $u(x_i)$ est l'incertitude aléatoire de la méthode de référence calculée en utilisant l'équation 1

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant.

	Ensemble des données	Données supérieures à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Nombre d'échantillons	49	36
Incertitude relative Elargie au niveau de la VL 24h	17,6 %	17,2 %
Exigence	< 25 %	< 25 %
Résultats :	Positifs.	Positifs.

Tableau 6.e : résultats de la méthode candidate TEOM/FDMS PM10, en terme d'incertitude.

PM10 – Conclusion

En ce qui concerne la campagne de mesure « équivalence » menée à Bobigny de janvier en avril 2005, nous observons que la technique TEOM/FDMS PM10 respecte en tous points les exigences du Guide « démonstration de l'équivalence ».

6.4 RESULTATS CONCERNANT LA METHODE CANDIDATE TEOM/FDMS PM2,5

PM2,5 - Recherche d'une valeur de référence pour le calcul d'incertitude

Le chapitre consacré aux résultats des mesures PM2,5 est en tout point comparable à celui dédié au PM10, à une exception près : contrairement au PM10 pour lequel existe une valeur limite journalière (en l'occurrence de $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$), il n'y a -pour l'instant- aucune VL pour le PM2,5.

Toutefois, l'obligation en terme d'incertitude nécessite la désignation d'une valeur de ce type. Il se trouve que le projet de modification de la directive, sans pour autant parler de Valeur Limite, propose un « cap de concentration annuel », situé à $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Nous nous proposons en conséquence de mener l'exercice de « démonstration d'équivalence » en considérant cette valeur.

PM2,5 - Visualisation des résultats

Les différents graphiques (6.k à 6.n) nous permettent de constater :

- que le suivi temporel du TEOM équipé du module FDMS permet de suivre celui de la méthode de référence, par opposition au TEOM 50°C, affecté par une sous-estimation (Figure 6.k) ;
- que la dispersion propre à chaque méthode est faible (Figures 6.l et 6.m) ;
- que la convergence entre les deux méthodes est particulièrement bonne, avec une relation linéaire caractérisée par une pente proche de 1,0 (Figure 6.n).

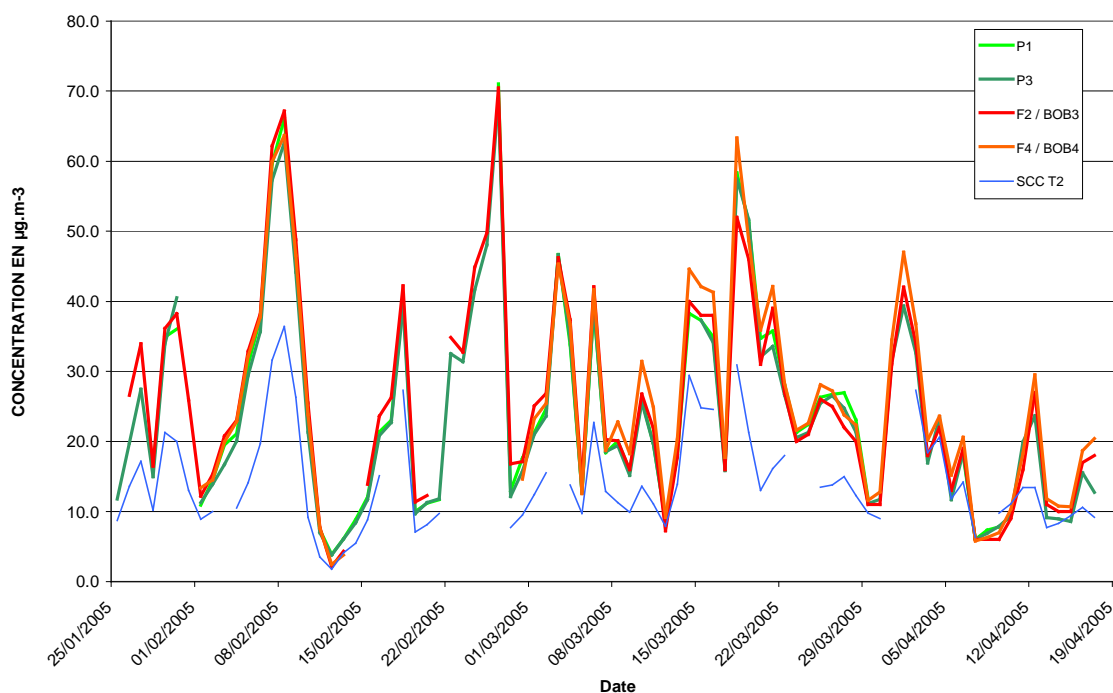


Figure 6.k : Suivi temporel des mesures PM2,5 par Partisol (P1 et P3), TEOM/FDMS (F2 et F4) et par TEOM 50°C (SCC T2).

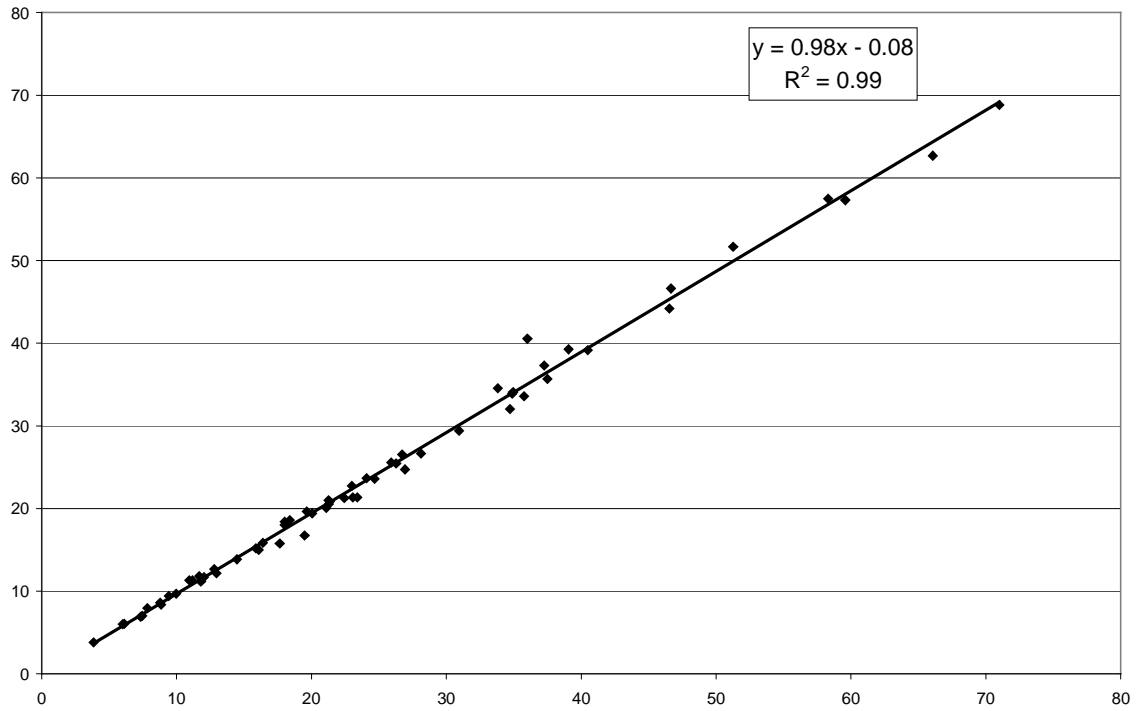


Figure 6.l : observation de la dispersion interne des Partisols PM2,5 (résultats d'un partisol en fonction du second)

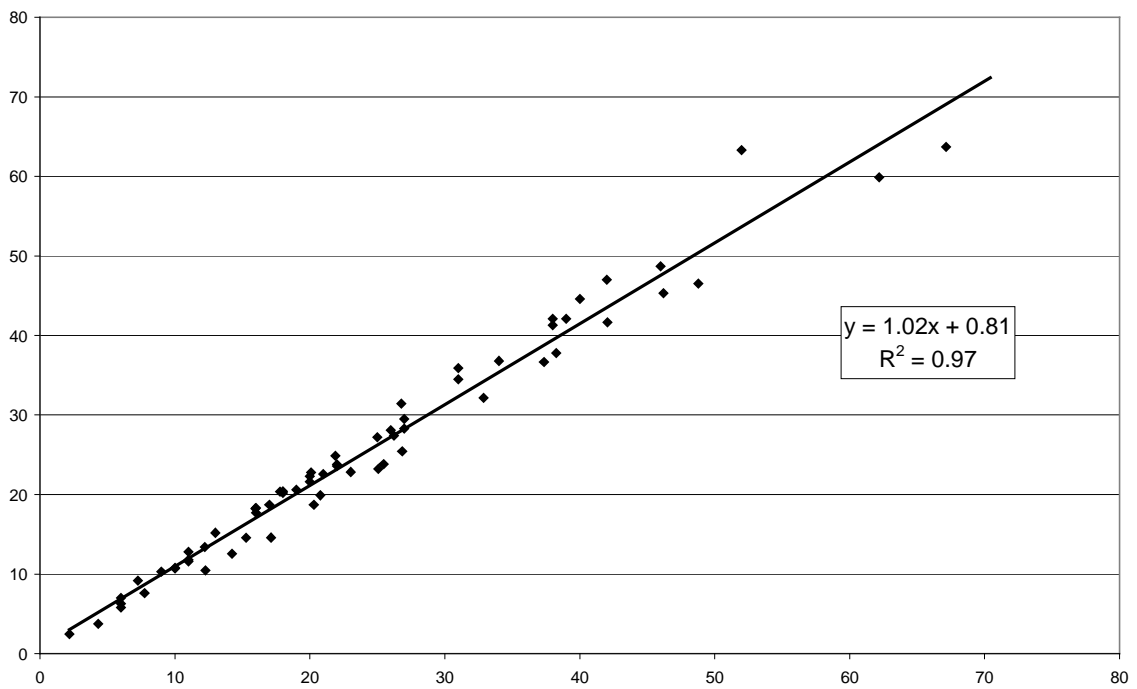


Figure 6.m : observation de la dispersion interne des TEOM/FDMS PM2,5 (résultats d'un TEOM/FDMS en fonction du second)

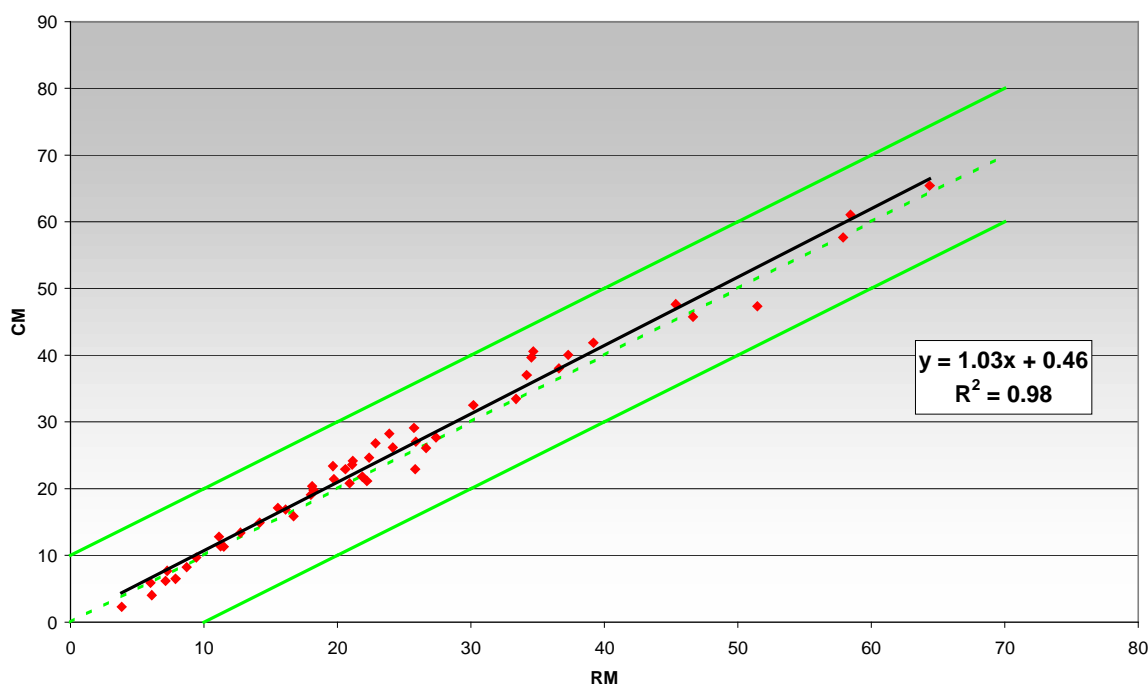


Figure 6.n : Comparaison entre la moyenne obtenue pour la méthode de référence (RM), et la moyenne obtenue pour la méthode candidate (CM).

PM2,5 – Conclusion

Nous rappelons que l'ensemble des calculs présentés ici sont basés sur un choix arbitraire en terme de valeur de référence.

Cette hypothèse étant posée, nous observons un parfait respect des obligations :

- exigence « hautes concentrations » (tableau 6.f) ;
- exigences en terme de répétabilité (tableaux 6.g et 6.h) ;
- exigence en terme de régression orthogonale (tableau 6.i) ;
- exigence en terme d'incertitude élargie (tableau 6.j).

La technique de mesure TEOM/FDMS PM2,5 respecte donc, dans le cadre de la campagne française de Bobigny, les exigences du guide « démonstration de l'équivalence ».

Exigence	Ensemble des données > 50 % VL	Résultat
20 % des données au-dessus de 50% de la VL	78 %	Positif

Tableau 6.f : obligation de répartition par rapport à la valeur de référence.

Ensemble des données	Méthode de référence	Méthode candidate
Ecart type de répétabilité	0,9	1,9
Exigence	$\leq 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$< 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.g : résultats en terme de répétabilité, sur l'ensemble des données. (formules de calcul présentées dans l'équation 1)

Données supérieures à 12,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Méthode de référence	Méthode candidate
Ecart type de répétabilité	1,0	2,1
Exigence	$\leq 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$< 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.h : résultats en terme de répétabilité, sur les données supérieures à 12,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

	Ensemble des données	Données supérieures à 12,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Pente « b »	1,04	1,00
Exigence	$0,9 \leq b \leq 1,1$	$0,9 \leq b \leq 1,1$
Résultats :	Positif.	Positif.

Tableau 6.i : résultats au niveau de la régression orthogonale.(cf équation 2)

	Ensemble des données	Données supérieures à 12,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
Nombre d'échantillons	49	38
Incertitude relative élargie au niveau d'une <u>éventuelle</u> VL à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	11,2 %	18,6 %
Exigence	< 25 %	< 25 %
Résultats :	Positifs.	Positifs.

Tableau 6.j : Reproductibilité de la méthode candidate TEOM/FDMS PM2.5. (formules de calcul présentées dans les équations 3,4,5 et 6)

7. CONCLUSION

Les acteurs de la surveillance de la qualité de l'air en France se heurtent depuis plusieurs années à des difficultés de mise en œuvre des appareils de mesure des PM10 exigés par la directive de 1999.

Les travaux du LCSQA ont permis l'identification de solutions métrologiques ; les premiers tests étant positifs, choix a été fait de s'engager dans une démarche de « démonstration d'équivalence », seule à même d'obtenir à son terme la reconnaissance officielle des techniques de mesure automatique.

La stratégie globale adoptée par la France est abordée dans le cadre du rapport LCSQA / INERIS 1 / 2 « synthèse ».

La campagne présentée ici est dédiée à la première phase de cette procédure, à savoir un exercice de comparaison entre méthodes candidates et méthode de référence (ou assimilée comme telle), ceci sur le site de fond urbain de la station AIRPARIF de Bobigny.

Les résultats de la jauge Beta sont présentés dans un second rapport (LCSQA / EMD).

Le présent rapport est consacré au TEOM/FDMS PM10 et au TEOM/FDMS PM2,5.

Il établit que ces techniques, dans le cadre de cette première campagne, passent avec succès l'ensemble des tests de la procédure d'équivalence, notamment ceux relatifs à l'incertitude.