



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Etude 2 : Intercomparaison en vue de l'évaluation de l'incertitude globale
sur la mesure (Rapport 2/4)

Intercomparaison avec dopage à Nogent sur Oise et Creil

Novembre 2004
Convention : 04000087

Olivier LE BIHAN - Yves GODET





Intercomparaison avec dopage à Nogent sur Oise et Creil

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

Etude n°2 : Intercomparaison en vue de l'évaluation de l'écart d'incertitude globale sur la mesure

Rapport 2/4

Convention 04000087

Financée par la Direction de la Prévention des Pollutions et
des Risques (DPPR)

NOVEMBRE 2004

**O. LE BIHAN– Y. GODET– B. ROCQ (ATMO PICARDIE),
C. ALEGRE– C. VALLEE – L. GRAS–M. VILLETTE**

Ce document comporte 11 pages (hors couverture et annexes)

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	O. Le Bihan, Y. Godet	Rémi Perret	M.Ramel
Qualité	Ingénieur de l'unité Qualité de l'Air	Responsable de l'unité Qualité de l'Air	Responsable du LCSQA
Visa			

TABLE DES MATIERES

RESUME3

1. INTRODUCTION4

2. PRESENTATION DU SYSTEME DE DOPAGE.....5

 2.1 Descriptif.....5

 2.2 Mise en place au niveau des stations fixes.....8

3. DESCRIPTION DE L’EXERCICE.....9

4. RESULTATS DE L’INTERCOMPARAISON DE CREIL ET DE NOGENT-SUR-OISE10

 4.1 Circulation de bouteilles de calibrage10

 4.2 Incidents10

 4.3 résultats10

5. CONCLUSION12

6. REFERENCES12

ANNEXE 1 : EXERCICE DE CREIL.....1

ANNEXE 2 : EXERCICE DE NOGENT-SUR-OISE.....8

RESUME

Les directives européennes dédiées à la qualité de l'air appellent au respect de valeurs limites, en leur associant une exigence en terme d'incertitude maximale sur la mesure.

A ce titre, un travail spécifique a été dédié à la recherche d'un mode d'intégration de toute station de surveillance fixe française, à cette démarche globale ; ceci selon un principe de comparaison expérimentale.

Un premier travail [2] a permis d'évaluer un concept tout à fait performant : la comparaison 2 à 2, consistant à réaliser une comparaison entre un moyen mobile et un moyen fixe. Une réserve à toutefois été émise, la nécessité de garantir un travail à des niveaux de concentration conséquents, et tout particulièrement au niveau des valeurs limites horaires.

L'objectif de l'étude présentée ici a été de répondre à ce besoin, grâce au concept de dopage : un système d'enrichissement de la matrice a en effet été développé spécifiquement, afin de permettre une comparaison au niveau des valeurs limites réglementaires.

Deux exercices de comparaison 2 à 2 ont été menés en collaboration avec ATMO PICARDIE, mettant en œuvre ce système d'enrichissement, ainsi que la notion de dispersion intra-laboratoire : le concept de dopage mis au point par l'INERIS s'est montré particulièrement performant et facile à mettre en œuvre : il peut d'ores et déjà être considéré comme opérationnel.

Par ailleurs, les deux exercices ont montré une convergence particulièrement satisfaisante entre les trois participants puisque qu'à une exception près, explicitée, et de classe 2 / 4, l'ensemble des résultats se situe en classe 1 / 4.

1. INTRODUCTION

Les directives européennes dédiées à la qualité de l'air appellent au respect de valeurs limites, en leur associant une exigence en terme d'incertitude maximale sur la mesure.

Dans le cadre de l'étude LCSQA « intercomparaison en vue de l'évaluation de l'incertitude globale sur la mesure », l'INERIS assure un travail de développement visant à mettre à la disposition du dispositif français de surveillance de la qualité de l'air, un ensemble d'outils permettant de répondre à ce besoin [1].

A ce titre, un travail spécifique a été dédié à la recherche d'un mode d'intégration de toute station de surveillance fixe française, à cette démarche globale.

Un premier travail [2] a permis d'évaluer un concept tout à fait performant : la comparaison 2 à 2. Cette approche consiste à réaliser une comparaison entre un moyen mobile et un moyen fixe. Une réserve avait toutefois été apportée : il s'avérait indispensable de garantir un travail à des niveaux de concentration conséquents, et tout particulièrement au niveau des valeurs limites horaires.

L'étude présentée ici a été conçue en ce sens puisque son objectif a été de mettre au point un système permettant l'enrichissement à volonté de la matrice air ambiant, tout en conservant les propriétés de celle-ci, notamment sur la question des interférents (vapeur d'eau, etc.).

Un prototype d'enrichissement de la matrice a été développé et rapidement testé sur le terrain lors de deux campagnes de comparaison menées en collaboration avec Atmo Picardie, que nous remercions ici.

2. PRESENTATION DU SYSTEME DE DOPAGE

2.1 DESCRIPTIF

L'objectif du système de dopage est de réaliser un enrichissement de la matrice ambiante, en un ou plusieurs polluants. Pour ce faire (Figure 2.1),

- la tête de prélèvement de la station de mesure est placée au sein d'une enveloppe ;
- cette enveloppe est alimentée de manière continue en air ambiant, à l'aide d'une hotte
- cette matrice est dopée au niveau de la hotte à l'aide de bouteille haute concentration ou pour l'ozone, à l'aide d'un générateur haute concentratin spécifique (LNI).

L'enveloppe utilisée, souple, est munie d'une entrée et d'une sortie, permettant un travail à pression atmosphérique.

Le dopage a concerné les gaz suivants : de NO, NO₂, O₃ et SO₂.

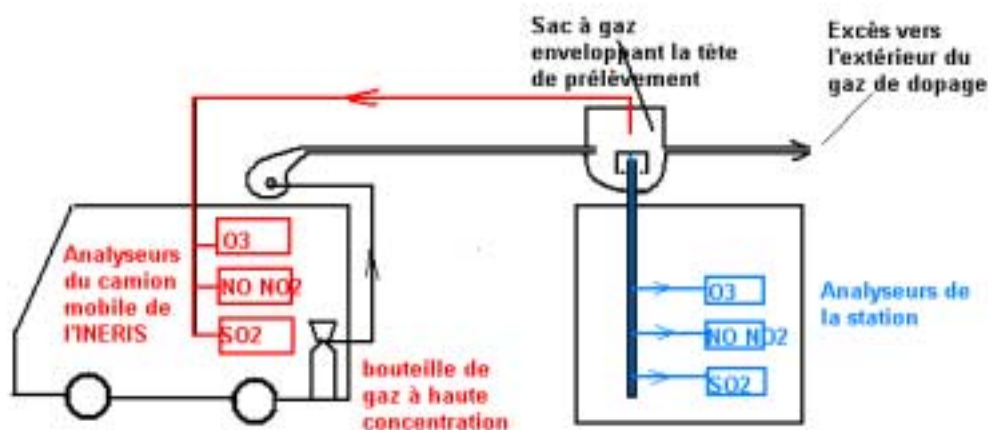


Figure 2.1 : schéma de principe du système de dopage.

La photo n°2.1 détaille le système au niveau de la tête de prélèvement de la station fixe.

Afin de permettre la comparaison entre les deux entités de mesure, un prélèvement est également effectué au niveau de la tête de prélèvement de la station mobile : les participants bénéficient de ce fait de la même matrice, à chaque instant de l'exercice.

Les photos 2.3 et 2.4 détaillent la génération de polluant.



Photo 2.1 : détail du système de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement de la station fixe.



Photo 2.3 : hotte et générateur d'ozone.



Photo 2.4 : bouteilles haute concentration.

2.2 MISE EN PLACE AU NIVEAU DES STATIONS FIXES

Les photos 2.4 et 2.5 donnent une vue d'ensemble des installations au niveau des deux stations de mesure considérées.



Photo 2.2 : installation au niveau de la station fixe de Nogent-sur-Oise.



Photo 2.3 : installation au niveau de la station fixe de Creil.

3. DESCRIPTION DE L'EXERCICE

Un travail de comparaison a été mené successivement entre la station mobile LCSQA/INERIS, et les stations fixes ATMO PICARDIE de Nogent-sur-Oise (déjà considérée dans le passé [2]) et de Creil.

La station mobile a été équipée de deux analyseurs par polluant, afin de prendre en compte la dispersion intra-laboratoire.

Une circulation de gaz de référence communs en début et en fin de campagne, ont permis de détecter d'éventuels écarts dus aux procédures respectives de calibrage, ainsi que d'éventuelles dérives.

Comme nous l'avons fait lors de l'exercice précédent [2], les résultats ont été analysés à l'aide d'un tableau présentant des classes de qualité (Tableau 3.1).

Polluant	Offset		Pente	
	Classe	Spécification	Classe	Spécification
NO	1	≤ 5 ppb	1	≤ 10%
	2	5 ≤ x ≤ 10 ppb	2	10 ≤ x ≤ 25%
	3	10 ≤ x ≤ 20 ppb	3	25 ≤ x ≤ 50%
	4	≥ 20 ppb	4	50 ≤ x ≤ 100%
NO ₂	1	≤ 5 ppb	1	≤ 10%
	2	5 ≤ x ≤ 10 ppb	2	10 ≤ x ≤ 25%
	3	10 ≤ x ≤ 20 ppb	3	25 ≤ x ≤ 50%
	4	≥ 20 ppb	4	50 ≤ x ≤ 100%
	5		5	≥ 100 %
O ₃	1	≤ 5 ppb	1	≤ 10%
	2	5 ≤ x ≤ 10 ppb	2	10 ≤ x ≤ 25%
	3	10 ≤ x ≤ 20 ppb	3	25 ≤ x ≤ 50%
	4	≥ 20 ppb	4	50 ≤ x ≤ 100%
SO ₂	1	≤ 5 ppb	1	≤ 10%
	2	5 ≤ x ≤ 10 ppb	2	10 ≤ x ≤ 25%
	3	10 ≤ x ≤ 20 ppb	3	25 ≤ x ≤ 50%
	4	≥ 20 ppb	4	50 ≤ x ≤ 100%
	5	/	5	≥ 100 %
PM ₁₀	1	/	1	≤ 25%
	2	/	2	≥ 25% ppb

Tableau 3.1 : classes de qualité.

4. RESULTATS DE L'INTERCOMPARAISON DE CREIL ET DE NOGENT-SUR-OISE

La représentation graphique des résultats peut être consultée au sein des annexes 1 (Creil) et 2 (Nogent-sur-Oise). Elle comprend l'observation du suivi temporel, de la dispersion intra-laboratoire et de la dispersion inter-laboratoire.

4.1 CIRCULATION DE BOUTEILLES DE CALIBRAGE

Une légère divergence a été observée en ce qui concerne la comparaison pleine échelle, pour l'ozone. Une comparaison ultérieure a permis de montrer une surestimation de 11% environ du système de référence de la station mobile.

4.2 INCIDENTS

Une panne de la climatisation a provoqué une élévation importante de la température à l'intérieur du camion laboratoire (+ 35 °C) lors de l'exercice de Creil.

4.3 RESULTATS

Les tableaux 4.1 et 4.2 présentent les résultats des deux exercices de comparaison 2 à 2.

Comme nous pouvons le constater, à une exception près, l'ensemble des performances appartiennent à la meilleure classe de qualité (classe 1).

Le cas particulier concerne la mesure de l'ozone, lors de la comparaison de Nogent-sur-Oise : nous observons en effet une dispersion inter-laboratoire de 14 %, écart appartenant à la classe 2 (sur 4). La dispersion intra-laboratoire associée est en fait de 8%, valeur particulièrement élevée si on la compare avec celles obtenues par ailleurs au cours des deux exercices. Après analyse de la situation nous avons relevé un problème d'étanchéité au niveau d'un raccord téflon ¼ de pouce insuffisamment serré, sur l'un des analyseurs de la station mobile ; ceci a eu pour conséquence une légère entrée d'air non dopé, entraînant une légère dilution de l'échantillon analysé par cet appareil et de ce fait une dispersion intra laboratoire plus large.

Polluant	Offset en ppb	Offset classe	Pente	Pente classe	Corrélation
O3 intra.	5.75	≈ 1	1.052	1	0.9979
O3 inter.	-1.22	1	0.98	1	0.9967
NO2 intra.	-0.64	1	1.005	1	0.9967
NO2 inter.	1.765	1	1.001	1	0.996
NO intra.	-2.55	1	1.004	1	0,9929
NO inter.	-1.37	1	0.993	1	0.993
SO2 intra.	-0.48	1	0.981	1	0.999
SO2 inter.	0.37	1	0.923	1	0.998

Tableau 4.1 : résultats de l'exercice de Creil.

Polluant	Offset en ppb	Offset classe	Pente	Pente classe	Corrélation
O3 intra.	-1.3	1	1.08	1	1.00
O3 inter.	-0.80	1	1.14	2	1.00
NO2 intra.	2.45	1	0.97	1	1.00
NO2 inter.	-1.2	1	1.04	1	1.00
NO intra.	1.71	1	1.01	1	1.00
NO inter.	0.74	1	1.05	1	1.00

Tableau 4.2 : résultats de l'exercice de Nogent-sur-Oise.

5. CONCLUSION

Deux exercices de comparaison 2 à 2 ont été menés en collaboration avec ATMO PICARDIE.

Nous avons repris le schéma testé précédemment [2], en augmentant ses performances grâce à la notion de dispersion intra-laboratoire, et surtout au concept de dopage : un système d'enrichissement de la matrice a en effet été développé spécifiquement, afin de permettre une comparaison au niveau des valeurs limites réglementaires.

Le concept de dopage mis au point par l'INERIS s'est montré particulièrement performant et facile à mettre en œuvre : il peut d'ores et déjà être considéré comme opérationnel.

Par ailleurs, les deux exercices ont montré une convergence particulièrement satisfaisante entre les trois participants puisque qu'à une exception près, explicitée, et de classe 2 / 4, l'ensemble des résultats se situe en classe 1 / 4.

6. REFERENCES

[1] « Intercomparaison entre stations : synthèse des travaux 2002-2004 », O. Le Bihan, rapport LCSQA, convention 04000087, novembre 2004.

[2] « Comparaison station fixe – station mobile / campagne de Nogent-sur-Oise », O. Le Bihan, rapport LCSQA, convention 03000115, décembre 2003.

ANNEXES

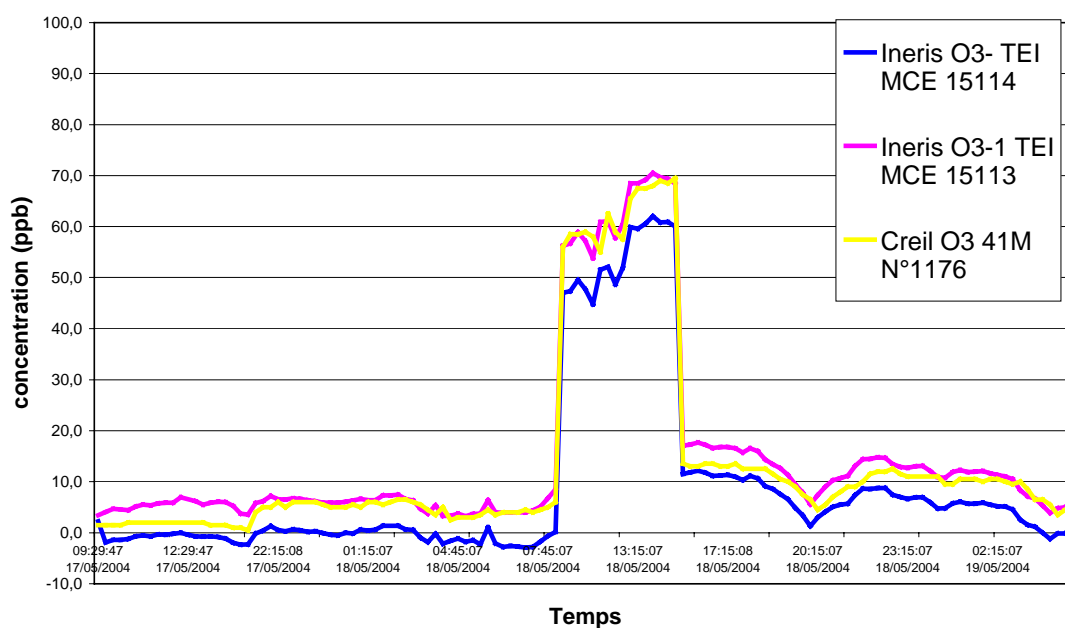
ANNEXE 1 : EXERCICE DE CREIL.

OZONE

Le suivi temporel, la dispersion intra-laboratoire de la station mobile, ainsi que la comparaison entre participants, sont présentés ci-dessous.

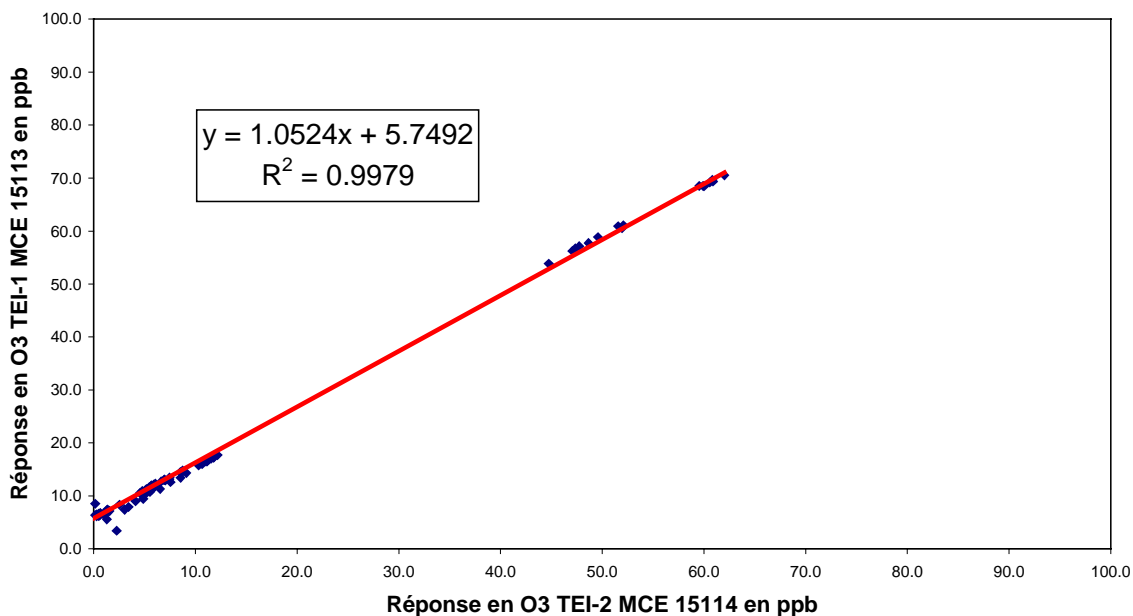
Suivi temporel

Suivi temporel des mesures d'ozone d'ozone à creil



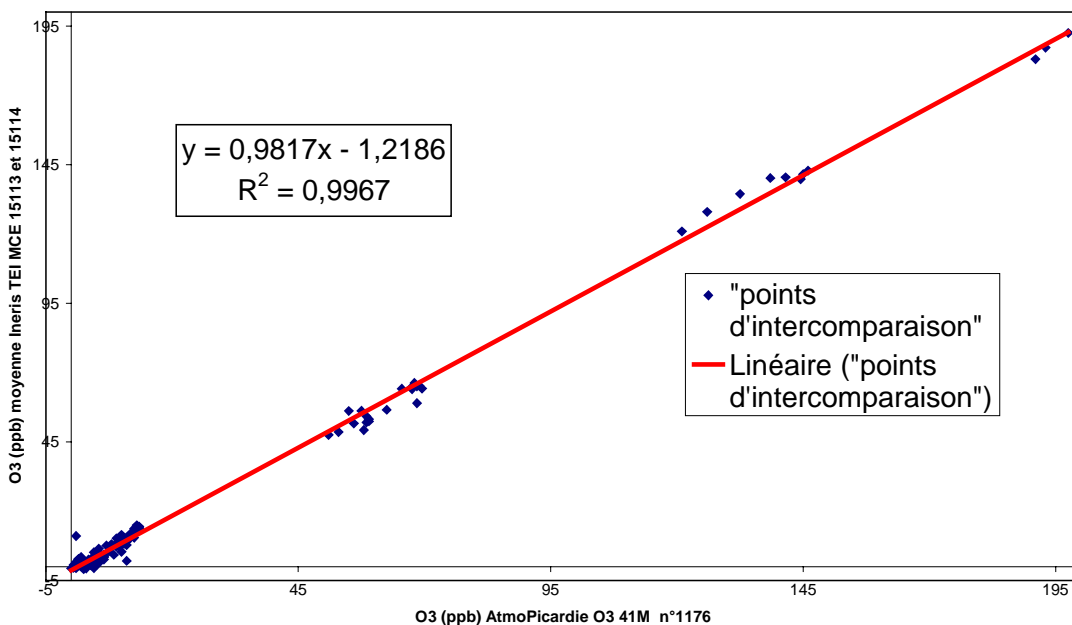
Dispersion intra laboratoire

Analyseurs d'ozone de l'INERIS- Comparaison intralaboratoire à Creil



Dispersion inter laboratoires

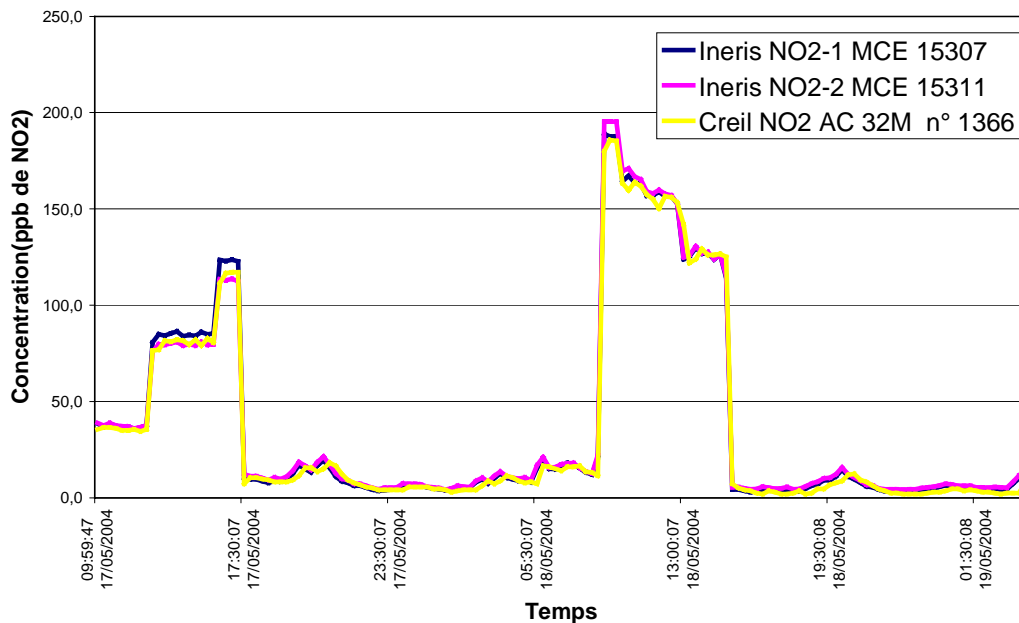
O3 à Creil
17/05/04 8:45 au 19/05/04 au 5:15



NO2

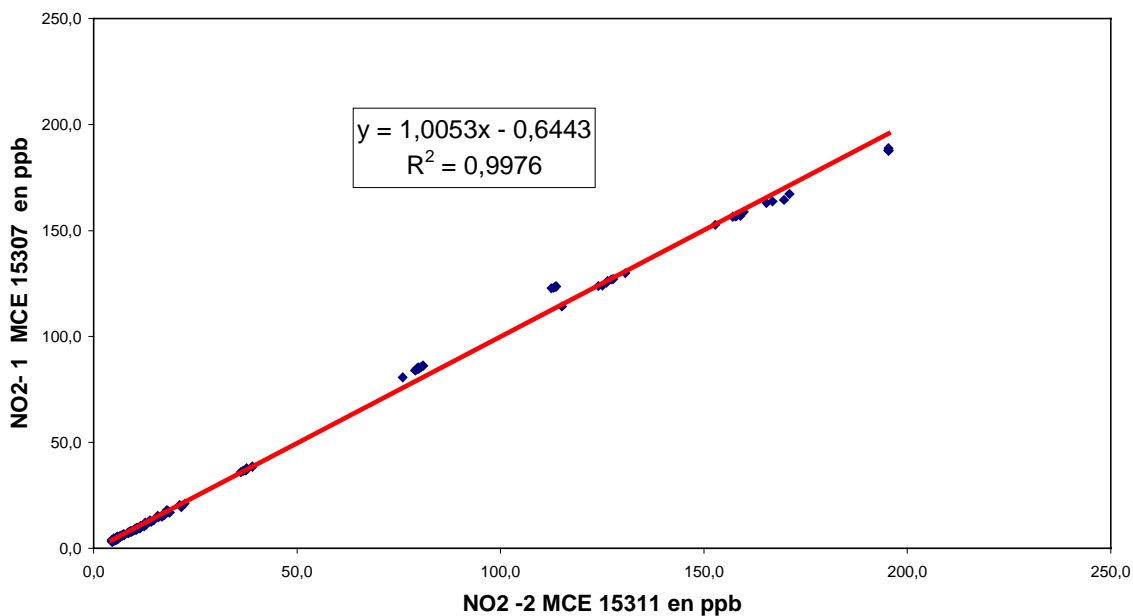
Suivi temporel des mesures

Suivi temporel NO2 à Creil

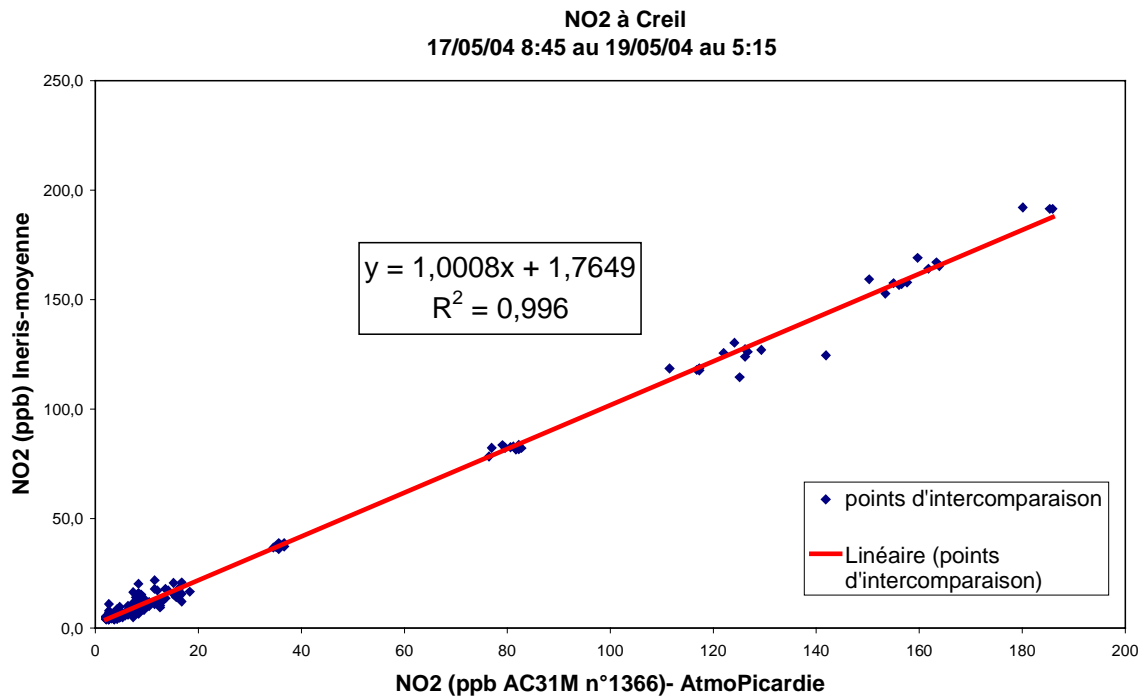


Dispersion intra laboratoire

Comparaison intra laboratoire - Ineris - NO2



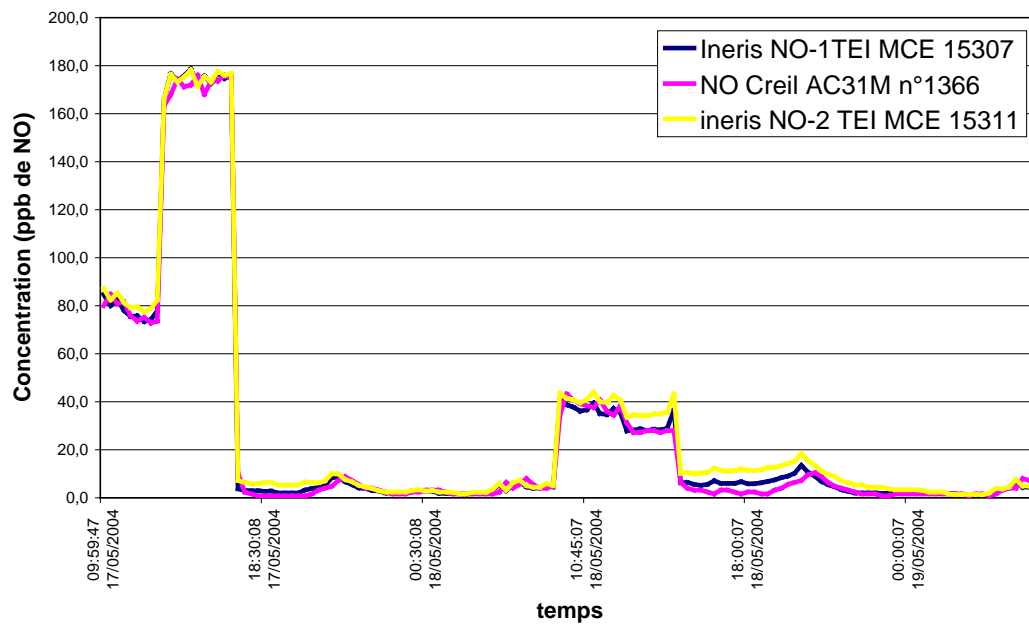
Dispersion inter laboratoires



NO

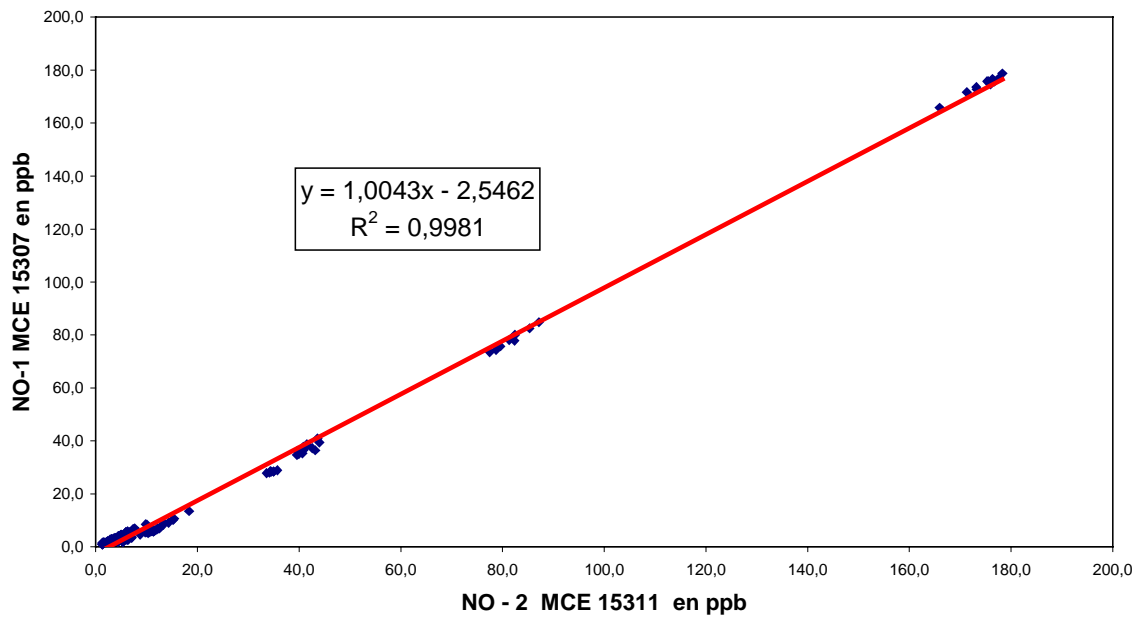
Suivi temporel des mesures

Suivi temporel des mesures de NO à Creil



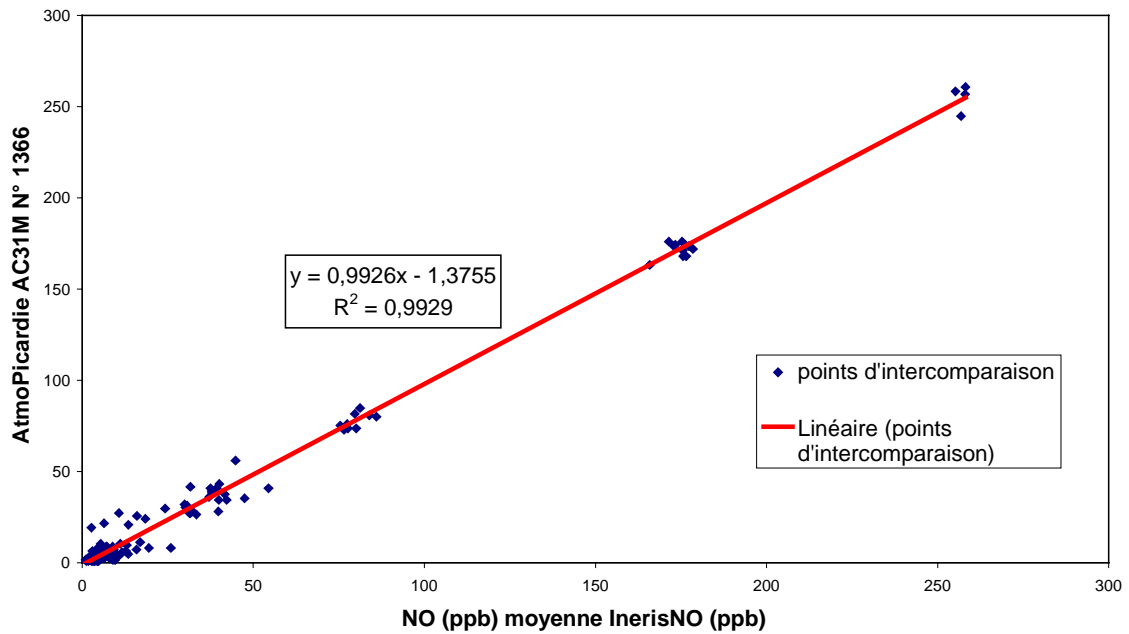
Dispersion intra laboratoire

Comparaison intra laboratoire -Ineris- NO



Dispersion inter laboratoires

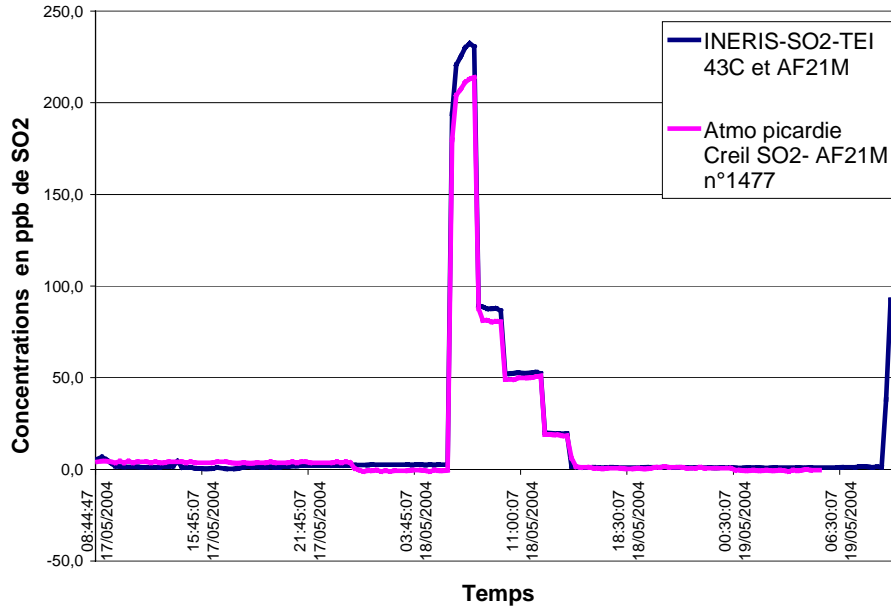
NO à Creil
17/05/04 8:45 au 19/05/04 au 5:15



SO2

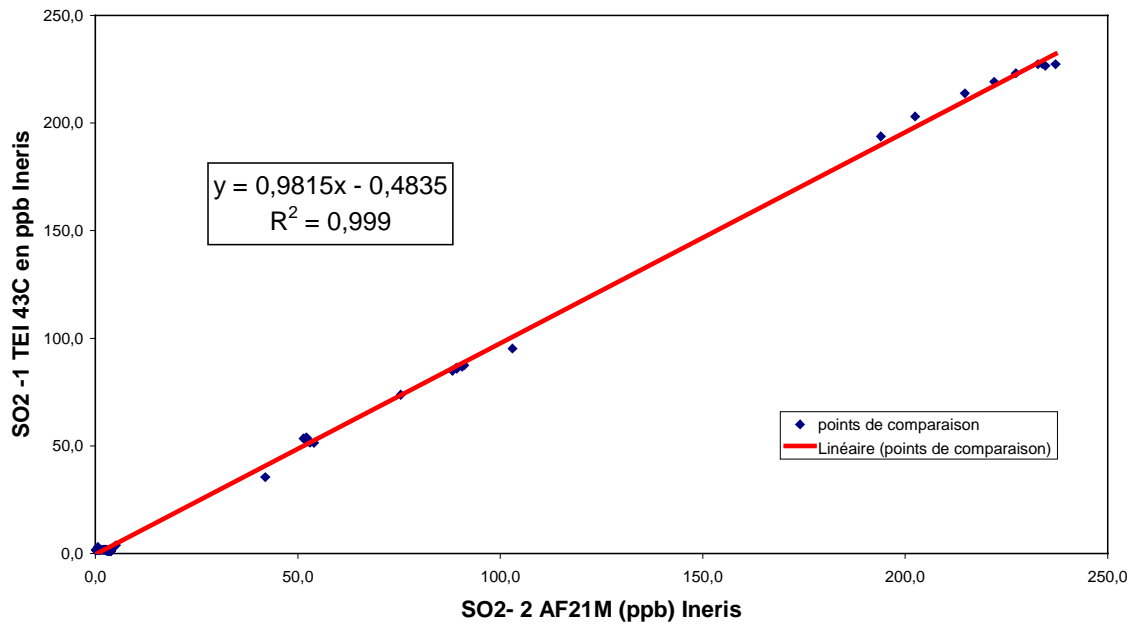
Suivi temporel des mesures

Suivi temporel des mesures de SO2 à Creil



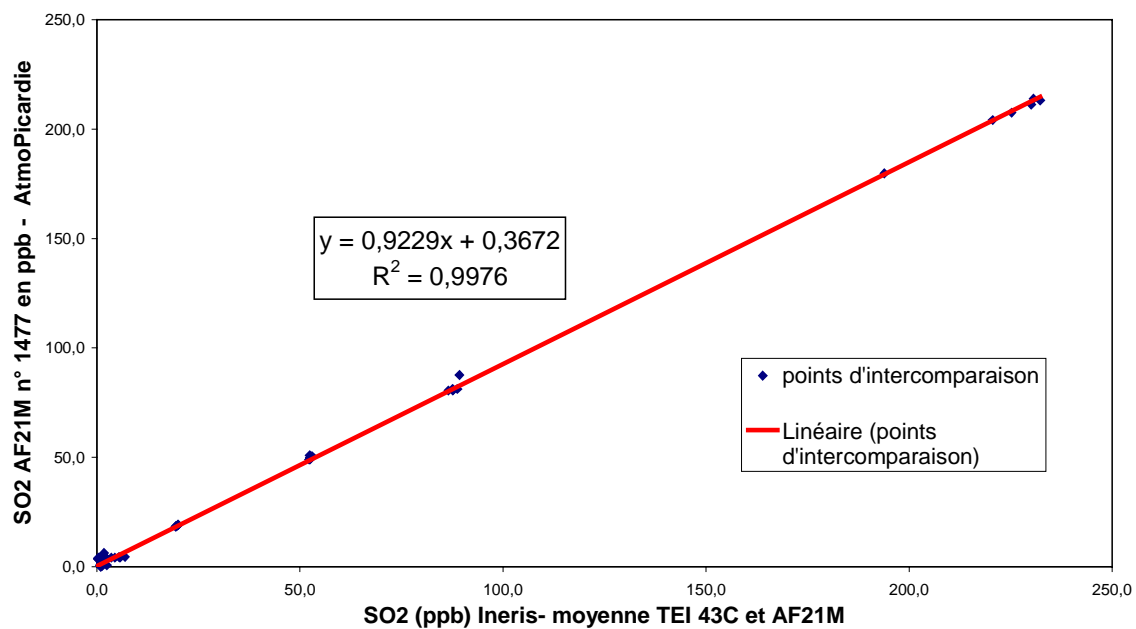
Dispersion intra laboratoire

comparaison intrala-boratoire en SO2



Dispersion inter laboratoires

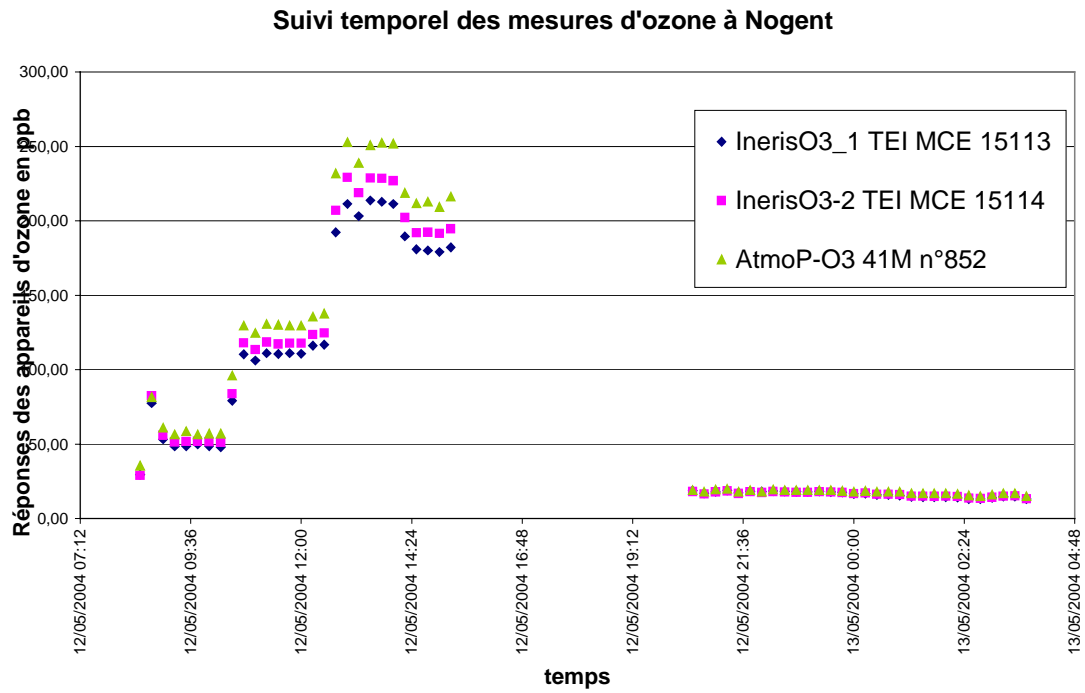
SO2 à Creil
17/05/04 8:45 au 19/05/04 au 5:15



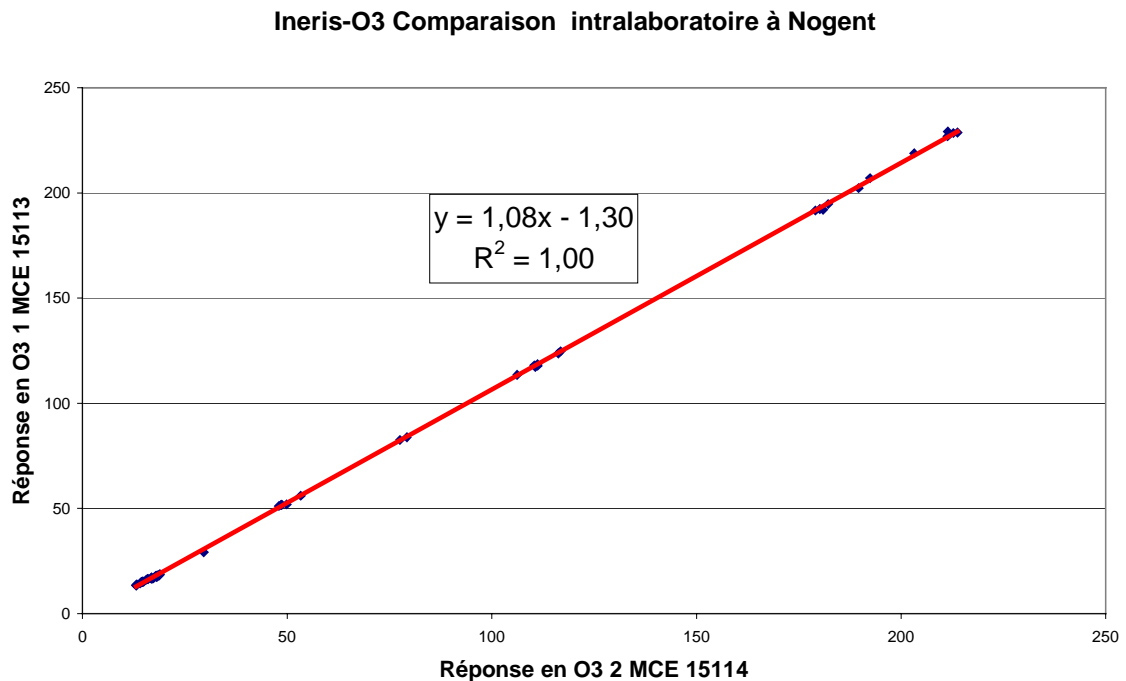
ANNEXE 2 : EXERCICE DE NOGENT-SUR-OISE

OZONE

Suivi temporel des mesures

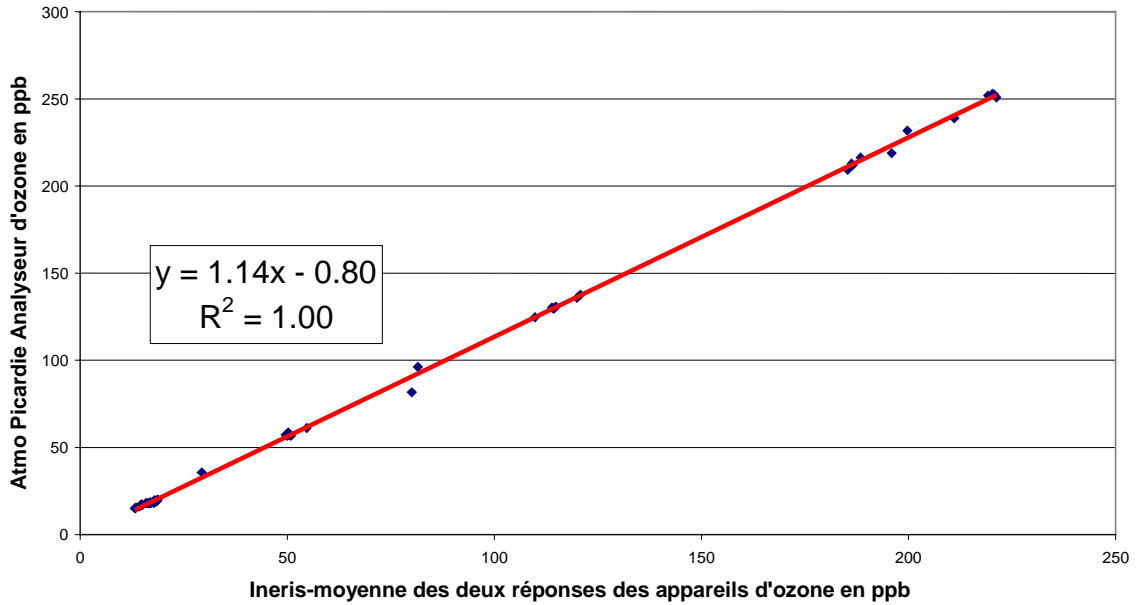


Dispersion intra laboratoire



Dispersion inter laboratoires

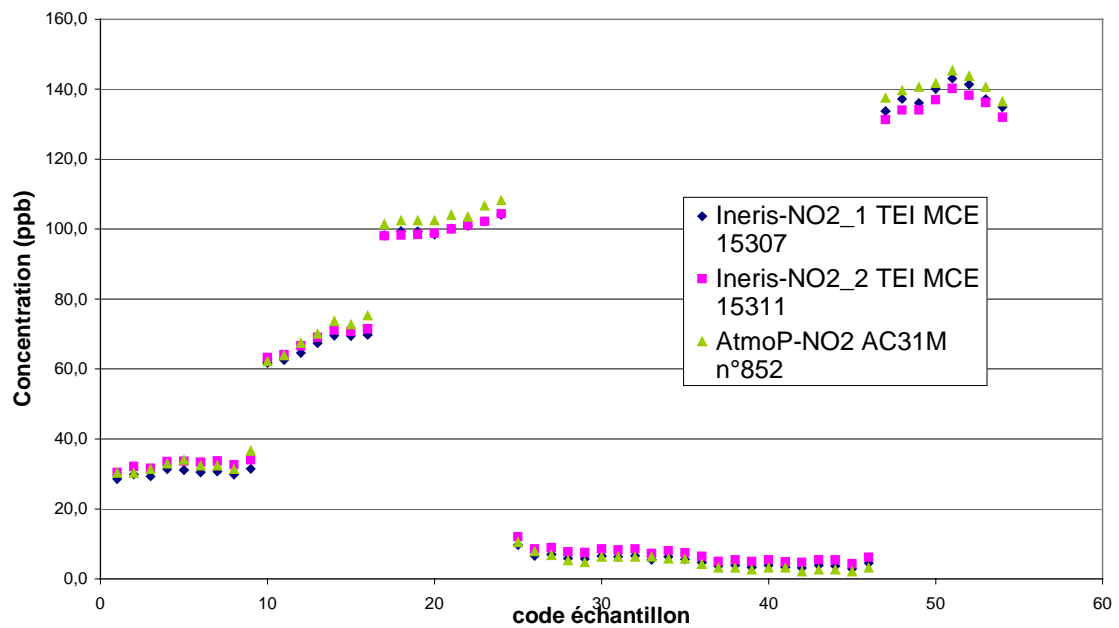
Nogent 2004 - ozone - comparaison inter-laboratoires



NO₂

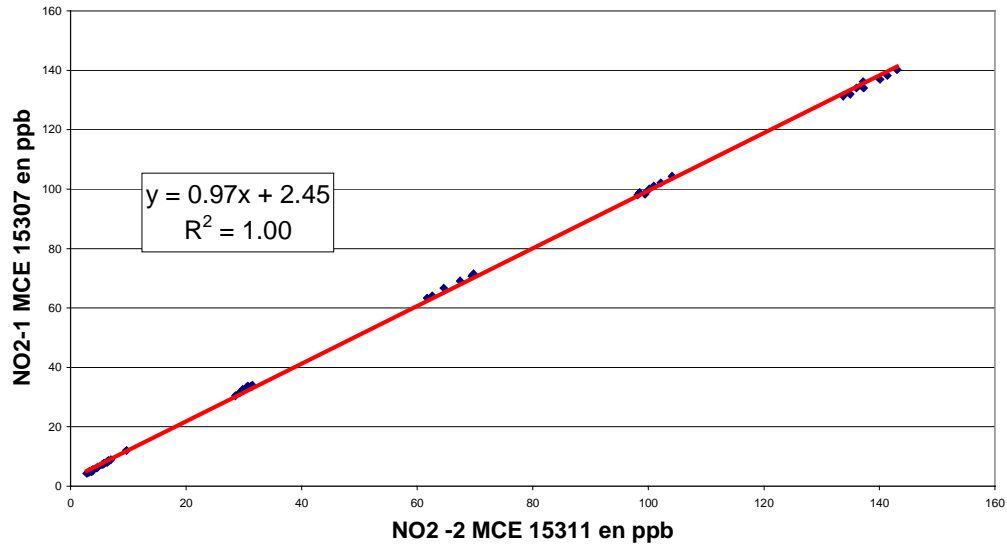
Suivi temporel des mesures

NO₂ - Suivi temporel à Nogent



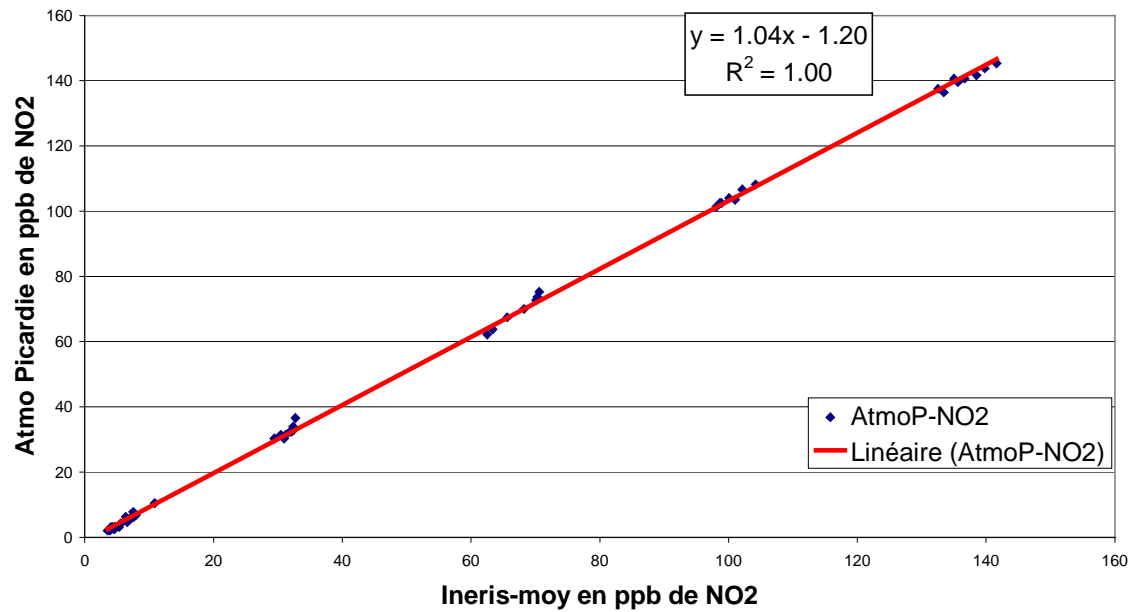
Dispersion intra laboratoire

Comparaison intra laboratoire Ineris-NO2



Dispersion inter laboratoires

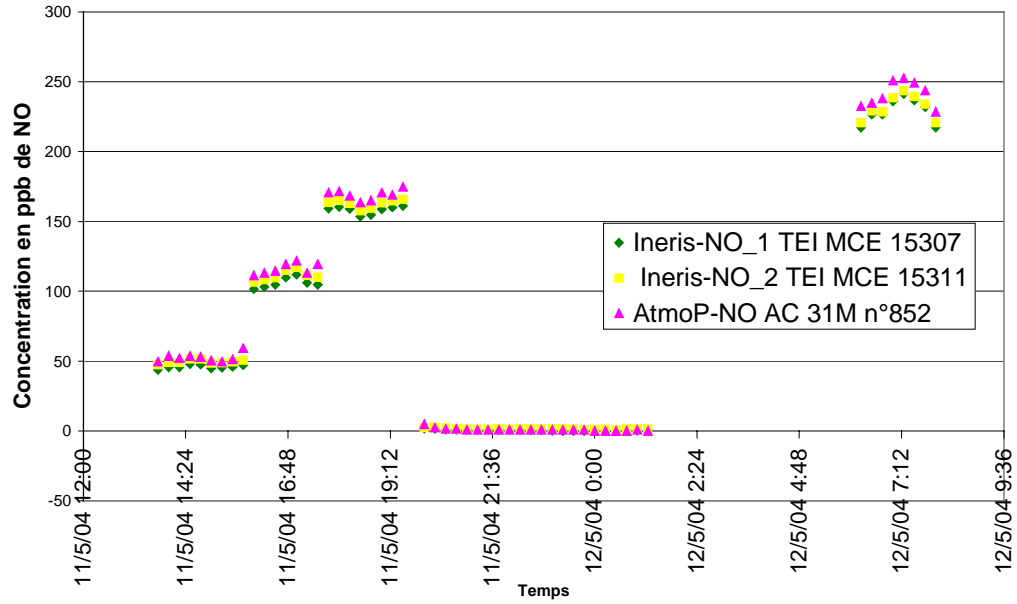
Comparaison inter laboratoire NO2 à Nogent



NO

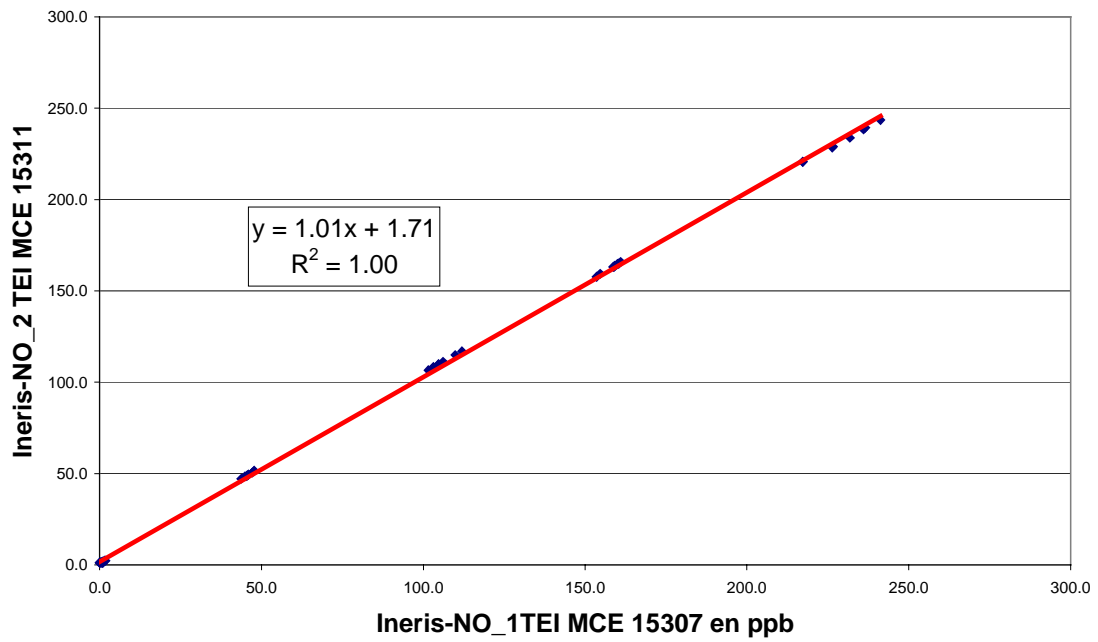
Suivi temporel des mesures

Suivi temporel des mesures de NO à Nogent



Dispersion intra laboratoire

Ineris-NO dispersion intra laboratoire



Dispersion inter laboratoires

Nogent 2004 - NO (ppb) Dispersion inter laboratoire

