



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 4/4)

Intercomparaison entre stations : synthèse des travaux 2002-2004

Novembre 2004
Convention : 04000087

Olivier LE BIHAN



Intercomparaison entre stations

Synthèse des travaux 2002-2004

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

Convention 04000087

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

Etude n°2 / Rapport 4/4

ERREUR ! SOURCE DU RENVOI INTROUVABLE.

**O. LE BIHAN, G. CLAUSS (ASPA), B. ROCQ (ATMO PICARDIE), G.
FIEGEL(ASPA), Y. GODET, J. POULLEAU, C. RAVENTOS, B.
TRIARD, D.GUILLARD, M. RAMEL, R. PERRET, H. PERNIN.**

Ce document comporte 20 pages (hors couverture et annexes).

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	O. Le Bihan	J. Poulleau	M. Ramel
Qualité	Ingénieur à la DRC	Ingénieur à la DRC	Responsable LCSQA
Visa			

TABLE DES MATIERES

RESUME	3
REMERCIEMENTS	4
1. INTRODUCTION	4
2. COMPARAISON 2 A 2	6
2.1 Etat de l’art – programme de travail	6
2.2 Comparaison 2 à 2 simple	7
2.3 Comparaison 2 à 2 avec dopage.....	8
2.4 Discussion - Conclusion	10
3. EXERCICE INTER-LABORATOIRE.....	11
3.1 Etat de l’art - Programme de travail.....	11
3.2 Exercice multi-polluant simple	12
3.3 Exercice multi-polluant avec dopage	14
3.4 Exercice mono-polluant avec dopage	14
3.5 Discussion – Conclusion.....	16
4. DISCUSSION.....	17
4.1 Techniques	17
4.2 Moyens à mettre en œuvre	17
4.3 Mise en cohérence.....	19
5. CONCLUSION	20
6. REFERENCES	21

RESUME

Le document présenté ici effectue la synthèse du travail mené de 2002 à 2004, dans le cadre du LCSQA, sur le thème de la comparaison entre stations.

Ce travail a pour origine l'obligation réglementaire de respecter des valeurs limites en terme d'incertitude sur la mesure. Face à cette exigence, il était essentiel de développer au niveau français des outils permettant la détermination de cette incertitude.

Après une recherche bibliographique, un plan expérimental a été monté, visant à mettre au point, d'une part, des exercices inter-laboratoires « air ambiant », et d'autre part, des exercices de comparaison permettant d'intégrer à la démarche globale tout station fixe française.

Ce travail a été mené en collaboration avec un nombre important d'AASQA, soit participantes à un exercice d'intercomparaison, soit partenaires Atmo Picardie, ASPA.

Les résultats obtenus sont particulièrement satisfaisants. En effet, ils ont mené au développement d'outils totalement opérationnels :

- le concept de **comparaison 2 à 2**, avec ou sans **dopage**, permettant la mise en relation des stations fixes françaises ;
- le concept d'**exercice inter-laboratoire** soit **multi-polluants**, soit **mono-polluant**, permettant la détermination de l'incertitude sur la mesure, préalable indispensable au respect de l'exigence réglementaire.

En ce qui concerne l'**ozone**, les résultats que nous avons obtenus au niveau des valeurs limites horaires montrent que la **limite** sur l'incertitude sur la mesure est **largement respectée**.

En terme de perspectives, restent à mener :

- l'intégration du dopage dans le format inter-laboratoire multi-polluant
- lors des exercices, le développement de la détermination de la dispersion intra-laboratoire (deux analyseurs par participant et par polluant)
- la définition du contenu annuel de l'activité « comparaison entre stations »

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier l'ensemble des personnes et des organisations ayant participé ou contribué à l'ensemble de ce travail, en particulier aux exercices inter-laboratoires mono-polluant d'août 2004 et multi-polluants de mai 2003.

1. INTRODUCTION

Besoin

Les directives européennes dédiées à la qualité de l'air ambiant appellent au respect de valeurs limites, en leur associant une exigence en terme d'**incertitude maximale sur la mesure**. Il s'agit donc d'une exigence réglementaire, qui ne s'applique pas seulement aux candidats à une accréditation COFRAC.

Ceci suppose de **disposer d'outils de détermination** de l'incertitude sur la mesure. Comme nous le verrons au sein de ce document, cette détermination passe obligatoirement par des **exercices de comparaison sur le terrain**, en conditions réelles.

Stratégie générale

Comme dans d'autres domaines, il apparaît nécessaire de mener en parallèle et de manière concertée :

- Une approche basée sur la détermination des facteurs qui participent à l'incertitude de mesure (exemple des mélanges pour étalonnage, des dérives d'appareil, des interférences etc). Les incertitudes liées à chaque facteur sont combinées, de manière à déterminer une incertitude globale, à comparer à l'exigence réglementaire. Cette approche est décrite notamment dans les nouvelles normes (CEN TC 264/GT 12). Un certain nombre d'études du LCSQA contribuent à cette approche par combinaison des incertitudes liées aux étalons (Etude « Organisation de comparaisons interlaboratoires » du LNE), liées à l'analyseur lui-même (Etude « Evaluation et certification des instruments » de l'INERIS) et liées aux lignes de prélèvement (Etude « Estimation des incertitudes de prélèvement » du LNE).
- Une **approche basée sur l'expérimentation directe** par intercomparaison de plusieurs moyens d'analyse opérant en parallèle.

Le croisement entre ces deux approches est très classique et explicitement prévu par la norme NF EN 17025 ; la raison en est qu'aucune des deux approches n'est pleinement satisfaisante :

- La première se heurte à la difficulté d'estimer correctement l'incertitude de chacun des facteurs, et d'être sûr que tous les facteurs ont été pris en compte ;
- La deuxième est incapable de mettre en évidence la part de chaque caractéristique ou facteur d'influence sur le résultat global.

Contenu du présent document

Une étude (que nous pourrions résumer par la terminologie « intercomparaison entre stations») a été menée en ce sens, au sein du LCSQA, de 2002 à 2004. Le présent document a pour objectif de faire la synthèse des travaux menés dans ce cadre.

L'objectif général a été d'évaluer les différentes approches possibles d'intercomparaison au sein des AASQA : avantages, enseignements, contraintes associées, caractère opérationnel.

Comme nous le verrons plus loin, cela nous a amené à considérer deux questions :

1. **Sur quels concepts est-il possible de s'appuyer pour réaliser des exercices inter-laboratoires « air ambiant » ?** (Chapitre 3)
2. **Sachant que ces exercices sont a priori destinés à des moyens mobiles, comment intégrer à cette démarche toute station fixe de surveillance française ?** (Chapitre 2)

Dans un premier temps, nous avons réalisé un état de l'art sur les outils existant dans ce domaine. Ceci nous a permis, dans un second temps, d'élaborer un plan d'action expérimental et de mener celui-ci.

Ce plan d'action a consisté à considérer, d'une part, une **approche individuelle** destinée à toute station de réseau français de surveillance (chapitre 2), et d'autre part, des **exercices de groupe**, prenant en référence un outil normatif (chapitre 3).

A l'issue de ce travail, un ensemble d'outils a été mis au point. Les capacités opérationnelles de ces outils ont été démontrées, et permettent désormais de concevoir une **activité systématique** permettant de répondre à l'exigence de détermination de l'incertitude sur la mesure. Un bilan technique et humain, ainsi qu'une proposition en terme d'organisation, sont proposés dans le chapitre 4.

2. COMPARAISON 2 A 2

2.1 ETAT DE L'ART – PROGRAMME DE TRAVAIL

Etat de l'art

Une étude bibliographique a été réalisée en 2002 [1] et se trouve résumée ci-dessous sur la figure 2-a.

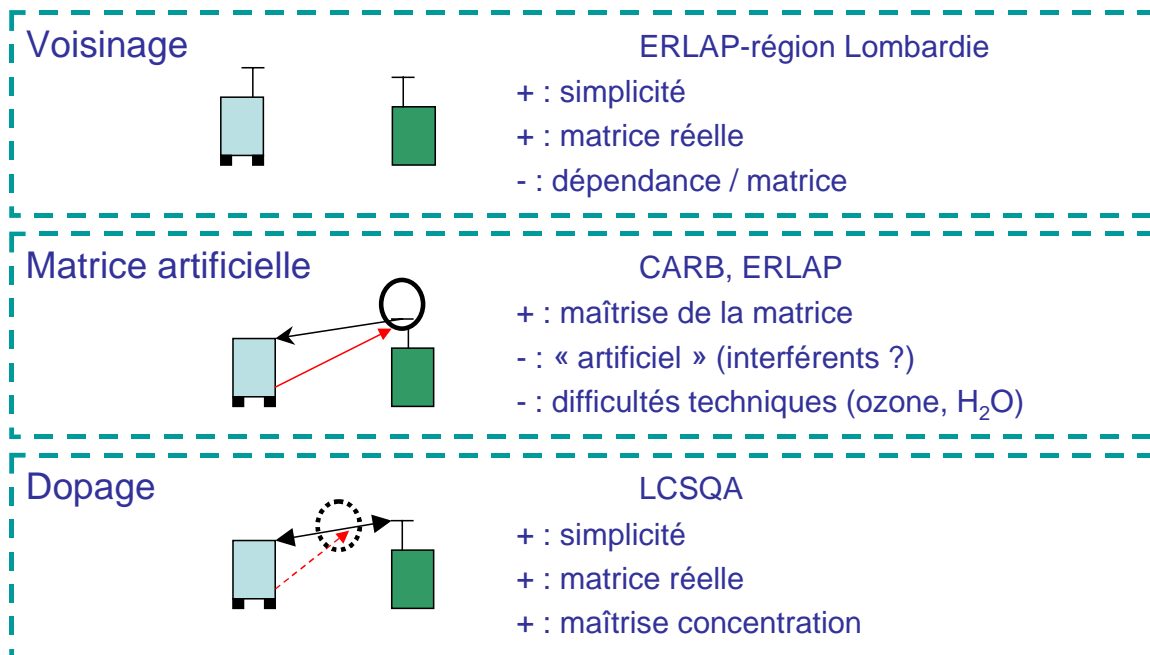


Figure 2-a : résumé de l'état de l'art en ce qui concerne les comparaisons 2 à 2.

Nous avons ainsi pu identifier 2 concepts :

- le voisinage : cette technique consiste à placer un laboratoire mobile à proximité d'une station fixe. Si cette approche présente des avantages indéniables (travail en matrice réelle, simplicité de la mise en œuvre), nous avons relevé le risque de ne disposer que d'un nombre réduit de données du fait que les opérateurs sont limités aux concentrations disponibles dans l'environnement pendant la durée de l'exercice.
- la matrice artificielle : cette approche est très intéressante dans la mesure où elle répond à l'objectif de soumettre à la station de mesure fixe, une matrice totalement maîtrisée, et tout particulièrement des concentrations variées et connues. Toutefois la génération d'interférents comme la vapeur d'eau ou l'ozone s'avère délicate, ce qui amène à s'éloigner des conditions réelles.

Programme expérimental

L'insuffisance relevée quant à la présence d'interférent, notamment, nous a amenés à ne pas retenir la matrice artificielle dans notre programme expérimental.

La technique de voisinage a été retenue, en raison de sa simplicité mais aussi dans le but d'évaluer ses apports (« **comparaison 2 à 2** », chapitre 2.2).

Nous avons ensuite cherché à mettre au point un concept rassemblant les avantages de ces deux approches, la « **comparaison 2 à 2 avec dopage** », développée et testée avec succès en 2004 (Chapitre 2.3).

2.2 COMPARAISON 2 A 2 SIMPLE

Campagne test

Une campagne de comparaison a été menée mettant en œuvre la station mobile INERIS et la station de surveillance de Nogent sur Oise (60), en collaboration avec le réseau Atmo Picardie (novembre 2002, référence [2]). Les polluants suivants ont été considérés : PM₁₀ (TEOM), O₃, NO_x, SO₂.

Technique de comparaison

Le traitement des données a été basé sur l'approche retenue par ERLAP/Ispra [3]. Cela consiste à établir une comparaison entre les deux entités de mesure, sur la base d'une régression linéaire (cf. Figure 2-b). Sont ainsi considérées la différence à l'origine et la pente : les résultats sont analysés selon une grille de classement « qualité » proposée par ERLAP (tableau 2-a).

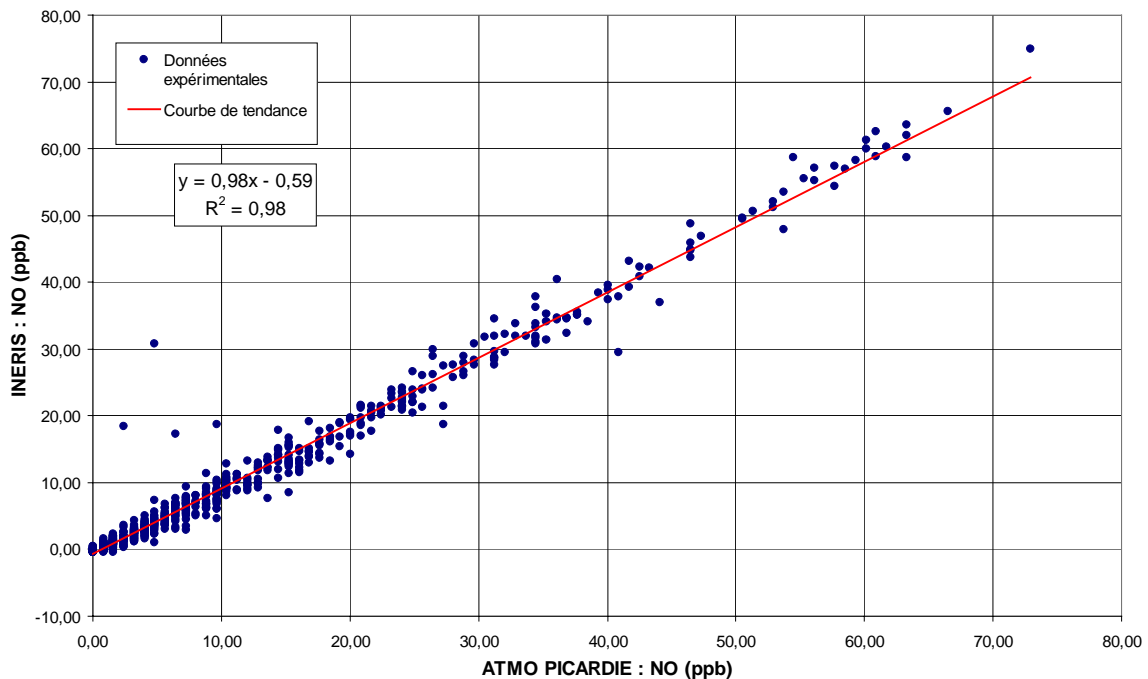


Figure 2-b : comparaison entre moyen fixe et moyen mobile, pour le NO, lors de la comparaison 2 à 2 de novembre 2002.

Nous avons pour notre part ajouté à ce dispositif d'analyse de la qualité des résultats, la prise en compte de la dispersion (coefficient de corrélation R), ainsi que la confrontation entre le domaine de concentration couvert lors des essais, et les valeurs limites associées aux divers polluants.

Résultats

Le calcul de corrélation a mis en évidence une très bonne convergence des résultats entre les deux entités ayant participé à l'exercice, et a permis de qualifier la qualité des résultats fournis par chaque participant, en se référant aux critères établis par le laboratoire européen ERLAP (pente, offset).

Retour d'expérience

Sous réserve de disposer de suffisamment d'espace pour le placement d'un camion laboratoire, il apparaît que ce type de réalisation est assez simple de mise en œuvre.

En terme de potentiel, la seule **réserve** à apporter concerne l'**étendue de la gamme de concentration** rencontrée durant l'exercice.

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 2-a : grille de classement « qualité basée sur les différences observées au niveau de l'offset et de la pente.

2.3 COMPARAISON 2 A 2 AVEC DOPAGE

Comme nous venons de le voir, le concept de comparaison 2 à 2 répond très bien aux objectifs d'intercomparaison, à ceci près qu'il serait nécessaire de pouvoir explorer une gamme étendue de concentration, incluant les valeurs limites horaires.

Dans ce but, nous avons imaginé un système d'enrichissement de la matrice [Figure 2-c]. Notre approche s'est inspirée du dispositif de génération d'une matrice artificielle, étudié par ERLAP [4].

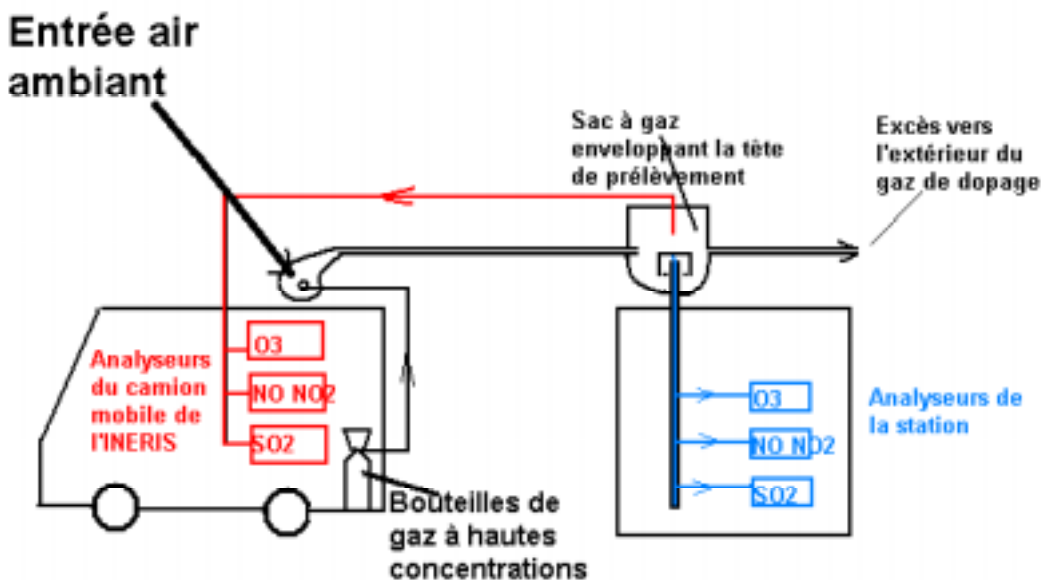


Figure 2-c : schéma de principe du système de dopage LCSQA/INERIS.

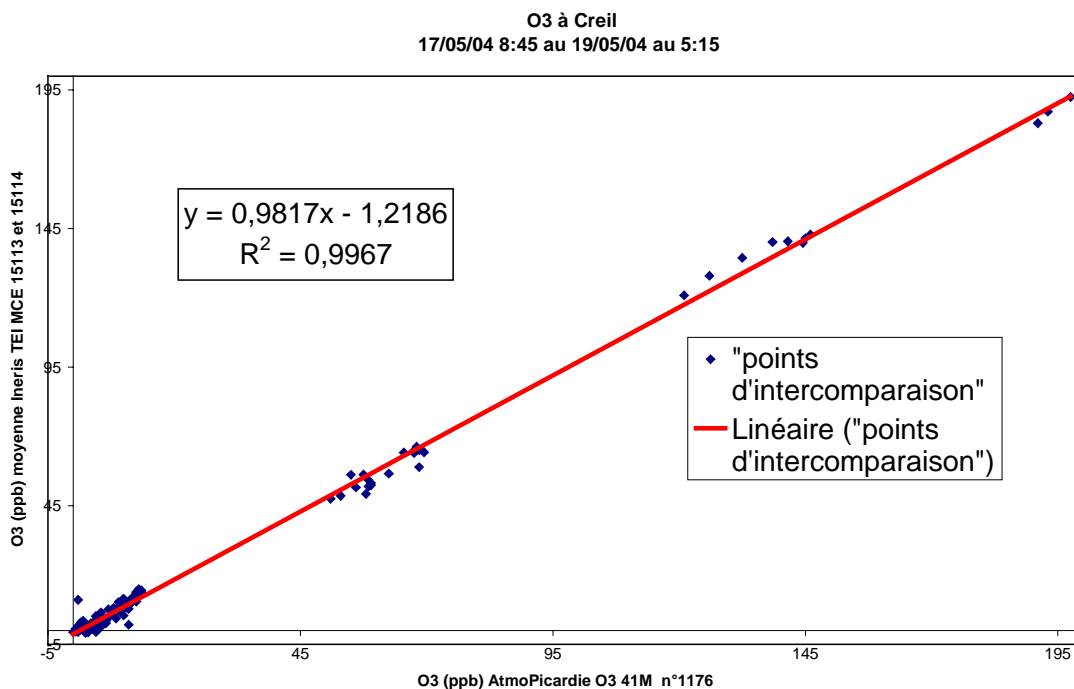


Figure 2-d : comparaison 2 à 2 avec dopage de mai 2004, station Atmo Picardie de Creil (60).

Par contre, nous faisons le choix de conserver la matrice air ambiant dans son intégralité, en réalisant un enrichissement en l'état. **Notre objectif n'est donc pas de produire un niveau précis de concentration, mais simplement de fournir à la station de mesure un ordre de grandeur donné : ceci est illustré sur le graphique 4-d par la présence de groupes de points expérimentaux, à 4 niveaux de concentration.**

Il faut toutefois relever que ce système de dopage concerne uniquement les gaz. La mise au point d'un tel système pour les particules serait plus complexe.

Ce dispositif a été mis au point et testé au cours de l'exercice 2004 [5]. Comme le montre la figure 2-d, il a été possible d'atteindre des niveaux de concentration conséquents (ici environ $400 \mu\text{g}/\text{m}^3$ d'ozone).

Le système de dopage s'est avéré tout à fait opérationnel, permettant d'intervenir sur des durées courtes : une fois le camion laboratoire installé, des essais assez approfondis peuvent être menés sur 2 à 3 jours, sur plusieurs polluants à la fois (NO, NO₂, SO₂, CO, O₃).

En terme de résultats, il est à noter que l'ensemble des essais menés sur les deux stations Atmo Picardie, ont placé –à une exception près, classe 2- les participants dans la meilleure des classes de qualité (classe 1) sur les 4 à 5 classes que comprend le référentiel.

Par ailleurs, la mise en œuvre de deux analyseurs par polluant, au niveau du laboratoire mobile, permet de faire apparaître d'éventuels écarts systématiques ou aléatoires, et de quantifier ainsi la dispersion intralaboratoire.

2.4 DISCUSSION - CONCLUSION

L'objectif initial de ce travail était de permettre la comparaison entre stations fixes, à l'aide d'un élément commun, mobile.

La procédure de comparaison 2 à 2, telle que nous l'avons décrite dans ce document, permet de répondre à ce besoin.

Le souhait de pouvoir réaliser ce type d'étude sur une large étendue de concentrations prenant en compte les valeurs limites horaires, nous a amenés à développer un **système d'enrichissement de la matrice en polluants gazeux**. Ce concept s'est avéré totalement **opérationnel, rapide et facile à mettre en œuvre**, permettant d'explorer sur une durée très courte (3 jours maximum) un spectre large de polluants (gazeux) et de concentrations, incluant les **valeurs limites horaires**.

Cet outil et ce savoir-faire sont désormais à la disposition des AASQA.

3. EXERCICE INTER-LABORATOIRE

3.1 ETAT DE L'ART - PROGRAMME DE TRAVAIL

Deux approches complémentaires permettent de déterminer l'incertitude sur la mesure :

- 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 première de ces approches nécessite une validation par comparaison avec les résultats obtenus à l'aide de la seconde approche. Cette dernière est définie à travers la norme ISO 5725.

L'objet de notre travail a consisté en l'identification de techniques permettant d'adapter l'approche comparative au cas de l'air ambiant. L'état de l'art n'a en effet pas permis de trouver de précédent dans ce domaine.

Par contre, nous avons pu nous appuyer sur un réel savoir-faire existant à l'INERIS, dans un secteur très proche, celui de la mesure des rejets à l'émission [6].

En collaboration avec l'ASPA, nous avons tout d'abord considéré un premier concept, dérivé de l'approche en « voisinage » rencontrée dans la partie précédente (comparaison 2 à 2) : l'**exercice inter-laboratoire multi-polluants** (chapitre 3.2). Comme cela est schématisé sur la figure 3-a, le principe consiste à réunir un ensemble de stations mobiles, sur un même site.

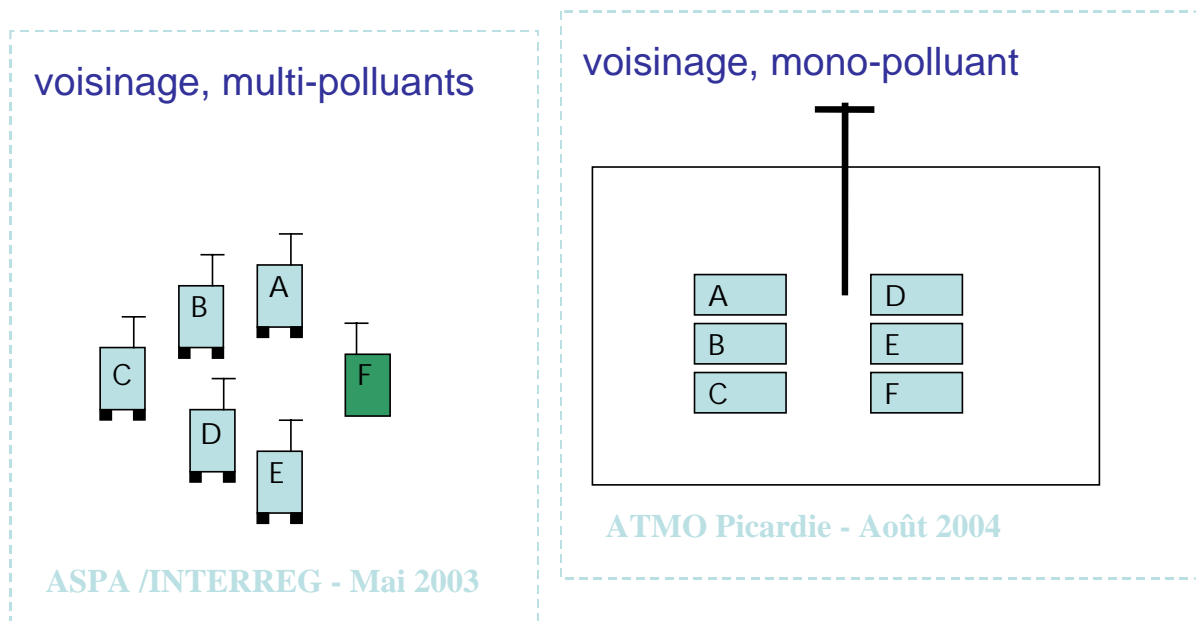


Figure 3-a : concepts d'exercice inter-laboratoire, imaginés dans le cas de l'air ambiant.

L'intérêt de mettre à disposition des participants une matrice enrichie, a été abordée assez rapidement, à travers l'évaluation du potentiel d'une **boucle de génération** située à l'INERIS, et dédiée aux mesures à l'émission (Chapitre 3.3).

En collaboration avec Atmo Picardie, un second concept a ensuite fait jour : celui de campagne inter-laboratoire **mono-polluant** (Chapitre 3.4). Comme cela est schématisé sur la figure 3-a, il s'agit de rassembler un ensemble de participants au niveau d'une même station de mesure, fixe, pour un exercice dédié à un polluant unique.

3.2 EXERCICE MULTI-POLLUANT SIMPLE

La campagne d'intercomparaison Interreg-ASPA de Mai 2003 a réuni 18 participants, dont 16 pour l'ozone (photo 5-a).



Photo 5-a : vue d'une partie des participants à l'exercice multi-polluants de mai 2003 Interreg-ASPA.

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

Résultats généraux

Ce travail a permis d'adapter au domaine de la surveillance de la qualité de l'air, l'approche définie au sein de la norme ISO 5725. Nous avons ainsi pu déterminer :

- l'intervalle de confiance associé à n'importe quelle mesure fournie par l'un des participants (norme ISO 5725), et comparable à une incertitude élargie au sens du GUM
- l'intervalle de confiance de répétabilité, pour les participants dotés de deux systèmes de mesure par polluant

En ce qui concerne la majorité des polluants, l'impact de l'exercice a été limité en raison de bas niveaux de concentration rencontrés lors de la période de mesure.

Cependant, les résultats obtenus sont positifs en ce qui concerne l'ozone puisque nous avons pu montrer que l'exigence européenne de 15 % était respectée entre 40 et 100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

De plus, nous avons relevé :

- des problèmes techniques non détectés par les procédures initiales ou les systèmes automatiques (au moins 11 appareils, soit 13,75% du parc) ;
- un retour d'expérience marquant sur l'utilisation des TEOM (influence de la climatisation).

Ces données générales ayant été présentées dans un premier rapport [7], nous nous sommes ensuite intéressés à la détermination des résultats individuels et au traitement de cas particuliers [8].

Résultats individuels

Nous avons tout d'abord recherché le moyen de traiter et d'exprimer les résultats.

Une méthodologie a été mise au point. Elle comprend la prise en compte de la circulation de matériaux de comparaison, différents tests visant à positionner les résultats de chaque participant vis-à-vis de la communauté des participants (paramètre E, régression linéaire), et enfin l'analyse de différents cas particuliers.

La mise en œuvre de cette méthodologie a permis d'identifier des dysfonctionnements non-détectés lors des procédures classiques de vérification.

La situation semble globalement satisfaisante et tout particulièrement en ce qui concerne la mesure de l'ozone. Cependant :

- Il apparaît essentiel d'introduire dans la méthodologie de mesure du PM10, l'isolation thermique de la ligne de prélèvement, puis à l'avenir, de ré-évaluer la dispersion inter-laboratoire du PM10.
- Cette question de la protection thermique illustre l'intérêt de plateformes d'échange et d'autoformation à l'intention des opérateurs, afin de maintenir et de tenir à jour dans la communauté, un certain nombre d'informations et de retours d'expérience.
- En ce qui concerne la mesure des NOx, la question de l'homogénéité de la matrice se pose pour quelques participants ; un certain nombre de cas restent, par ailleurs, difficiles à expliquer.
- Plus globalement, l'analyse des données nous a amenés à étudier de manière approfondie 32 appareils sur 80, soit 40 % du parc instrumental participant à l'exercice, nous menant au final à ne pas retenir 7 instruments soit 9 % du parc.

Conclusion

L'exercice réalisé en collaboration avec l'ASPA, a permis de mettre au point le concept d'**exercice inter-laboratoire multi-polluant**.

Une **méthodologie** détaillée, tant au niveau du déroulement de l'exercice, qu'au niveau de sa définition et au niveau du traitement des résultats, permet désormais l'organisation d'exercices efficaces et pertinents.

Reste à répondre à la nécessité de considérer les valeurs limites de concentration : une action a été proposée en ce sens dans le programme 2005, basée sur les succès rencontrés par ailleurs avec le dispositif de **dopage** de la matrice.

3.3 EXERCICE MULTI-POLLUANT AVEC DOPAGE

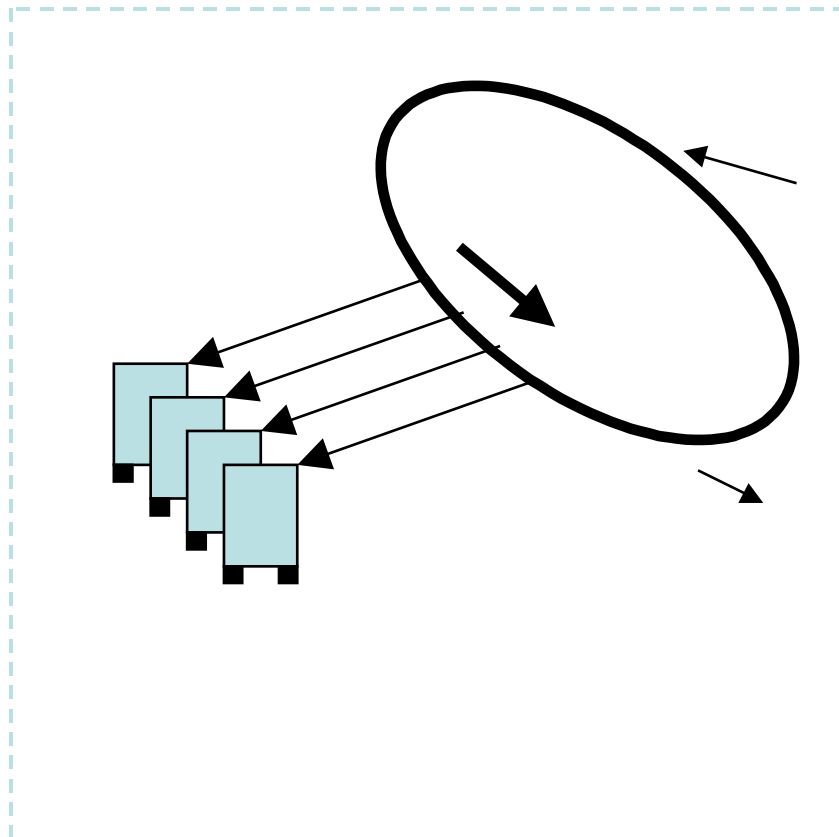


Figure 3-b : schéma de présentation de la boucle INERIS.

Comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, la possibilité d'enrichir la matrice air ambiant permet, tout en conservant la représentativité du travail en matrice réelle (interférénts, etc.), d'assurer l'exploration d'un spectre étendu de concentrations.

C'est pourquoi nous avons évalué le potentiel d'un système appelé « boucle », mis au point à l'INERIS, et qui permet la mise à disposition d'une même matrice aux participants à un exercice d'intercomparaison (cf. figure 3-b), jusqu'ici dans le domaine des mesures à l'émission.

Cette boucle a ainsi été testée dans des conditions air ambiant, pour le SO₂, le CO et le NO. Ceci nous a permis d'établir sa capacité à générer des concentrations selon une gamme très étendue, pour un niveau de dispersion inférieur à la limite de quantification des polluants considérés.

Cette installation s'avère donc être un **outil potentiel performant**, à destination d'exercices inter-laboratoires multi-polluants gazeux, dans le domaine de l'air ambiant [9].

3.4 EXERCICE MONO-POLLUANT AVEC DOPAGE

Concept

Un exercice inter laboratoire mono-polluant a été organisé en août 2004 par Atmo Picardie, en collaboration avec le LCSQA/INERIS. Un rapport spécifique a été édité [10].

Son principe a consisté à rassembler un ensemble d'analyseurs/laboratoires participants, au sein d'une même station de mesure, et en l'occurrence même, sur une même tête de prélèvement. Le polluant considéré a été l'ozone.

La comparaison a été réalisée pendant le mois août 2004, complétée en fin de période par une session de dopage.

Résultats

La détermination de l'intervalle de confiance de reproductibilité a permis de montrer que l'**incertitude élargie** du groupe de participants était inférieure à **8%** pour l'ozone, ceci au niveau des **seuils d'information**, de **recommandation** et **d'alerte** (Figure 5-c).

L'exigence réglementaire de 15 % (Directive européenne) est donc largement respectée.

Ce calcul ainsi que l'évaluation des résultats individuels des participants permettent de montrer la qualité des méthodes de mesure de l'ozone des participants et la conformité aux exigences réglementaires (Directives Européennes et arrêté ministériel précisant les modalités de surveillance de la qualité de l'air) et normatives (NF EN ISO/CEI 17025).

L'intérêt de cet exercice et des résultats obtenus ne se limite pas à ses participants. En effet :

- un panel très large d'appareils de mesure a ainsi été évalué
- les participants comprenaient des réseaux français, mais aussi un membre du LCSQA, ainsi qu'un **réseau étranger**, et un **distributeur d'analyseur**

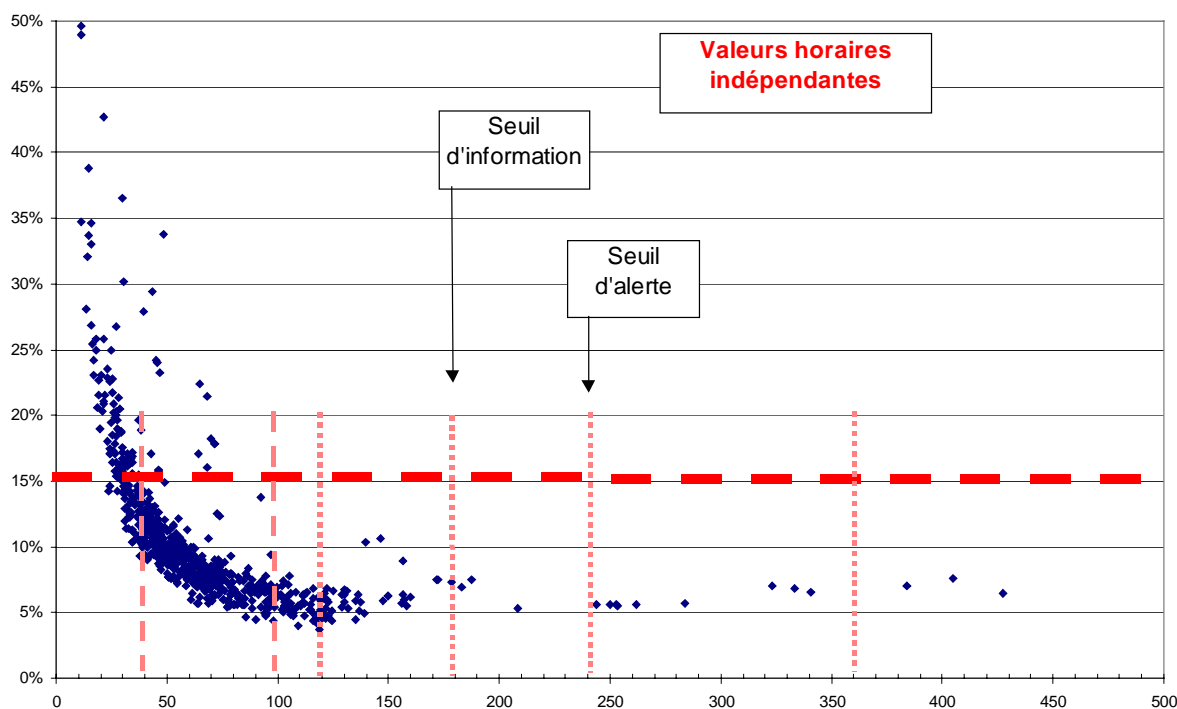


Figure 3-c : exercice interlaboratoire mono-polluant Atmo Picardie, août 2004 – intervalle de confiance de reproductibilité relatif.

Retour d'expérience

Cette collaboration entre Atmo Picardie et l'INERIS a permis la validation de ce nouveau concept que constituent les exercices inter-laboratoire mono-polluant en air ambiant.

La technique de dopage, mise au point au cours de l'année par l'INERIS [5], et dont les qualités de mise en œuvre ont été confirmées, a constitué un apport déterminant, puisque c'est grâce à cette technique que l'exercice inter laboratoire a pu être mené au niveau des valeurs limites horaires, pour lesquelles la réglementation exprime ses exigences en terme d'incertitude.

La station Atmo Picardie s'est avérée être un outil adéquat et opérationnel pour ce type d'exercice.

C'est pourquoi ce concept, opérationnel, est inclus dans le panel d'actions proposées par le LCSQA, en 2005, sur le thème de l'intercomparaison.

3.5 DISCUSSION – CONCLUSION

Comme nous l'a montré l'étude bibliographique, aucun précédent n'était disponible dans la littérature quant à la réalisation d'un exercice inter-laboratoire plein et entier, selon le référentiel normatif adapté (ISO 5725).

Cette mise en œuvre, effectuée en collaboration étroite avec deux AASQA partenaires, nous a permis de déboucher sur deux concepts, à la fois novateurs et performants.

En terme de résultats, la mesure de l'ozone par la communauté française en sort confortée, puisque que les ordres de grandeur déterminés en terme d'incertitude, répondent à l'exigence réglementaire.

Par ailleurs, l'implication systématique de représentants étrangers, allemands d'une part, et belges d'autre part, est également un gage de qualité puisque cela implique la comparaison avec des méthodes mais aussi des chaînes d'étalonnage différentes.

En terme de perspectives, il apparaît désormais nécessaire de chercher à étendre le concept de dopage aux exercices multi-polluants.

4. DISCUSSION

Ce chapitre a pour objectif de résumer les possibilités des outils désormais disponibles, et d'essayer d'ores et déjà de faire quelques suggestions quant à leur mode d'intégration, afin d'en préparer la discussion au sein du groupe de discussion réunissant l'ensemble des acteurs français de surveillance de la qualité de l'air.

4.1 TECHNIQUES

Besoins		Technique					
		Comparaison 2 à 2		Exercice inter-laboratoire			
				Mono-polluant		Multi-polluant	
		Sans dopage	Avec dopage	Sans dopage	Avec dopage	Sans dopage	Avec dopage
Relier les stations fixes	Gaz		X				
	PM	X					
Détermination de l'incertitude sur la mesure	Gaz				X		X*
	PM			X		X	

Tableau 4-a : bilan des différentes solutions proposées, en regard des besoins.

* : technique pour laquelle un développement reste à réaliser (en l'occurrence, le dopage gaz, pour l'approche exercice inter-laboratoire multi-polluants) .

Le tableau 4-a recense d'une part les besoins en terme de « comparaison », et d'autre part les outils désormais disponibles.

Comme nous pouvons le constater, ces outils sont tout à fait matures en ce qui concerne les polluants gazeux, sachant que nous chercherons en 2005 à introduire le dopage dans les exercices multi-polluants. Par maturité nous entendons la capacité à travailler dans un laps de temps court, tout en garantissant l'étude de domaines de concentration larges incluant les valeurs limites horaires.

La situation est moins avancée en ce qui concerne les particules, puisque les possibilités d'introduction d'un système de dopage sont a priori nettement moins évidentes ; les domaines de concentration explorés lors des exercices d'intercomparaison dépendront donc des conditions de pollution rencontrées sur le site.

4.2 MOYENS A METTRE EN ŒUVRE

Il a semblé intéressant de fournir aux différents acteurs une estimation des moyens à mettre en œuvre pour ce type d'interventions, même si cette estimation reste très délicate.

Pour proposer une telle estimation, nous nous sommes basés sur le retour d'expérience des exercices déjà effectués, sachant par ailleurs que leur schéma –ainsi que les origines géographiques des participants- est appelé d'ores et déjà à évoluer ; ces estimations en terme de moyens humains, sont disponibles dans le tableau 4-b.

Exercice	AASQA organisatrice	AASQA participante	LCSQA / INERIS (1)	Nombre de polluants	Nombre de jours	Nombre de jours par poll. et par AASQA (4)
Comparaison 2 à 2 avec dopage	2	1	8	5	10	2
Interlaboratoire multi-polluants	28	5 ⁽²⁾	22	5	100	4
Interlaboratoire mono-polluant	6	4 ⁽³⁾	5	1	15	3

Tableau 4-b : estimation des moyens humains nécessaires aux différents outils d'intercomparaison.

⁽¹⁾ : hors-traitement des données, développement technique et gestion du programme.

⁽²⁾ : source = exercice 2003, majorée d'un jour ; en effet, le développement de l'aspect « échange » pourrait entraîner une augmentation de 2 à 3 jours.

⁽³⁾ : source = exercice 2004, majorée d'un jour (en effet, en 2004, participants modérément éloignés géographiquement).

⁽⁴⁾ : calcul réalisé pour 10 AASQA participantes en multi-polluants (avec par ailleurs INERIS et un laboratoire étranger) ; en mono-polluant, 5 AASQA.

Comparaison 2 à 2

La comparaison 2 à 2 se présente à ce jour sous la forme du déplacement de laboratoire mobile INERIS, muni d'analyseurs, et de son système de dopage. L'estimation proposée ne prend pas en compte le traitement des données, et considère les économies d'échelle pouvant être effectuées en incluant une comparaison dans une série de 3 à 4 exercices simultanés.

Exercice inter-laboratoire

En ce qui concerne le volet « inter-laboratoire », la comparaison des deux formules est délicate.

Ainsi le nombre de participants, et le nombre de polluants n'est pas le même : l'exercice multi-polluants de mai 2003 a ainsi permis de considérer 18 entités de mesure, 5 polluants, 80 analyseurs, contre 6 entités de mesure, 1 polluant et 7 analyseurs pour l'exercice mono-polluant.

A l'inverse, l'exercice mono-polluant peut se dérouler dans la durée -aspect très favorable pour les particules, ne disposant pas de dopage-, et également mettre en œuvre de manière plus aisée la dimension « intra-laboratoire » (deux analyseurs par polluant, et par participant).

Enfin, l'estimation que nous avons réalisée ne montre pas d'énorme différence du ratio coût « nombre de jours par participant et par polluant ».

La conclusion est que ces deux approches sont tout à fait intéressantes, voire complémentaires, et qu'il serait très utile de concevoir un schéma s'appuyant sur ces deux outils.

4.3 MISE EN COHERENCE

Sur la base des deux chapitres précédents, nous discutons ici de la formule qui pourrait être proposée aux AASQA, en terme de type d'exercices et de fréquence, dans le domaine de la « comparaison ».

Détermination de l'incertitude sur la mesure :

La tenue d'**un exercice inter-laboratoire multi-polluant chaque année**, ouvert à environ 10 participants, permettrait à chaque AASQA d'y participer a minima **une fois tous les 4 ans**. (volume : 100 jours par an)

La tenue de **deux exercices mono-polluant par an**, ouvert à 5 participants, permettrait de proposer un nombre équivalent de participations. (volume : 30 jours par an)

Notons que ces estimations prennent en compte un certain nombre de places destinées à l'AASQA organisatrice, à l'INERIS, et -point souhaitable- à la possibilité d'inviter un collègue étranger.

Une telle formule permettrait à toute AASQA de participer à un exercice tous les deux ans, successivement de type mono- et multi-polluants. (volume total : 130 jours par an)

Intégration des stations fixes

La démarche proposée est dans un premier temps de poursuivre ce type de campagne, d'une part pour répondre aux demandes éventuelles d'AASQA au niveau d'une station donnée, et d'autre part pour chercher à faire un bilan de la situation française sur la base d'un échantillon représentatif.

Les participants aux exercices inter-laboratoires peuvent également établir une comparaison 2 à 2 avec les stations fixes de leur réseau.

5. CONCLUSION

Le présent document a pour objectif de présenter les résultats de l'étude « comparaison entre stations », menée de 2002 à 2004 dans le cadre du LCSQA.

Nous avons cherché à répondre à deux objectifs :

- relier les différentes stations fixes françaises entre-elles,
- déterminer par une approche comparative, l'incertitude sur la mesure dans le domaine de l'air ambiant.

Un travail important a été mené, en collaboration avec un nombre important d'AASQA, soit participantes à un exercice d'intercomparaison, soit partenaires (Atmo Picardie, ASPA).

Les résultats sont particulièrement satisfaisants puisque le dispositif français de surveillance de la qualité de l'air a ainsi développé des **outils** très performants lui **permettant de déterminer son incertitude sur la mesure**, préalable indispensable à l'exigence réglementaire.

Ces résultats sont également particulièrement satisfaisants, puisque dans le cas du polluant que nous avons pu considérer au niveau des valeurs limites horaires, à savoir l'**ozone**, la **limite sur l'incertitude sur la mesure est largement respectée**.

En terme de perspectives, restent à mener :

- l'intégration du dopage dans le format inter-laboratoire multi-polluant
- lors des exercices, le développement de la détermination de la dispersion intra-laboratoire (deux analyseurs par participant et par polluant)
- la définition du contenu annuel de l'activité « comparaison entre stations »

6. REFERENCES

1. « Développement d'un outil d'intercomparaison », O. Le Bihan, rapport LCSQA, convention 41/2000, juin 2002.
2. « Comparaison station fixe – station mobile / campagne de Nogent-sur-Oise », O. Le Bihan, rapport LCSQA, convention 03000115, décembre 2003.
3. « Dieci anni (1990-2000) di controllo di qualità dei dati della rete di monitoraggio atmosferico della regione lombardia » Cerutti et al., EUR 20139 IT, 2002.
4. « Programme européen d'assurance de la qualité des mesures de routine de NO, NO₂ et SO₂ », Payrissat et al., document EUR 16442 FR, 1996.
5. « Intercomparaison avec dopage à NOGENT sur Oise et CREIL », LCSQA, O. Le Bihan, Y. Godet, INERIS DRC-04-55262-AIRE- n° 592-YGo
6. Poulleau 2001 : « Essais interlaboratoires de mesures à l'émission – Retour d'expérience et synthèse » - rapport INERIS – Jean Poulleau, février 2001.
7. « Intercomparaison sur site INTERREG-ASPAs, mai 2003 », Olivier Le Bihan, Rapport LCSQA, convention 03000115, Décembre 2003.
8. « Exercice d'intercomparaison Interreg-ASPAs, mai 2003 : résultats individuels et analyse de cas particuliers », Olivier Le Bihan et Gilbert Fiegel, Rapport LCSQA, convention ..., Novembre 2004.
9. « Comparaison inter-stations - Certification des analyseurs », O. Le Bihan, rapport LCSQA, Convention 31/2001, Décembre 2002.
10. « Intercomparaison mono-polluant Atmo-Picardie - Ozone, Creil, août 2004 », B. Rocq, O. Le Bihan, Y. Godet, rapport LCSQA, novembre 2004.