



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Etudes n° 8 et 9 Préparation à la certification des générateurs de gaz étalons Normalisations nationale et internationale

Novembre 2004 – Version 2
Convention : CV04000090

*Pascal Launey, Pascal Prudhon, Caroline
Chmieliewski, Christophe Sutour, Gilles
Hervouet, Tatiana Macé*



LABORATOIRE NATIONAL D'ESSAIS

AU SEIN DU LCSQA

Etude n°8 :

**PREPARATION A LA CERTIFICATION DES GENERATEURS DE
GAZ ETALONS**

**Pascal Launey, Pascal Prudhon, Gilles Hervouet
Caroline Chmieliewski, Tatiana Macé**

Novembre 2004

RESUME

Dans le cadre de l'évolution rapide des référentiels techniques et réglementaires européens concernant les capteurs et instruments de mesure pour l'environnement, des travaux ont été engagés pour mettre en place une marque NF.

Le rapport rédigé en 2002 sur ce sujet précisait les contraintes techniques et de marché et un schéma de principe de la certification.

Le règlement de la marque a été approuvé par AFNOR CERTIFICATION le 30/10/03.

Le premier comité de marque a eu lieu le 05/11/03. Des dossiers d'admission ont été présentés. Compte tenu des audits réalisés au mois d'octobre 2003 et des résultats d'évaluation des matériels obtenus antérieurement, des admissions à la marque NF ont été prononcées par le comité de marque pour des analyseurs mesurant la pollution atmosphérique.

En 2004, il a été proposé d'étendre le référentiel technique pour l'évaluation des générateurs de gaz et pour l'évaluation des analyseurs et des préleveurs automatiques de particules dans l'air ambiant.

Toutefois, sur le plan technique, il a été mis en évidence que des travaux d'étude étaient nécessaires pour étendre le référentiel technique à ces deux catégories d'appareils.

Pour cette raison, des essais préliminaires ont été réalisés dès 2004 sur des générateurs de gaz (cf. fiches n°3 et n°4).

A la suite de ces essais, un projet de cahier des charges a été rédigé pour l'évaluation des générateurs d'ozone dans un premier temps : ce projet est donné en annexe 1.

De même, un projet de cahier des charges a été rédigé pour l'évaluation des analyseurs de particules : ce projet est donné en annexe 2.

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION.....	1
2. REDACTION DE 2 CAHIERS DES CHARGES	2
3. ANNEXES.....	3
3.1. Annexe 1 : Proposition de cahier des charges pour l'évaluation des équipements d'étalonnage des analyseurs de gaz	3
3.2. Annexe 2 : Proposition de cahier des charges pour l'évaluation des analyseurs et des préleveurs automatiques de particules dans l'air ambiant.....	12

1. INTRODUCTION

Dans le cadre de l'évolution rapide des référentiels techniques et réglementaires européens concernant les capteurs et instruments de mesure pour l'environnement, des travaux ont été engagés pour mettre en place une marque NF.

Le domaine susceptible d'être couvert concerne les mesures « air, eau, bruit, sol ».

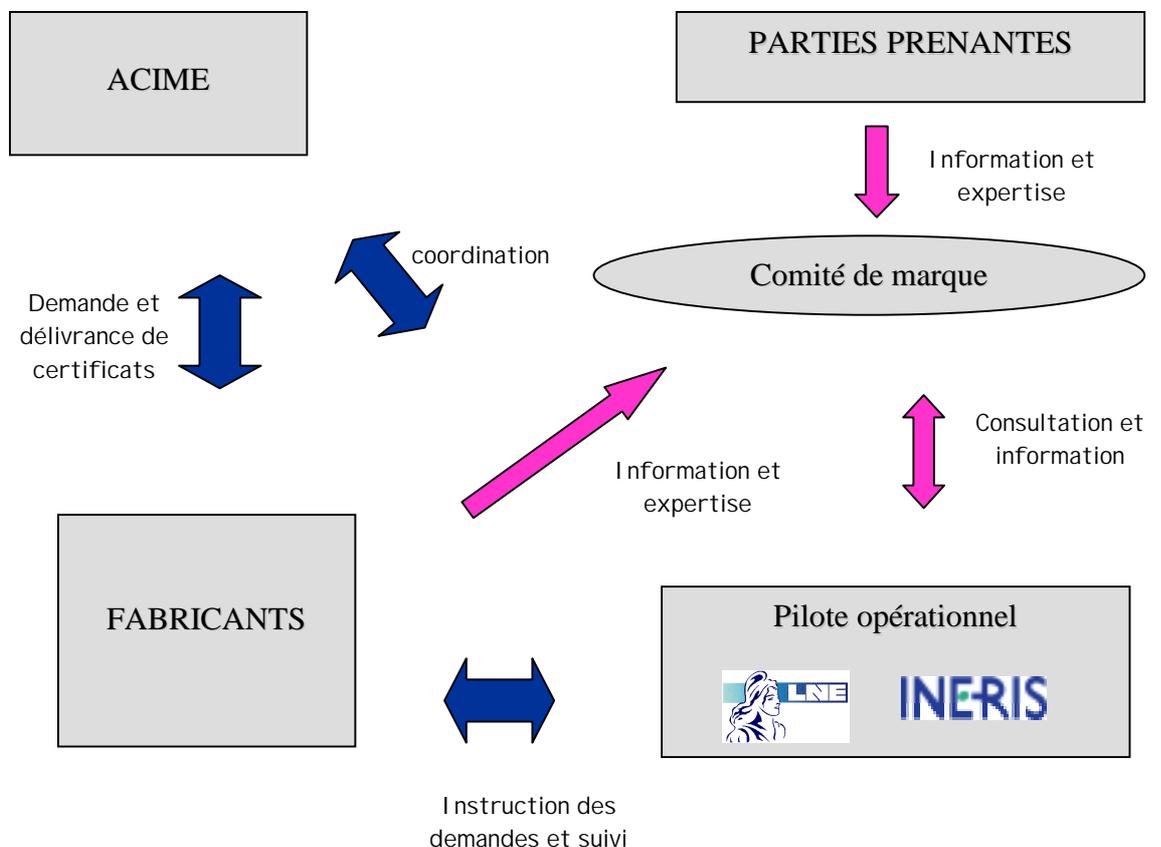
Dans le domaine de l'air, l'approche certification a été initiée dans le cadre des travaux du CEN TC 264 et des commissions miroirs X43D « air ambiant » et X43B « émissions ».

En 2002, un groupe de travail a rédigé un rapport sur ce sujet qui précisait les contraintes techniques et de marché et qui proposait un schéma de principe de la certification.

Puis, l'association ACIME (association pour la certification des instruments de mesure pour l'environnement) a été constituée le 29/09/03.

Le comité de marque NF a été constitué le 01/10/03. Ce comité est composé de divers collèges assurant une représentation équilibrée des diverses parties prenantes : Fournisseurs, fabricants, utilisateurs, consommateurs, prescripteurs, experts, organismes techniques, administrations.

Les relations entre les différents acteurs sont les suivantes :



Le règlement de la marque a été approuvé par AFNOR CERTIFICATION le 30/10/03.

Le premier comité de marque a eu lieu le 05/11/03. Des dossiers d'admission ont été présentés. Compte tenu des audits réalisés au mois d'octobre 2003 et des résultats d'évaluation des matériels obtenus antérieurement, des admissions à la marque NF ont été prononcées par le comité de marque pour des analyseurs mesurant la pollution atmosphérique.

2. REDACTION DE 2 CAHIERS DES CHARGES

En 2004, il a été proposé d'étendre le référentiel technique pour l'évaluation des générateurs de gaz et pour l'évaluation des analyseurs et des préleveurs automatiques de particules dans l'air ambiant.

Toutefois, sur le plan technique, il a été mis en évidence que des travaux d'étude étaient nécessaires pour étendre le référentiel technique à ces deux catégories d'appareils.

Pour cette raison, des essais préliminaires ont été réalisés dès 2004 sur des générateurs de gaz (cf. fiches n° 3 et n° 4).

A la suite de ces essais, un projet de cahier des charges a été rédigé pour l'évaluation des générateurs d'ozone dans un premier temps : ce projet est donné en annexe 1.

De même, un projet de cahier des charges a été rédigé pour l'évaluation des analyseurs de particules : ce projet est donné en annexe 2.

Ces cahiers des charges ont été examinés lors d'une réunion « Marque NF » qui s'est tenue le 7 juillet 2004 : différents commentaires et remarques ont été apportés.

En fin de réunion, il a été décidé des actions suivantes :

- Pour le cahier des charges sur l'évaluation des générateurs d'ozone :

- Actualiser le projet de cahier des charges en y intégrant les remarques et décisions prises lors de la réunion,
- Structurer le cahier des charges selon l'approche de l'annexe 2 du règlement de marque actuel avec une partie **spécification**, une partie **norme de référence** et une partie **méthodes d'essais complémentaires** (cette partie peut renvoyer à des annexes détaillées et doit traiter également du calcul d'incertitude).

- Pour le cahier des charges sur l'évaluation des analyseurs de particules :

- Rédiger un document interne à destination de l'ACIME présentant les besoins, des fabricants, des réseaux de mesure, de l'ADEME et du MEDD.

Ces différents points sont en cours de réalisation et devraient pouvoir être exposés lors d'une prochaine réunion sur la marque NF.

3. ANNEXES

3.1. ANNEXE 1 : PROPOSITION DE CAHIER DES CHARGES POUR L'ÉVALUATION DES ÉQUIPEMENTS D'ÉTALONNAGE DES ANALYSEURS DE GAZ

(Rédaction : C. Chmieliewski / T. Macé (LNE))

1. OBJECTIF

L'objectif est :

- de déterminer les principales caractéristiques instrumentales à prendre en considération lors de l'évaluation des équipements d'étalonnage des analyseurs de gaz,
- de définir les procédures à mettre en œuvre,
- de définir les spécifications pour chaque caractéristique instrumentale.

2. DEFINITION DES EQUIPEMENTS D'ÉTALONNAGE DES ANALYSEURS DE GAZ

Les équipements d'étalonnage ont pour fonction de délivrer des mélanges de gaz pour étalonnage à un ou plusieurs niveaux de concentration, d'un ou plusieurs constituants.

En général, ces équipements produisent les mélanges de gaz pour étalonnage par méthode dynamique.

L'une des caractéristiques essentielles de ce type d'équipement doit être l'aptitude à fournir des niveaux de concentration stables.

3. BIBLIOGRAPHIE

- NF X 20-230 « Analyse des gaz – Equipements d'étalonnage des analyseurs de gaz »,
- NF EN ISO 14956 « Évaluation de l'aptitude à l'emploi d'une procédure de mesurage par comparaison avec une incertitude de mesure requise »,
- ISO 9169 « Détermination des caractéristiques de performance des méthodes de mesurage »,
- Projets de norme européens du WG12,
- Essais réalisés par le LNE sur les équipements d'étalonnage
- Système Mcert, Système VDI,
- Projets de norme européens du WG22.

4. RESUME DES ESSAIS REALISES AU LNE

Les essais ont été réalisés avec :

- 4 types d'équipements d'étalonnage, à savoir :
 - un générateur 49CPS (TEI),
 - un générateur SYCOS-KTO3M (ANSYCO),
 - un générateur SX 3001A (LNI),
 - un générateur SX 3012 (LNI).
- 2 types d'analyseurs, à savoir :
 - un analyseur 49C (TEI),
 - un analyseur O341M (Environnement SA).

4.1. DETERMINATION DU TEMPS DE CHAUFFE

Combien de temps faut-il laisser chauffer l'appareil avant d'utiliser les valeurs (valeurs constructeurs...) ? Quel est le protocole le mieux adapté ?

Différents tests ont été réalisés :

- Préchauffage fabricant + 10 min
- Préchauffage fabricant + 20 min
- Préchauffage fabricant + 30 min
- Préchauffage fabricant+Génération pendant 2h + 10 min
- Préchauffage fabricant+Génération pendant 2h + 20 min
- Préchauffage fabricant+Génération pendant 2h + 30 min

Conclusions :

- Préchauffage fabricant + Génération pendant 2h + 10 minutes : meilleurs résultats,
- En fonction du mode opératoire utilisé, on n'obtient pas les mêmes écart-types de reproductibilité,
- Plus le préchauffage est long, meilleurs sont les résultats.

4.2. DETERMINATION DE LA REPETABILITE ET DE LA REPRODUCTIBILITE DES EQUIPEMENTS D'ETALONNAGE

Comme les essais sont réalisés avec des analyseurs, on obtient en fait les répétabilités et les reproductibilités de différents couples analyseurs/équipements d'étalonnage.

Les essais effectués ont consisté à déterminer les répétabilités et les reproductibilités de différents couples analyseurs/équipements d'étalonnage sur deux semaines après 2h de préchauffage/génération + 30 min de génération.

L'ensemble des résultats obtenus sont reportés sur la figure n°1 et résumés dans les tableaux ci-après.

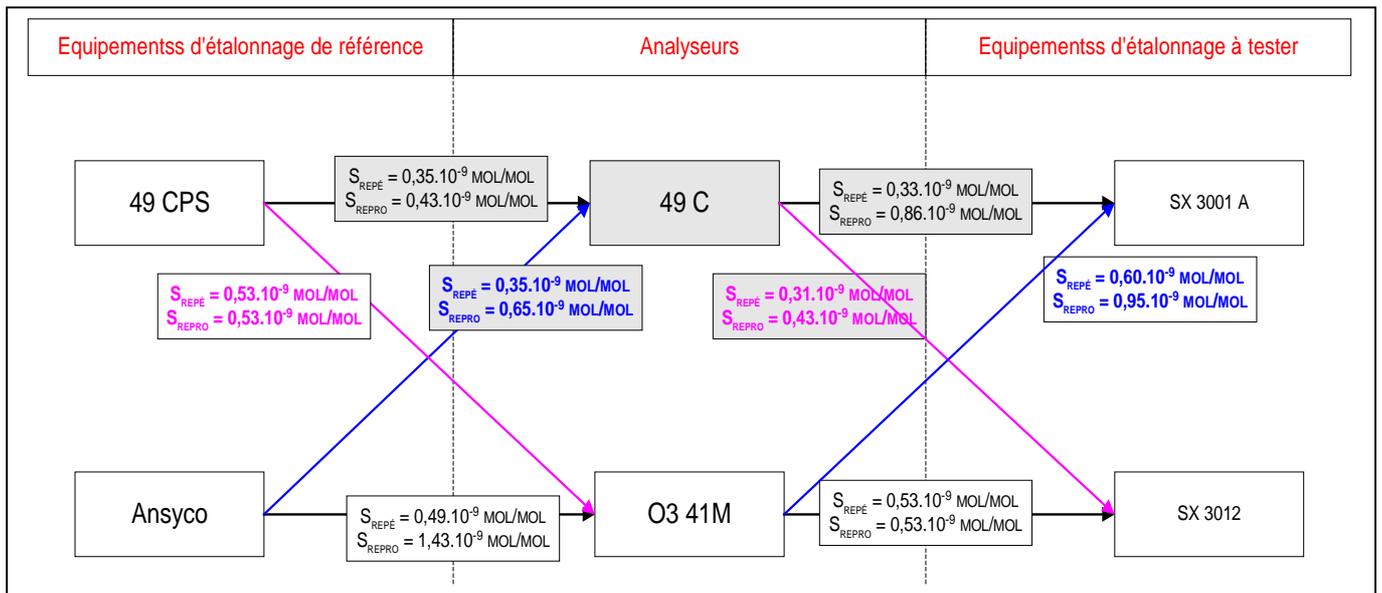


Figure n°1 : Résultats de répétabilité et de reproductibilité sur deux semaines

Répétabilités :

	49CPS	Ansyco	SX 3001A	SX 3012
49C	0,35	0,35	0,33	0,31
O341M	0,53	0,49	0,60	0,53

Tableau n°1 : Synthèse des résultats de répétabilité

Quel que soit l'équipement d'étalonnage considéré, lorsque l'analyse est réalisée avec l'analyseur 49C, on obtient un écart-type de répétabilité de l'ordre $0,35 \cdot 10^{-9}$ mol/mol.

Lorsque les essais sont réalisés avec l'analyseur O341M, on note que les écarts-types de répétabilité sont légèrement différents. Ils sont de l'ordre de $0,55 \cdot 10^{-9}$ mol/mol.

Reproductibilité sur deux semaines :

	49CPS	Ansyco	SX 3001A	SX 3012
49C	0,43	0,65	0,86	0,43
O341M	0,53	1,43	0,95	0,53

Tableau n°2 : Synthèse des résultats de reproductibilité sur deux semaines

En ce qui concerne les reproductibilités sur 2 semaines, on observe que :

- celles obtenues avec l'analyseur 49C sont comprises entre $0,4 \cdot 10^{-9}$ mol/mol et $0,9 \cdot 10^{-9}$ mol/mol,
- celles obtenues avec l'analyseur O341M sont comprises entre $0,5 \cdot 10^{-9}$ mol/mol et $1,5 \cdot 10^{-9}$ mol/mol.

Une comparaison des fidélités intralaboratoires a été réalisée.

Les résultats montrent que :

- les répétabilités ne sont pas différentes. La répétabilité du couple Analyseur/Équipement d'étalonnage ne peut être inférieure à $0,3 \cdot 10^{-9}$ mol/mol. On note que les répétabilités sont inférieures à la résolution de l'appareil.
- l'ensemble des reproductibilités sur 2 semaines sont proches. Pour exprimer la reproductibilité du couple Analyseur/Équipement d'étalonnage, on pourra prendre la valeur la plus élevée. L'écart-type de reproductibilité minimum est de $0,4 \cdot 10^{-9}$ mol/mol.

4.3. DETERMINATION DES TEMPS DE REPONSE

4.3.1. Mode opératoire de l'essai

La détermination du temps de réponse est effectuée en appliquant à l'analyseur une concentration, entre moins de 20 % et jusqu'à environ 80 % de la valeur maximale de l'étendue de mesure certifiée et vice versa (voir Figure 2).

Le passage du zéro au gaz d'étalonnage est chronométré et marque le début ($t = 0$) du temps mort (montée) selon la Figure 2. Lorsque la lecture atteint 100 % de la concentration appliquée, la commutation est effectuée en sens inverse, et cet événement marque le début ($t = 0$) du temps mort (descente). Lorsque la lecture atteint 100 % de la concentration appliquée, le cycle complet est accompli.

Le temps écoulé (temps de réponse) est mesuré entre le début de la variation de la concentration et le moment où 90 % de la lecture finale de la concentration appliquée est atteinte.

Le cycle complet est répété quatre fois.

La moyenne des quatre temps de réponse à la montée et celle des quatre temps de réponse à la descente est calculée.

La différence relative des temps de réponse est calculée comme suit :

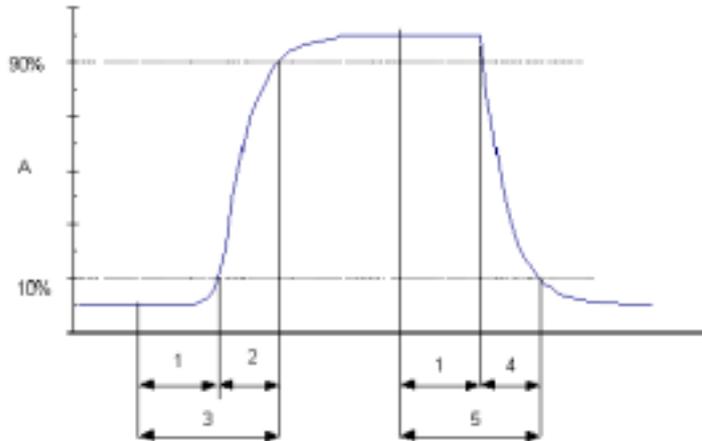
$$T_d = \left| \frac{T_r - T_f}{T_r} \right| \times 100$$

Où :

T_d est la différence relative entre le temps de réponse à la montée et le temps de réponse à la descente (%)

T_r est le temps de réponse à la montée (moyenne de 4 mesurages)

T_f est le temps de réponse à la descente (moyenne de 4 mesurages)



Légende

- A Réponse de l'analyseur
- 1 Temps mort
- 2 Temps de montée
- 3 Temps de réponse (montée)
- 4 Temps de descente
- 5 Temps de réponse (descente)

Figure n°2 : Graphique illustrant le temps de réponse

4.3.2. Résultats obtenus

a) Couple 49C/49CPS

Temps mort (1)	27	26	24	27
Temps de montée (2)	49	50	50	49
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	76	76	74	76
moyenne (temps de réponse)	76			
Temps mort (1)	14	13	13	14
Temps de descente (4)	49	51	50	49
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	63	64	63	63
moyenne (temps de réponse)	63			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	16.2			

b) Couple O341M/49CPS

Temps mort (1)	20	10	16	11
Temps de montée (2)	64	66	66	66
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	84	76	82	77
moyenne (temps de réponse)	80			
Temps mort (1)	9	6	8	6
Temps de descente (4)	68	60	61	59
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	77	66	69	65
moyenne (temps de réponse)	69			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	13.2			

c) Couple SONIMIX 3001A / 49C

Mesurages	N°1	N°2	N°3	N°4
Temps mort (1)	15	14	13	13
Temps de montée (2)	48	48	48	48
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	63	62	61	61
moyenne (temps de réponse)	62			
Temps mort (1)	12	11	11	10
Temps de descente (4)	48	48	48	49
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	60	59	59	59
moyenne (temps de réponse)	59			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	4.0			

d) Couple SONIMIX 3001A / O341M

Mesurages	N°1	N°2	N°3	N°4
Temps mort (1)	4	5	5	4
Temps de montée (2)	58	58	58	58
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	62	63	63	62
moyenne (temps de réponse)	63			
Temps mort (1)	4	4	4	10
Temps de descente (4)	57	57	55	57
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	61	61	59	67
moyenne (temps de réponse)	62			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	0.8			

e) Couple SONIMIX 3012 / 49C

Temps mort (1)	25	24	26	26
Temps de montée (2)	53	54	54	52
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	78	68	80	79
moyenne (temps de réponse)	76			
Temps mort (1)	10	11	12	13
Temps de descente (4)	54	53	53	53
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	64	64	65	65
moyenne (temps de réponse)	65			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	15.4			

f) Couple SONIMIX 3012 / O341M

Temps mort (1)	18	18	17	17
Temps de montée (2)	65	64	65	65
Temps de réponse montée (Tr ; 3)	83	82	82	82
moyenne (temps de réponse)	82			
Temps mort (1)	9	7	8	9
Temps de descente (4)	62	63	65	65
Temps de réponse descente (Tf ; 5)	71	70	73	71
moyenne (temps de réponse)	71			
Différence relative (%) des temps de réponse (Td)	13.4			

Conclusion :

Pour les temps de réponse, on pourra prendre le temps de réponse le plus long entre le couple analyseur 1/équipement d'étalonnage et le couple analyseur 2/équipement d'étalonnage.

4.4. DETERMINATION DE LA LINEARITE

4.4.1. Mode opératoire de l'essai

La linéarité est réalisée aux concentrations suivantes : 80% de la gamme de mesure ($200 \cdot 10^{-9}$ mol/mol) ; 40% de la gamme de mesure ($100 \cdot 10^{-9}$ mol/mol) ; 0% de la gamme de mesure ($0 \cdot 10^{-9}$ mol/mol) ; 60% de la gamme de mesure ($150 \cdot 10^{-9}$ mol/mol) ; 20% de la gamme de mesure ($50 \cdot 10^{-9}$ mol/mol) ; 95% de la gamme de mesure ($240 \cdot 10^{-9}$ mol/mol).

Il est nécessaire de réaliser 5 mesurages indépendants par concentration, un mesurage indépendant étant un mesurage élémentaire qui n'est pas influencé par un mesurage précédent et qui s'obtient en séparant deux mesurages élémentaires par au moins quatre temps de réponse. (cf. normes du WG12).

La linéarité est réalisée avec les deux appareils de référence.

Les essais sont encadrés par des vérifications des analyseurs avec les générateurs de référence.

4.4.2. Résultats obtenus

Les essais de linéarité ont été effectués et sont en cours de traitement statistique.

5. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES METROLOGIQUES A TESTER POUR LES EQUIPEMENTS D'ETALONNAGE

5.1. PARALLELE ENTRE LES ESSAIS REALISES DANS LE CADRE DE LA MARQUE NF SUR LES ANALYSEURS ET CEUX REALISES PAR LE LNE

Projets de norme européens WG12	NF X 20-230	Marque analyseurs	Essais réalisés par le LNE
Répétabilité au zéro	X	X	X
Répétabilité au gain	X	X	X
Ecart de linéarité		X	X
Coefficient de sensibilité à la pression du gaz prélevé			
Coefficient de sensibilité à la température du gaz			
Coefficient de sensibilité à la température de l'air ambiant		x	
Coefficient de sensibilité à la tension électrique			
Influence des interférents (H ₂ O, CO ₂ ...)		X pour H ₂ O	
Erreur de moyennage			
Reproductibilité dans les conditions sur site			
Dérive à long terme au zéro			
Dérive à long terme en concentration			
Dérive à court terme à zéro	X	X	X (15 jours)
Dérive à court terme en concentration	X	X	X (15 jours)
Temps de réponse (montée)	X	X	X
Temps de réponse (descente)	X	X	X
Différence relative entre temps de montée et descente		X	X
Différence entre le port de prélèvement et calibrage			
Période de fonctionnement sans intervention			

5.2. PROPOSITION D'ESSAIS A REALISER LORS DES EVALUATIONS DES EQUIPEMENTS D'ETALONNAGE (MARQUE NF)

	Essais proposés pour l'évaluation	Spécifications (A définir)
Justesse	X	
Répétabilité au zéro	X	
Répétabilité au gain	X	
Ecart de linéarité	X	
Coefficient de sensibilité à la pression du gaz prélevé	X	
Coefficient de sensibilité à la température du gaz	X	
Coefficient de sensibilité à la température de l'air ambiant	X	
Coefficient de sensibilité à la tension électrique	X	
Influence des interférents (H ₂ O, CO ₂ ...)	X	
Dérive à long terme au zéro (3 mois)	X	
Dérive à long terme en concentration (3 mois)	X	
Temps de réponse (montée)	X	
Temps de réponse (descente)	X	
Différence relative entre temps de montée et descente	X	
Vibrations	X	
Chocs mécaniques	X	
Champs magnétiques	X	
Test de vieillissement	X	

3.2. ANNEXE 2 : PROPOSITION DE CAHIER DES CHARGES POUR L'ÉVALUATION DES ANALYSEURS ET DES PRÉLEVEURS AUTOMATIQUES DE PARTICULES DANS L'AIR AMBIANT

(Rédaction : C. Chmieliewski / T. Macé (LNE) – F. Mathé (Mines de Douai))

1. OBJECTIF

L'objectif est :

- de déterminer les principales caractéristiques instrumentales à prendre en considération lors de l'évaluation des analyseurs et des préleveurs automatiques de particules,
- de définir les procédures à mettre en œuvre,
- de définir les spécifications pour chaque caractéristique instrumentale.

2. DEFINITION DES ANALYSEURS ET DES PRÉLEVEURS AUTOMATIQUES DE PARTICULES

Concernant l'air ambiant, le terme « particules » désigne toute matière particulaire présentant une vitesse de chute négligeable du fait de sa masse et de sa dimension. Dans ce document, ce terme sera employé pour désigner les « matières en suspension dans l'air ambiant ».

Le terme « PM10 » désigne la fraction des particules ayant un diamètre aérodynamique inférieur ou égal à 10 µm.

Le terme « PM2.5 » désigne la fraction des particules ayant un diamètre aérodynamique inférieur ou égal à 10 µm.

Les analyseurs de particules sont des appareils automatiques de mesure des concentrations massiques des matières en suspension dans l'air ambiant.

Les préleveurs de particules sont des appareils automatiques de prélèvement des particules, basés sur le principe de passage d'air prélevé à un débit constant et pendant un temps donné, à travers un média filtrant, en vue d'un traitement différé (pesée, analyse). L'opération de filtration pourra être répétée par l'appareil, s'il est doté d'un système automatisé de changement de média filtrant (appareil automatique séquentiel).

Le fonctionnement de ces appareils est basé sur l'accumulation des matières en suspension sur un filtre pendant un temps moyen défini.

A l'heure actuelle, la mesure de cette accumulation de matières peut être effectuée par les 2 principales méthodes suivantes :

- oscillation de l'élément conique d'une microbalance,
- absorption des rayons β par la matière.

3. CONTEXTE

3.1. CONCENTRATIONS TYPIQUES RENCONTREES

L'ordre de grandeur des concentrations typiques de particules dans l'air ambiant mesurées en sites rural, trafic et urbain sont regroupées à titre indicatif dans le tableau ci-après.

	Site rural		Site trafic		Site urbain
	Moyen terme (moyenne mensuelle)	Long terme (moyenne annuelle)	Court terme (moyenne horaire)	Long terme (moyenne annuelle)	Long terme (moyenne annuelle)
PM10	De 15 à 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	De 10 à 20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	De 20 à 100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	De 10 à 80 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	De 10 à 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

3.2. VALEURS LIMITES

Les valeurs limites de qualité de l'air fixées par l'union européenne et les objectifs de qualité à respecter sont résumés dans le tableau ci-après.

	Période de mesure	Valeur limite	Objectif qualité	Dates cibles
PM10	Etape 1 : → Sur 24 h → Sur une année Etape 2 : → Sur 24 h → Sur une année	50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 40 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	± 25 %	01/01/2005 01/01/2005 01/01/2010 01/01/2010

3.3. GAMME DE CERTIFICATION

Il est important de définir une gamme de mesure pour la certification.

Dans le cas des analyseurs et des préleveurs automatiques de particules, on pourrait proposer la gamme de certification suivante : 0 - 1000 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

4. BIBLIOGRAPHIE

NF X 43-017 « Mesure de la concentration des matières en suspension dans l'air ambiant - Méthode par absorption de rayons bêta ».

NF ISO 10473 « Mesurage de la masse des matières particulaires sur un milieu filtrant – méthode par absorption de rayons bêta ».

NF X 43-021 « Prélèvement sur filtre des matières particulaires en suspension dans l'air ambiant – appareillage automatique séquentiel ».

NF EN 12341 « Qualité de l'air - Détermination de la fraction MP10 de matière particulaire en suspension - Méthode de référence et procédure d'essai in situ pour démontrer l'équivalence à la référence de méthodes de mesurage ».

NF EN ISO 14956 « Évaluation de l'aptitude à l'emploi d'une procédure de mesurage par comparaison avec une incertitude de mesure requise ».

ISO 9169 « Détermination des caractéristiques de performance des méthodes de mesurage ».

Projets de norme européens du WG12.

Projets de norme européens du WG22 (Document rédigé par l'EMD : Certification of Automatic Measuring Systems, Part XX : Performance specifications and procedures for ambient air quality AMS - 2004).

Document européen sur l'équivalence.

5. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES METROLOGIQUES A TESTER POUR LES ANALYSEURS ET LES PRELEVEURS AUTOMATIQUES DE PARTICULES

A l'heure actuelle, il n'existe pas de « mélanges de particules » ou de « générateurs de particules » pour tester les analyseurs et les préleveurs automatiques de particules, comme c'est le cas pour les polluants gazeux.

En prenant en compte cet élément, voici une proposition de caractéristiques métrologiques à tester pour les analyseurs et les préleveurs automatiques de particules dans le cadre de la certification.

Caractéristiques métrologiques	Proposition de spécifications	Réalisation des essais (Laboratoire/Site)
Equivalence du système de prélèvement	Norme NF EN 12341	-
Justesse du débit de prélèvement	$\leq 5 \%$	L
Stabilité du débit de prélèvement	$\leq 5 \%$ (proposition : sur 24h, le moyennage minimum réglementaire étant 24h)	L
Fuites dans le système de prélèvement	Fuites $\leq 1 \%$ du volume de prélèvement	L
Dérive à court terme du zéro et du point échelle (avec des filtres ?)	$\leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	L
Répétabilité à zéro et au point échelle (avec des filtres ?)	$\leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	L
Justesse (comparaison avec la méthode gravimétrique)	1) $[\text{Gravi}] - [\text{Analyseur}] \leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ quand $[\text{Gravi}] \leq 100 \mu\text{g}/\text{m}^3$	S
	$0,95 [\text{Gravi}] \leq [\text{Analyseur}] \leq 1,05 [\text{Gravi}]$ quand $[\text{Gravi}] > 100 \mu\text{g}/\text{m}^3$	S
Répétabilité entre 2 appareils de même type (sur site)	$\leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour des conc. moy. $\leq 100 \mu\text{g}/\text{m}^3$	S
	$\leq 5 \%$ pour des conc. moy. $> 100 \mu\text{g}/\text{m}^3$	
Dérive à long terme du zéro et du point échelle (avec des filtres ?)	$\leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$	S

LABORATOIRE NATIONAL D'ESSAIS
AU SEIN DU LCSQA

Etude n°9 :

NORMALISATIONS NATIONALE ET INTERNATIONALE

Caroline Chmieliewski, Christophe Sutour
Gilles Hervouet, Tatiana Macé

Novembre 2004

SOMMAIRE

1. OBJECTIF	1
2. TRAVAUX REALISES AU NIVEAU FRANCAIS.....	1
2.1. Introduction	1
2.2. Commission X43A	2
2.3. Commission X43D	2
2.4. Commission X43E	3
3. TRAVAUX REALISES AU NIVEAU EUROPEEN.....	4
3.1. Introduction	4
3.2. CEN/TC 264/WG 22 « Certification des systèmes de mesurage automatiques »	4
3.3. Association des laboratoires nationaux de référence AQUILA	4
4. ANNEXES.....	4
4.1. Annexe 1	5
4.2. Annexe 2	16

1. OBJECTIF

Dans le domaine de la qualité de l'air, les exigences des Directives européennes s'appuient sur le plan technique, sur les normes CEN qui, de facto, sont, de plus en plus, d'application obligatoire. Ceci montre la nécessité d'une présence active du LCSQA lors de la préparation de ces normes, qui peuvent avoir un impact important sur les modalités de réalisation des mesures, voire sur les budgets nécessaires au fonctionnement des AASQA.

Le fonctionnement des instances européennes montre par ailleurs la nécessité de filières multiples et complémentaires pour faire passer l'information et pour défendre les positions françaises. A ce titre, l'association des laboratoires de référence AQUILA, se révèle un bon moyen de défendre la position française auprès de la DG Environnement, et le LCSQA doit y être actif.

Dans ce contexte, le LNE a participé de façon active aux instances suivantes :

- à la commission X43A « Qualité de l'Air »,
- à la commission X43D « Atmosphères ambiantes »,
- à la commission X43E « Aspects généraux »,
- au groupe de travail européen CEN/TC264/WG22 portant sur la mise en place d'un schéma de certification européen pour les systèmes de mesure automatiques,
- à l'association des laboratoires nationaux de référence AQUILA.

2. TRAVAUX REALISES AU NIVEAU FRANCAIS

2.1. INTRODUCTION

La commission de normalisation AFNOR X43 relative aux atmosphères ambiantes se compose des commissions suivantes (cf. tableau ci-après).

Commissions de normalisation	Intitulé	Présidence
X43A	Commission générale Qualité de l'Air	MEDD
X43B	Qualité de l'Air - Emission de sources fixes	INERIS
X43D	Qualité de l'Air – Atmosphères ambiantes	EMD
X43E	Qualité de l'Air – Aspects généraux	INERIS
X43F	Qualité de l'Air – Mesures olfactométriques	IRSN
X43I	Air intérieur	SKA Conseil

Tableau 1 : Description des commissions X43

2.2. COMMISSION X43A

La commission générale X43A a pour objectif de faire régulièrement le point sur les travaux d'avancement menés dans le cadre des différents groupes de travail européens du CEN/TC 264 et d'élaborer les positions qui seront défendues par les experts français qui participent à ces groupes de travail.

Cette commission s'est réunie en mai 2004 pour préparer le TC/CEN 264 de juin 2004 et en décembre 2004 pour préparer les travaux 2005.

2.3. COMMISSION X43D

Les travaux de normalisation dans le domaine de l'air ambiant sont effectués au niveau français au sein de la commission X43D « Qualité de l'Air – Atmosphères ambiantes ».

Cette commission s'est réunie trois fois au cours de l'année 2004, le 9 juillet, le 7 septembre et le 29 octobre.

Les principaux sujets sur lesquels a travaillé la commission X43D en 2004 sont les suivants :

- Le dépouillement de l'enquête probatoire à laquelle était soumis le projet de norme prEN 14907 « Ambient air – Reference gravimetric method for the determination of the PM 2,5 mass fraction of suspended particulate matter » préparé par le CEN/TC 264 / WG 15 « PM 2,5 » ; la commission a décidé de voter négativement sur le projet.
- Le dépouillement de l'enquête probatoire à laquelle était soumis le projet de norme prEN 14909 « Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée de mesure du plomb, du cadmium, de l'arsenic et du nickel dans l'air ambiant » préparé par le CEN/TC 264 / WG 14 « Métaux lourds » ; la commission a décidé de voter négativement sur le projet ; au cours de sa dernière réunion, le WG 14 a examiné les commentaires formulés et le projet révisé sera prochainement soumis au vote formel.
- La mise en enquête et l'examen des commentaires relatifs au projet prX43-056 « Air ambiant – Métrologie appliquée au mesurage des polluants atmosphériques gazeux – Raccordement des résultats de mesurage aux étalons » qui a été élaboré par le groupe de travail X43D-Adhoc « GT Etalonnage » ; le projet révisé sur la base des décisions prises lors de la réunion du 29 octobre 2004 sera publié sous forme de norme expérimentale.
- La prise de position sur les projets de normes du CEN/TC 264 / WG 12 (méthodes de mesure de SO₂, NO_x, O₃ et CO) qui étaient soumis au vote formel : un certain nombre de commentaires techniques ont à nouveau été émis. La commission a décidé de voter positivement en transmettant les commentaires à l'animateur.

Le LNE a également participé de façon active aux travaux du groupe de travail X43D-Adhoc « GT Etalonnage ».

Ce groupe de travail a été réactivé en 2003 suite à la finalisation de la mise en place des chaînes nationales d'étalonnage et s'est réuni le 3 mars, le 10 mai, le 1 juillet et le 13 octobre 2004.

Les sujets traités ont été les suivants :

- La finalisation du projet de norme prX43-056 « Air ambiant – Métrologie appliquée au mesurage des polluants atmosphériques gazeux – Raccordement des résultats de mesurage aux étalons » (réunion de mars 2004).
- La révision des 3 normes suivantes :
 - Norme X PX 43-053 « Manuel d'instruction sur le calibrage des analyseurs et des échantillonneurs de polluants atmosphériques – Echantillonnage – Station de mesurage et débit des gaz »,
 - Norme X PX 43-054 « Manuel d'instruction sur le calibrage des analyseurs et des échantillonneurs de polluants atmosphériques – Gaz de zéro »,
 - Norme X PX 43-055 « Manuel d'instruction sur le calibrage des analyseurs et des échantillonneurs de polluants atmosphériques – Gaz de calibrage »,

A priori, la norme XPX 43-053 devrait être supprimée. Toutefois, une partie du texte sera insérée dans la future norme NFX 43-055 qui sera en fait une fusion des XPX 43-054 et XPX 43-055.

2.4. COMMISSION X43E

En 2004, cette commission a travaillé sur des sujets et des documents applicables à la fois au domaine de la qualité de l'air ambiant et au domaine des émissions de sources fixes.

Cette commission s'est réunie le 7 septembre, le 11 octobre et le 15 décembre 2004.

Les sujets examinés ont été les suivants :

- Le projet de norme ISO/CD 20988 « Qualité de l'air – Guide pour estimer l'incertitude de mesure » élaboré par l'ISO/TC 146/SC 4/WG 2 ; la commission a décidé de voter positivement à l'enquête DIS,
- La norme 9169 « Qualité de l'air – Définition et détermination de caractéristiques de fonctionnement d'un système automatique de mesure dans des conditions d'essai spécifiées » révisée par le groupe de travail ISO/TC 146/SC 4/WG 4 « Aspects généraux »,
- L'avancement des travaux du CEN/ TC 264/WG 22,
- Un guide relatif à l'estimation de l'incertitude de mesure associée aux systèmes de mesure automatiques des gaz élaboré par le CETIAT, l'INERIS et le LNE, destinés essentiellement à l'usage des exploitants d'installations en auto surveillance de la mesure à l'émission (ces travaux ont été pris en charge par le LNE hors subventions LCSQA).

3. TRAVAUX REALISES AU NIVEAU EUROPEEN

3.1. INTRODUCTION

Le LNE participe aux groupes de travail suivants :

- CEN/TC 264/WG 22 « Certification des systèmes de mesurage automatiques »,
- Association des laboratoires nationaux de référence AQUILA.

L'avancement des travaux réalisés est présenté dans les paragraphes ci-après.

3.2. CEN/TC 264/WG 22 « CERTIFICATION DES SYSTEMES DE MESURAGE AUTOMATIQUES »

Le groupe de travail a pour objectif de définir les minima requis pour poser les bases d'un système européen de certification des analyseurs mis en œuvre pour la mesure de la qualité de l'air et des effluents gazeux.

Le groupe de travail s'attache à définir :

- Les performances des analyseurs ainsi que des valeurs limites acceptables pour chacune des caractéristiques de performance retenues,
- Les protocoles d'essais pour déterminer ces caractéristiques et conditions d'essais. Concernant les analyseurs à l'air ambiant, il a été décidé de suivre les protocoles et spécifications décrits dans les textes de normes préparés par le CEN/TC 264/WG 12,
- La qualification des organismes en charge des essais et des fabricants souhaitant certifier leurs analyseurs,
- Les moyens mis en œuvre par les constructeurs pour maîtriser la production et garantir que les matériels commercialisés sont conformes aux modèles testés,
- L'organisme en charge de la gestion et du suivi des dossiers.

3.3. ASSOCIATION DES LABORATOIRES NATIONAUX DE REFERENCE AQUILA

Cette association a été créée en décembre 2001.

L'objectif était de créer une association des laboratoires nationaux de référence dans le domaine de la qualité de l'air.

Cette association s'est réunie deux fois durant l'année 2004 : du 19 au 21 janvier et du 18 au 19 octobre 2004.

Les comptes-rendus sont donnés en annexes 1 et 2.

Les discussions ont essentiellement porté, outre les points divers, sur :

- Les méthodes de mesure des concentrations massiques de particules dans l'air ambiant (cf. annexe 1),
- Le rôle des laboratoires nationaux de référence (cf. annexe 2).

4. ANNEXES

4.1. ANNEXE 1

MEMO DE LA REUNION AQUILA 19 AU 21 JANVIER 2004

Rédaction: R. PERRET – F. MATHE

Vérification – Approbation : T. MACE

Les tendances à retenir :

En toile de fond de la réunion, il me semble qu'il faut retenir :

- La volonté du JRC de s'appuyer sur AQUILA (et d'être appuyé par AQUILA). Ceci se traduit en particulier par le souhait de définir une position technique commune, et de la faire valoir dans les négociations/tractations en vue de la préparation de textes communautaires. Il me semble que ceci doit être encouragé et pourrait concourir à éviter des incohérences techniques dans ces textes. Il faudra bien sûr veiller à ce que les positions défendues par le LCSQA soient en phase avec le message officiel.
- Le souhait de la Commission Européenne d'utiliser le JRC (au travers d'AQUILA) comme moyen « d'investigation » de la façon dont les Etats Membres appliquent les Directives par consultation (et mise à contribution) des Laboratoires Nationaux de Référence.
- La difficulté à faire accepter la non correction de nos données PM 10 fournie par les TEOM ou jauges béta. D'après un bilan exposé par S. JACOBI de la Commission, il n'y a que 3 Etats Membres à avoir cette attitude (France, Italie, Finlande). Ceci est clairement perçu comme un moyen un peu provocateur pour la France de contourner l'application de la directive. Par contre, nous ferons accepter sans problème l'idée de coefficients variables définis région par région, puisque ceci est fait dans plusieurs autres états (Autriche, Allemagne).
Je crains que nous ne puissions pas soutenir cette position très longtemps sans annoncer une fin rapide (fin 2004) à cette « anomalie ». Est il possible d'accélérer les travaux de définition/validation du coefficient régional par FDMS ou d'exploiter les données existantes permettant de proposer d'ores et déjà un (ou des) facteur(s) ?

Les différents points abordés :

Où en est la quatrième directive fille ?(Jacobi)

Proposition adoptée par la commission en juillet 2004.

Le Parlement (27 nov 2003) a demandé de rétablir des valeurs limites, comme cela était prévu initialement. Le texte va revenir au Parlement début mars 2004.

On espère que les négociations entre le Parlement et le Conseil pourront déboucher sur un accord au printemps ?

Le sujet 'Mesure des dépôts totaux' va probablement être mandaté (GT20 CEN TC 264).

Révision de la première directive fille (Jacobi)

Le GT 'implémentation' s'est réuni fin octobre 2003 (prochaine réunion prévue les 5&6/02/04). Le projet final est prévu mi février 2004. Il sera envoyé aux Etats membres début mars 2004. Le processus de validation de ce rapport semble cependant assez complexe (cf. article 12 de la Directive Cadre de 1996).

Un des points qui sera intégré est la gestion des dépassements, qui laisse à désirer en particulier pour les PM 10 (problème du coefficient de correction).

La Commission insiste sur l'utilité d'un apport d'AQUILA, notamment en ce qui concerne les mesures.

Harmonisation des mesures : Input of Aquila ? (De Saeger)

De Saeger propose qu'Aquila apporte sa contribution à la révision de la première directive fille, le cadrage des actions étant fait selon l'article 3 de la Directive Cadre de 1996.

Cette proposition est acceptée par les participants, qui conviennent de travailler dans l'urgence, car cette contribution doit être fournie fin janvier.

Différentes thématiques ont été listées telles que le normalisation, l'approbation des appareils ou l'assurance-qualité (accréditation ou non, contrôle qualité en stations, traçabilité, méthode de référence ou équivalente, les intercomparaisons, les objectifs de qualité des données...).

Un questionnaire est diffusé, avec demande de réponse pour le 23 janvier (voir questionnaire et réponse faite au nom du LCSQA ci joint).

Le JRC établira une synthèse des réponses, qui sera soumise pour approbation par les membres d'Aquila qui se sont portés volontaires pour contribution (fin janvier). Cette synthèse servira d'évaluation critique (recueil de recommandations) et sera soumise au GT « implementation ». Je pense aussi qu'il faut y voir ici une mise sur le papier de l'expérience pouvant profiter aux futurs Etats Membres.

Etat d'avancement du Position Paper issu du GT PM CAFE (émis le 22/08/03)

Les principales recommandations du GT sont de se focaliser plus sur les PM2.5 tout en gardant un oeil sur la partie PM10-2.5. Le GT est en attente d'une étude OMS en cours sur l'impact sanitaire des PM2.5. L'idée de ne plus proposer de valeur limite seuil (Threshold Limit Value) sur les PM10 est émise, sur la base du constat de baisse de 18% des PM10 primaires entre 1990 et 2000.

Concernant les PM2.5, une gamme de valeur limite annuelle est avancée (entre 12 et 20 µg/m³). Concernant la valeur limite journalière, elle serait de 35µg/m³ avec un nombre de dépassement limité à 10% des jours de l'année.

Il est également demandé de réviser la norme EN12341 dès que possible.

En terme de temps, le Position Paper devait être révisé pour fin février, en vue d'un envoi au Steering Group CAFE pour avril et présentation effective en mai. Le Position Paper est disponible à l'adresse suivante :

<http://europa.eu.int/comm/environment/air/cafepdf/pm.pdf>

Présentation du texte du GT "équivalence" par P.Woods

Ce GT, qui a été lancé à la demande du JRC, a quasiment terminé son travail.

Texte distribué en séance afin d'avoir un retour de commentaires de la part des Laboratoires Nationaux de Référence. Pour le moment, le statut de ce document ne me paraît pas clair (est il normatif ?). En tout cas, il est considéré comme confidentiel. Des choses ont été reprises, notamment dans le domaine de la future norme CEN sur les PM2.5.

Les principales difficultés sont :

- les techniques statistiques utilisées,
- la mise en place des tests sur le terrain,
- la validité des tests effectués avant la validation de ce rapport (effet rétroactif possible ou on remet les compteurs à zéro ?).

Présentations sur les Particules

Travaux du CEN TC 264 WG15 « PM 2.5 »(Van der Meulen)

L'enquête technique CEN doit se terminer fin mars 2004.

L'incorporation des remarques des Etats Membres est possible jusque fin septembre pour vote formel CEN en 2005.

Les rapports d'essais, considérés jusqu'à présent comme confidentiels, seront disponibles mi 2004.

Prescriptions : On a essayé de préciser davantage les exigences que dans la norme PM10 qui sera révisée une fois la norme PM2.5 acceptée. On peut utiliser indifféremment HVS ou LVS (grand volume et bas volume). Cela conditionnera la résolution de la balance (10µg pour un LVS, 100µg pour un HVS). La filtration est faite à température aussi proche que possible de la température ambiante (ce qui nécessite donc un contrôle des conditions d'échantillonnage), transport des filtres à température inférieure à 20°C et conditions de pesée toujours aussi drastiques (20°C ± 1, 50%RH ± 5).

Incertitude : La perte des composés semi-volatiles est égale à zéro par convention. Le paramètre d'incertitude majeur, est l'humidité du filtre et des poussières.

Laboratoire National d'Essais

L'incertitude élargie est équivalente pour LVS et HVS soit $\pm 10\%$ au niveau de la valeur limite annuelle probable ($20\mu\text{g}/\text{m}^3$) et $\pm 9\%$ au niveau de la valeur limite journalière probable ($35\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Les procédures pour démontrer l'équivalence de méthodes sont cohérentes avec celles du GT Equivalence. Il est rappelé que les résultats des tests sur le terrain ne sont valables que pour la gamme de conditions environnementales observées lors de ces tests. Ce qui amène la contrainte suivante : 50% des concentrations en PM_{2.5} doivent être supérieures au Seuil d'Evaluation Supérieur (Upper Assessment Threshold).

Un débat a suivi sur la possibilité (ou non) d'installer un appareil dans un mini-abri individuel ou dans une station multipolluant climatisée.

Intercomparaison PM₁₀ en Allemagne. Ulrich Pfeffer (LUA)

Le LUA a organisé des intercomparaisons sur son site.

Objectifs : Comparer la méthode de référence utilisée dans les 16 landers allemands et comparer avec une méthode de référence avec différents appareils exploités par les réseaux pour les essais, comme ils le font normalement sur site : LVS, appareils séquentiels, Digitel, TEOM, jauges beta.

Les coefficients de variation ont été de 3% pour les LVS, 15% pour les LVS séquentiels (raisons qui n'apparaissent pas clairement), 6 à 16% pour les HVS (dépend du labo ?).

Pour les appareils continus, le coefficient de correction TEOM/Digitel est de 1,18 à 1,32 (moyenne à 1,28), et celui des jauges β . est de 0,97 à 1,14 (moyenne à 1,10) sur des stations variées (urbain, industriel etc).

Toutes les données qui sont reportées officiellement par les réseaux à la Commission ne sont pas corrigées (puisque les allemands n'ont jamais abandonné la méthode de référence). Celles transmises en temps réel (donc issues d'appareils automatiques) pour l'information du public sont d'office corrigées avec un facteur 1,3. Par contre, lors de l'édition des rapports de bilan d'année, une correction plus « réfléchie » (prise en compte de l'historique) est effectuée.

« Parallel measurements PM₁₀ and PM_{2.5} (Robert Gehrich EMPA Dubendorf)

Les comparaisons ont été faites sur des sites variés (rue canyon, rural, etc).

Le ratio PM_{2.5}/PM₁₀ est compris entre 0,6 et 0,75 en moyenne (le plus faible en rue canyon). Corrélation correcte observée entre les mesures journalières mais moins bonne pour rue canyon, et pour site rural en altitude.

La corrélation est bonne lorsque climatologie et topographie sont semblables. Ainsi, les PM_{2.5}, à Zurich et à Bâle, séparés par des montagnes de faible altitude (Jura), sont bien corrélées en été ($R^2=0,97$), moins bien en été (0.86). La corrélation est très mauvaise pour les villes séparées par les Alpes (météorologie trop différente).

Pour conclure, R.Gehrich suggère qu'il serait plus intéressant de mesurer les PM₁ (plus caractéristique des process de combustion et de l'aérosol secondaire) car les PM_{2.5} n'apporte pas grand chose de plus que le PM₁₀.

L'EMPA a 9 appareils identiques PM₁.

Pour plus d'informations, consulter l'article de R. GEHRICH dans la revue « Atmospheric Environment, 37, 2571-2580 (2003) ».

Question sur les possibilités de détermination des ratios de tranches granulométriques par mesure optique ? Pas de réponse claire.

« French experience TEOM/SRM in France » (F.Mathé/ R.Perret)

F.Mathé expose les résultats qui ont conduit la France à ne pas corriger les données (équivalant donc à utiliser un facteur de correction égale à 1), et à rechercher une solution instrumentale (en cours de validation avec notamment un FDMS régional). La remarque principale vient du fait que l'on a utilisé le R&P Partisol 2025 comme appareil de référence, alors que son équivalence à l'EN12341 semble remise en cause (cf. travaux du GT équivalence et « à priori » doute sur les travaux de laboratoires tels que le TUV ayant démontré la conformité de ce matériel. La solution instrumentale « nouvelle bêtâ » semble intéresser les gens (notamment les belges).

R.Perret détaille les résultats obtenus avec le FDMS, et suggère pour conclure qu'une température de référence devrait être associée à la mesure des PM. Cette dernière proposition suscite des objections, car les pays anglo-saxons ne peuvent pas comprendre que la mesure 'à température ambiante' conduit à un résultat mal défini.

L'idée d'utiliser le FDMS suscite des questions: nous sommes les seuls à avoir fait des essais aussi longs et aussi concluants.

Il reste que le 'french correction factor'(qui est en fait une non correction des données pour garder une comparabilité des mesures) suscite beaucoup de réserves (notamment de la part du représentant de la Commission), et est ressenti comme un moyen de diminuer le résultat de nos mesures.

« PM in EMEP network in Spain » (Saul Garcia)

Exploitation des résultats de mesures entre mars 2001 et février 2003. Dans plusieurs stations de fond (EMEP), les niveaux annuels PM₁₀ dépassent la valeur cible de 2010 (20µg/m³). Idem pour les PM_{2,5} et les valeurs limites envisagées (12 à 20µg/m³). Idem pour TSP (moyenne mensuelle 40µg/m³ près de Grenade).

Les évolutions sont les suivantes (en µg/m³) :

Paramètre	De mars 2001 à Février 2002			De mars 2002 à Février 2003		
	Moyenne	max	Min	moyenne	max	min
TSP	28	76	7	24	83	4
PM10	17	38	5	15	41	3
PM2.5	10	21	4	9	23	2

Il y a donc un problème spécifiquement méditerranéen (poussières terrigènes remises en suspension par le vent) sur le nombre de dépassement de VL.

« Variability of PM correction factors » (Marina Froehlich UBA Autriche) :

Il est à noter que les recommandations du GT « Guidance on PM measurement » concernant les études d'intercomparaison sont maintenant obligatoires en Autriche car retranscrites en droit national. Les réseaux autrichiens doivent donc obligatoirement faire des mesures comparatives PM10 automatique/PM10 manuel en été/hiver et corriger les données. Le dispositif national autrichien comporte 78 stations PM dont 37 ne respectent pas les VL de la Directive.

Sur 9 sites il y a comparaison permanente.

Les coefficients de correction (déterminés sur la base du ratio journalier et avec le principe d'une « médiane » glissante sur 30 ratios) sont très variables : Suivant le site, le ratio est de $1,4 \pm 0,15$ (« médiane » à 1,16) ou $0,99 \pm 0,08$ (« médiane » à 0,99) ou $1,41 \pm 0,13$ (« médiane » à 1,36), avec des maxima et minima de 1,52 à 0,80.

Il n'est pas possible d'avoir un coefficient unique, donc on a des coefficients locaux. L'UBA demande aux réseaux de ne pas utiliser le coeff « par défaut » (1.3).

Les nombres de dépassement sont en diminution.

« Irish experience » (O'Donell EPA Ireland)

Expérience sur un seul site, TEOM/Partisol. Facteur moyen de correction 1,3 en été, 1,7 en hiver, par prudence on reste au facteur officiel moyen de 1,3.

« Proposal for a European QA/QC programme for PM10 » (Luisa Marelli -JRC)

Discussion sur une idée préparée par le JRC.

Les objectifs sous-jacents sont la vérification de la bonne utilisation de la méthode de référence par le Laboratoire National de Référence et la façon dont sont traitées les mesures automatiques qu niveau du réseau classique.

- Sélection dans chaque état membre d'un à trois sites convenables par Etat membre/JRC (urbain de fond).

Laboratoire National d'Essais

- Au moins 14 (sans doute plus) mesures en parallèle avec :

Matériel fourni par le JRC, opéré par JRC (le grand débat a tourné autour du type de matériel : méthode de référence donc appareil monofiltre type EN12341 ou appareil séquentiel multifiltre mais dont la conformité/équivalence est à prouver. Le JRC s'occuperait alors de cet aspect méthode de référence, mise en œuvre par le labo national de référence, un appareil du réseau qui mesure en routine.

De Saeger souligne qu'il est politiquement important de monter à la commission qu'il y a réel contact entre le terrain (network), la référence nationale et ERLAP.

Etude pilote en Espagne + Portugal, démarrage dès que possible pour une extension en 2005.

EUROMET (P.Woods)

Exposé sur les exercices CCQM en cours (SO₂ à 280 ppb et NO à 720 ppb), auxquels le LNE participe (exercice prévu pour avril 2004 avec 25 participants, pilotage par le NPL). Les résultats seront disponibles en 2005. Dans beaucoup de pays, on sent qu'il y a peu de communication entre les labos 'métrologie' et les labos de référence AQUILA.

VOC workshop, 6 et 7 mars 2003 (E. De Saeger)

Le projet de rapport de ce workshop est distribué en avant première par Bo Larsen (doc provisoire pouvant évoluer en fonction des commentaires dont la date limite de réception est fin février).

Les principales conclusions sont :

- 1) Tendence générale à abandonner les mesures en continu, trop onéreuses ;
- 2) Problème de la mesure des C2 et C3
- 3) Proposition de programme QA/QC :
 - développer les étalons, dans le cadre BIPM/Euromet, préparés gravimétriquement et concernant des composés stables diversifiés et représentatifs des sources,
 - organiser des intercomparaisons en collaboration avec Aquila. Dans un premier temps, cela concernerait les BTX, puis cela serait étendu ;
 - normalisation des méthodes (CEN + ISO).

J'attire l'attention sur la nécessité d'essais sur site (prise en compte de l'effet de l'humidité etc)

La stratégie de mesure serait axée sur :

- les tendances (par mesure chronologique de seulement quelques polluants traceurs),
- la caractérisation des émissions + modélisation basée sur des campagnes ponctuelles sur une gamme élargie de polluants.

Memorandum of understanding (A.Borowiak)

Le texte qui doit régir le fonctionnement d'Aquila a échoué sur les problèmes de confidentialité (c'est surtout le service juridique du JRC qui bloque): une nouvelle version plus satisfaisante va être distribuée facilitant l'accès (et la sortie) à AQUILA (cf. arrivée prochaine de nouveaux Etats Membres).

Collaboration avec OMS (A.Borowiak)

La participation de l'OMS aux exercices d'intercomparaison organisés par ISPRA est acceptée. Le prochain sera fait à Francfort en avril.

Cette collaboration pourrait conduire à des campagnes en commun avec échantillonneurs passifs, méthodes manuelles etc... et à des intercomparaisons avec des Pays en voie d'accession (estimation de l'exposition).. (Contact au JRC : Michel GERBOLES).

Informations diverses

- Marion Wiechmann-Fiebig est partie de la DG Environnement : son travail est redistribué entre Stephan Jacobi et Andrej Kobe (Slovenie).
- De Saeger : Il y aura en mars un nouveau 'Call for proposal' pour financer des Réseaux d'appui à la réglementation, notamment sur la thématique « Changement global et écosystèmes ». Les informations sont accessibles à l'adresse suivante :

http://fp6.cordis.lu/fp6/call_details.cfm?CALL_ID=78

La création d'un réseau de compétence incluant tous les aspects (air, eaux, sols) semble un peu illusoire. Le JRC préférerait une approche intégrée par secteur (et trouverait ainsi une source de fonds pour AQUILA ?).

- Le JRC organise dans le cadre Metropolis un workshop sur la communication des résultats au public avec l'appui d'Aquila (3 et 4 juin à Ispra).
- Annonce du symposium annuel sur la mesure des gaz (tous secteurs confondus) organisé par le NEN (octobre 2004).
- Il y aura aussi peut être quelque chose sur les échantillonneurs passifs.

Prochaine réunion Aquila (en octobre ?)

A l'ordre du jour, le rôle des laboratoires nationaux de référence, au plan national et pour l'application des directives.

Rémi Perret / Tatiana Macé / François Mathé

Revision of 1st. Daughter Directive

Questionnaire: State of the harmonization of air quality measurements

Name of experts: [Tatiana Macé](#) ,[François Mathé](#) and [Rémi Perret](#), on behalf of National Reference Laboratory : [LCSQA](#)

Country :...[France](#).....

Standard methods

Question 1

So far, a CEN standard is available for PM₁₀ measurements. Further CEN standards are in development for SO₂, NO₂, Pb (Heavy Metals) and PM_{2.5}. National and international standards may also be available for these methods, as well as for calibration methods.

Are there shortcomings/inconsistencies in the existing standards that need to be addressed? Apart of the CEN standards that are currently in preparation, do you see a need for further CEN or ISO standardization work ?

Please specify :

[Large use of a continuous monitoring method \(TEOM\) that is not standardised](#)

2. Type approval of the instruments

QUESTION 2

Are the instruments used in the monitoring networks of your country subject to type approval ? YES / NO

[YES](#)

If YES, is the type approval carried out by an organisation in your country (name of organisation), or do you rely on a type approval from another country (name of country, organisation)?

Please specify:

.....
.....

[Certification body: ACIME, which is co-operated by LNE and INERIS](#)

[That is not a type approval, but a certification, which is not mandatory](#)

QUESTION 3

Would you be in favour of the setting-up of a European scheme for the mutual recognition of type approvals for air quality analysers in Europe? YES / NO

[YES](#)

At least an harmonisation of the requirements and test procedures, in order to have a mutual recognition of the test results.

And in the future, European Community is supposed to adopt an european certification scheme thanks to the standard coming from CEN WG22 work.

3. Quality systems/accreditation

Question 4

Has the reference laboratory in your country been accredited (or is being accredited)? YES / NO **YES**

If YES, please specify the scope of the accreditation (calibration, testing in laboratory, mobile laboratory):

- calibration
- testing of analysers

If YES, please specify for what pollutants: ...**SO₂, NO_x, O₃, CO, BTX**

If NO, do you implement another quality system? Please specify:

.....

Question 5

Have network laboratories in your country been accredited (or are being accredited)? YES / NO **YES**

If YES, please specify the number of networks and the number of accredited laboratories

Calibration: 4 regional network laboratories

Testing: 6 network laboratories

If YES, please specify for what pollutants: ...**PM (Beta gauge), SO₂, NO_x, O₃, CO**

If NO, do they implement other quality systems? Please specify:

Several are implementing ISO 17025 as model, but they do not intend to be accredited

Question 6

Are you generally satisfied with the efficiency of the quality system implemented in your country? Are there shortcomings/inconsistencies in the existing systems that need to be addressed? Do you think that the accreditation should be implemented at all levels (reference laboratories, network laboratories) ?

Please specify:

.....
.....

According to french authorities orientations, reference laboratories shall be accredited.

Network may also be accredited if they want, but on their own funding.

4. Quality control in the monitoring networks

Question 7

Who is responsible for carrying out the regular quality control of the measurements in the monitoring networks of your country (national reference laboratory, network laboratory, private company) ?

Please specify:

.....
.....

Regular quality control are under the responsibility of the networks, with application of national common technical recommendations (see question 8).

[Concerning the calibration gases, see question 9 \(calibration chain\).](#)

Question 8

How is the calibration (or the calibration check) in the monitoring stations carried out, for the various pollutants ?

Please specify:

.....
.....

[Calibration and adjustments: at least each three months](#)

Calibration checks (automatically or manually): interval from 3 days to 15 days, depending on the networks

5. Traceability to national/international standards

Question 9

How is the traceability of the measurements of the monitoring stations to national standards ensured, for the various pollutants (round robin tests with CRM, laboratory comparison, field comparisons) ?

Please specify:

.....
.....

Traceability is ensured by the national calibration chain at three levels: 1) reference laboratory ↔ 2) regional or multi regional lab ↔ 3) networks. In addition, round robin tests are organised each year for level 2) and 3)

QUESTION 10

How is the traceability of the measurements of the reference laboratory to international standards ensured, for the various pollutants (round robin tests with CRM, laboratory comparison, field comparisons) ?

Please specify:

.....
.....

[Euromet, CCQM HAMAQ and ERLAP intercomparisons](#)

6. Reference/equivalent methods

Question 11

Are methods other than the reference methods of the EC directives used in the monitoring networks of your country ? YES / NO **YES**

If YES, please specify the pollutant, the method and the equivalence testing procedure :
.....

**Extensive use of TEOM and Beta gauges for PM10 measurements.
Some DOAS systems**

7. EC Intercomparisons

Question 12

Is the level of measurement uncertainty demonstrated during the EC intercomparisons in compliance with the requirements of the directive's data quality objectives ?

Please specify:

.....
.....

YES

Question 13

Is the implementation of quality systems improving the performances of laboratories, and to what extent ?

Please specify:

.....
.....

YES. Harmonisation and improvement of operating procedures

Question 14

Are the intercomparisons organized by the Commission an adequate tool for the harmonisation of air quality measurements ? Are there shortcomings/improvements in the organisation that need to be addressed ?

Please specify:

.....
.....

YES

PM₁₀ / interferences / gas matrix effects

8. Data Quality Objectives

Question 15

Are the DQO imposed by the directive in terms of uncertainty, data capture and data coverage respected in the air quality networks in your country?

Please specify :

.....
.....

As experts, it can be said that it's not evident for the uncertainty. Work is in progress and is in relation with further CEN standards being in development and national work

Question 16

Are the DQO imposed by the directive (uncertainty, data capture, data coverage) reflecting the state of the art of today's air quality monitoring. Are there shortcomings/improvements that need to be addressed ?

Please

specify:

.....
.....

These DQO partially reflect the state of the art. For an "uncertainty calculation" point of view, an uncertainty budget must be associated to these DQO (what must be included in the DQO). Some improvements are needed for PM measurement, and concerning the knowledge of the performance characteristics of the analyzers (interferences, influence quantities etc).

4.2. ANNEXE 2

Compte-rendu de réunion de l'association AQUILA des laboratoires nationaux de référence dans le domaine de la Qualité de l'Air

Rédaction : F. MATHE - R. PERRET

Vérification - Approbation : T. MACE

Participants:

IES-JRC-ERLAP : E. DE SAEGER, A. BOROWIAK, F. LAGLER, M. GERBOLES, L. MARINI

Belgique : L. BERTRAND (ISSEP)
Commission européenne : A. KOBE (DG Environnement)
France : T. MACE (LNE), F. MATHE (EMD), R. PERRET (INERIS)
Allemagne : V. STUMMER (UBA), H.U. PFEFFER (LUA-NRW)
Angleterre : P. WOODS (NPL), K. STEVENSON (AEA Technologies)
Irlande : C. O'DONNELL (EPA)
Espagne : S. GARCIA DOS SANTOS (ISCII)
Danemark : L. GRUNDHAL (NERI)
Norvège : L. MARSTEEN (NILU)
Suède : G. NYQUIST (ITM)
Italie : I. ALLEGRINI, A. FEBO (CNR)
Autriche : M. FROEHLICH (UBA)

+ représentants des nouveaux Etats Membres (Slovénie, République Tchèque, Hongrie)

* * * *

Principaux points à retenir :

- Il se confirme que la DG Environnement est disposée à tenir compte des avis techniques d'AQUILA, qui se révèle ainsi être un bon outil de lobbying pour appuyer les positions françaises ; ceci est largement lié à la personne d'A.Kobe, qui assiste à toutes les réunions d'AQUILA.
- Il se confirme également que la DG Environnement est assez irritée par l'incohérence des données PM10, liée entre autres aux différents facteurs de correction utilisés par les Etats membres. Le fait que AIRBASE ne soit plus consultable en ligne en dit long sur le problème.

* * * *

L'ordre du jour de la réunion était assez chargé (cf. doc N23).

Les objectifs de cette réunion étaient :

- de renforcer la position d'AQUILA auprès de la DG Environnement (notamment en ce qui concerne ses capacités d'expertise pour la révision de Directives mais également en terme de pistes de travaux futurs),
- de faire un point d'information sur les « affaires » en cours (projets de norme CEN gaz & particules, exercice d'intercomparaison sur les PM10),
- de présenter AQUILA et les Laboratoires Nationaux de Référence (NRL) aux nouveaux Etats Membres (Slovénie, République Tchèque, Hongrie). Différentes présentations des activités de NRL ont été faites, principalement sur le plan de l'Assurance Qualité / Contrôle Qualité.

1) Point d'information sur les travaux internationaux (P. WOODS – NPL)

Concernant les projets du GT 12 (NO/NO₂, SO₂, CO, O₃), l'enquête formelle est en phase finale ce qui laisse présager (d'après P. Woods) une mise en vigueur de ces 4 normes pour août 2005 (au niveau des Etats Membres).

(NDLR : la France a voté positivement sur ces 4 projets mais en joignant pas mal de commentaires éditoriaux montrant que ces normes sont quand même dans un état assez critiquable. La date de mise en application d'août 2005 semble très « optimiste »).

La norme en 5 parties sur le benzène devrait partir au vote formel très prochainement en vue d'une validation définitive au CEN en août 2005.

La 1^{ère} enquête sur le projet sur l'analyse des métaux lourds va être dépouillée la semaine prochaine au NPL. La validation définitive au niveau du CEN est envisagée pour Décembre 2005 *(NDLR : la France a voté négativement sur ce projet pour des pbs sur le calcul d'incertitude et sur certaines contraintes au niveau du prélèvement).*

La 1^{ère} enquête sur le projet PM2.5 suscite pas mal de controverse car beaucoup de pays ont voté négativement (dont la France pour des pbs sur le traitement statistique des données, liés au document sur l'équivalence, cf. doc. N25).

Lors de la dernière réunion du AQ Steering Group où ce document sur l'équivalence a été présenté, il y a eu des commentaires (Allemagne, Angleterre, Pays-Bas) ayant entraîné des modifications. Ce « Guidance document » n'est pas une norme, mais le devient indirectement car sa méthodologie est reprise en annexe normative du draft PM2.5. Il est par ailleurs dispo sur le web (cf. copie électronique jointe de la dernière version). Enfin, dans la mesure où il existait déjà un « Guidance document » sur les PM10, des contradictions entre les 2 documents sont possibles. L'idée de réviser le guide initial est d'ailleurs suggérée par ERLAP.

Des projets de normalisation sont évoqués (préparation en cours ou création de nouveau mandat, sous réserve des demandes de financement pour 2005) :

- HAP dans les dépôts (validation définitive au CEN envisagée pour 2010),
- Mercure dans l'air ambiant et les dépôts (validation définitive au CEN envisagée pour 2010),
- Métaux lourds (hors Hg) dans les dépôts (travaux GT20 débutés en 2000, en suspens depuis 3 ans, expert français J.L. Houdret des Mines de Douai).

2) Point d'information sur le plan réglementaire (A. KOBE –DGEnv)

2-1) Directives (nouvelles / en cours)

La 4^{ème} Directive Fille a passé le cap de la 1^{ère} lecture au Parlement et devrait être adoptée avant la fin de l'année (les principaux points de changement sont le retrait du fluoranthène de la liste des HAP et la recommandation d'une station de mesure de fond par tranche de 100.000 km²).

Le rapport sur la révision de la 1^{ère} Directive Fille est dans les mains de Bruxelles. Ce rapport est basé sur les propositions du GT « Implementation » avec prise en compte des propositions d'AQUILA. Cependant, il est à craindre que peu de modifications sur le plan technique soient adoptées et que ce soit plus le processus de « comitologie » (organisation + actions des comités) qui se voit modifié.

Un « remaniement » de la Directive Cadre de 1996 a été également évoqué.

2.2) Mise en place des Directives et axes de stratégies CAFE

Le Reporting de données (selon le questionnaire 2004/461/EC joint en copie et portant sur les 3 directives filles en vigueur) est en cours.

S'agissant des Plans & Programmes, un workshop a eu lieu les 1&2 Septembre, le problème principal étant les PM10 et le NO₂.

La DGEnv pourrait lancer des « formal procedures » contre certains états membres ne respectant pas les échéances...

Concernant CAFE, les stratégies thématiques devraient être dévoilées en juin 2005, se basant sur les recommandations de l'OMS et du GT CAFE sur les PM.

Les informations principales sont disponibles sur le web :

(<http://europa.eu.int/comm/environment/air/cafe/index.htm>)

Un pannel de modèles « prêts à l'emploi » est proposé : PRIMES, RAINS/EMEP, TREMOVE, CBA, GEM-E3

Le scénario envisagé est pour le moment le suivant :

- Baisse des émissions jusqu'en 2020, entraînant une amélioration de la qualité de l'air,
- Changement de la typologie des émetteurs principaux : les bateaux deviennent les sources individuelles les plus importantes, et à échelle réduite, les sources de combustion individuelles et l'agriculture prennent une part prépondérante.

Parmi les échéances CAFE à venir, des rapports sur le lien « mesure de la Qualité de l'air / santé », sur l'utilisation de la modélisation et sur l'impact de nouvelles technologies sont attendus.

A priori, le remaniement (recasting) de la Directive Cadre et des 2 premières Directives Filles entre dans le champ d'action de CAFE, l'accent étant mis sur les PM2.5 (value limite + stratégie de mesure), la mesure de fond et le reporting (là encore, la capacité d'expertise d'AQUILA risque d'être sollicitée).

Sur le point délicat des PM, on sent un traumatisme important de la Commission sur les coeff de correction des poussières.

L'Agence Européenne de l'Environnement (EEA-European Topic Center) de Copenhague (qui gère la banque de données de la qualité de l'air européenne AIRBASE) a transmis un projet de rapport ¹ sur les facteurs de correction utilisés par les Etats membres sur les données PM10. La banque de données AIRBASE se révèle extrêmement difficile à interpréter (données non comparables, stations de même label qui n'ont pas la même représentativité, coefficient de correction différents pour les PM10...), au point qu'elle risque de n'être plus crédible. (D'ailleurs, elle n'est plus en accès libre). De toute façon, globalement, l'exploitation de cette base de données s'avère très délicate, aucun indicateur pertinent à l'échelle européenne voire même à l'échelle nationale ne semblant pouvoir être mis en œuvre.

ERLAP suggère que cela pourrait être un rôle des NRL voire d'AQUILA de vérifier la qualité et l'harmonisation des valeurs entrées dans AIRBASE, mais certains représentants (ex : UK) sont sceptiques.

Enfin, concernant le Document sur l'Equivalence, la DGEnv rappelle son souhait de le valider et de lui donner un statut fort, mais différent d'une norme CEN.

¹ Ce projet a depuis été transmis aux membres d'AQUILA pour commentaires avant fin novembre. Le MEDD et l'ADEME en ont été aussitôt informés. Le sujet sera abordé à la réunion du GT « Particules » du 24/11/04.

3) Rôle et actions des NRL

A partir du rôle assez large donné aux NRL par l'article 3 de la Directive Cadre, une illustration des actions de divers NRL est donnée au travers de présentations, portant principalement sur l'assurance de la qualité / contrôle de la qualité (QA/QC).

3-1) « QA/QC dans les réseaux français: le rôle du LCSQA ». (cf. doc. N26a & b)

T. MACE et F. MATHE font une présentation du LCSQA, de ses actions dans le cadre de la chaîne d'étalonnage (exercices d'intercomparaison en AASQA, en laboratoires d'étalonnage interrégionaux, entre laboratoires mobiles ou en station avec la technique du dopage, solution technique pour les particules pour assurer la traçabilité des mesures).

3-2) « Procédures QA/QC au Royaume Uni » (cf. doc. N27) (K. STEVENSON)

L'organisation du système anglais (adaptée à sa taille qui est très réduite comparé au système français) est très centralisée et permet d'intégrer d'ores et déjà les recommandations des futures normes CEN. Un audit complet de chaque station est réalisé tous les 6 mois. La validation des données est faite au niveau central, principalement sur la base de l'expérience : il y a donc des chiffres provisoires qui ne sont validés que trois mois après (approche très similaire à l'Allemagne).

3-3) « QA/QC dans les réseaux espagnols: bilan 2000-2004 ». (cf. doc. N28) (S.GARCIA)

Basées sur le volontariat (donc avec un taux de participation très variable), d'un point de vue organisation, ces intercomparaisons sont comparables aux intercomparaisons françaises entre niveaux 2 (comparaison de résultats d'analyse de mélanges en bouteilles ou de générateurs d'ozone).

Les résultats sont globalement satisfaisants.

3-4) « Le système de Certification français des appareils automatiques » (cf. doc. N29)

R. PERRET présente le nouveau système récemment mis en route en France, permettant de se positionner par rapport aux systèmes existants (Anglais, Allemand).

3-5) « Le système de Certification anglais des appareils automatiques » (cf. doc. N30)

P. Woods vante les mérites du système anglais en accord avec les recommandations des normes CEN et insiste longuement sur les moyens mis en œuvre au NPL (permettant par exemple d'évaluer une linéarité d'appareil meilleure que 0,2% ce qui est très étonnant).

3-6) « Comparaison Interlaboratoire et contrôle des laboratoires privés » (cf. doc. N32) (H. U. PFEFFER) :

Le LUA NRW est accrédité ISO 17025 (pour les essais mais pas pour l'organisation d'intercomparaison). Il organise des essais une à trois fois par an pour les réseaux des Länder et des tests de compétence pour les labos privés au moins une fois tous les trois ans (ce n'est pas vraiment de l'accréditation mais ça y ressemble pas mal).

Le LUA est pris comme valeur de référence (c'est nouveau depuis 2003, avant c'était la valeur moyenne).

Concernant les labos privés, comme on ne fait pas varier toutes les conditions comme dans les conditions réelles (T, RH), le test est plus strict, l'objectif de qualité est fixé à seulement 50% des DQO des directives. Pour les faibles valeurs (dont la notion est à clarifier), l'objectif de qualité est 10% de la valeur limite annuelle moyenne (soit $\pm 5\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour SO_2 , $\pm 4\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour NO_2 , $\pm 0,5\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène). Le verdict final est assujéti au traitement des résultats selon le guide ISO 43-1.

3-7) « Participation de la République de Slovénie aux exercices d'intercomparaison dans le domaine de la qualité de l'air » (cf. doc. N31) (M. KAPUS)

Depuis plus de 12 ans, la Slovénie participe aux exercices d'intercomparaison organisés par ERLAP ou l'OMS, montrant une capabilité satisfaisante, mais la Slovénie a une petite structure (moins de 10 stations sur son territoire).

3-8) « Intercomparaison en Autriche » (cf. doc. N33) (M. FROEHLICH)

L'Autriche a une organisation à l'allemande (9 Länder dotés d'un réseau + 1 réseau national de fond désigné comme NRL). Le NRL s'efforce de participer régulièrement (au moins 1 fois tous les 2 ans) aux divers exercices d'intercomparaison européens (ERLAP, EMPA, Euromet, CCQM...).

Un exercice d'intercomparaison national est organisé chaque année pour les polluants classiques (méthodologie comparable à ce qui est organisé en France).

Sur le plan technique, la référence nationale en ozone est identique à celle de la France (NIST SRP 24).

Pour le benzène, une intercomparaison sur site (Site trafic à Vienne, pendant 10 jours) permet de contrôler toutes les méthodes utilisées en réseau (pompage actif, tubes passifs, GC en continu).

Pour les particules, (en plus de l'intercomparaison des cales étalons pour jauges bêta), une intercomparaison sur la pesée est effectuée (par échange de filtres vierges et empoussiérés) Pour les camions-laboratoires, une intercomparaison comparable à notre Interreg est organisée sur un site Trafic.

Suite à une réorganisation (passage au privé), pour des raisons de coût, la tendance actuelle va vers les intercomparaisons par circulation de bouteilles.

Enfin, l'Autriche a l'intention de se doter d'une installation pour les intercomparaisons comparable à celle du LUA-NRW.

3-9) « Mise en place d'un matériau de référence pour les métaux lourds » (cf. doc. N34) (S. GARCIA)

L'objectif est d'obtenir d'un matériau de référence pour Pb, Ni, Cd, As sur filtre en fibre de quartz par prélèvement en simultané sur 10 LVS à tête PM10 (2,3 m³/h).

4 campagnes de 10 jours (2 sur site urbain + 2 sur site industriel) ont été menées à des périodes de l'année différentes (été/automne). L'analyse est faite selon le projet de norme européen.

Les premiers résultats semblent satisfaisants (ex : sur site urbain, pour PM10, RSD de 3,5 à 6,6% pour une moyenne journalière allant de 15 à 30 µg/m³, pour Pb, RSD de 2,3 à 6,7% pour une teneur allant de 280 à 355 ng/filtre).

Les essais interlaboratoires seront entrepris sous réserve de la maîtrise du calcul d'incertitude (donnée incontournable pour un MCR) et de l'acceptation du projet.

Suite à cette intervention, ERLAP indique que la Commission voudrait préparer des matériaux de référence pour métaux et HAP. Le CEN (malgré une expérience précédente malheureuse) et AQUILA seraient associés. Un appel d'ERLAP est lancé aux NRL présents pour connaître les labos ayant un intérêt voire une expérience sur ce thème. Le LCSQA répond positivement à cette demande. La prochaine réunion AQUILA devrait aborder le sujet plus en détails.

4) Rôle des NRL

Suite à la proposition d'ERLAP, il est décidé de rédiger une synthèse destinée à la DGENV détaillant les actions d'un NRL selon des thématiques ciblées :

- ❶ **Recommandations sur la mise en place d'un système qualité (configuration, utilisation)**

- ② Certification du matériel de mesure
- ③ QA/QC dans les laboratoires et réseaux
- ④ Traçabilité des mesures / matériaux de référence
- ⑤ Exercices d'intercomparaison au niveau national
- ⑥ **Participation aux programmes QA/QC dans le cadre de la CE (ex : intercomparaisons)**
- ⑦ Amélioration de la qualité dans le cadre de l'échange d'information
Des groupes de rédacteurs sont constitués (sur la base du volontariat !). Le LCSQA participe aux thématiques ②, ③, ④, ⑤ et ⑦ (NDLR : *l'expérience française en matière d'échanges d'informations sur le plan technique, selon le format des Journées Inter-réseaux, a été qualifiée de « très intéressante »*)

5) Points divers

Concernant l'élection du nouveau bureau d'AQUILA (président + vice-président), il est confirmé que le vice-chairman a vocation à être chairman la fois suivante. La durée du mandat est fixée à 2 ans. L'élection du nouveau vice-président est donc prévue pour la prochaine réunion d'AQUILA. Pour le moment, il ne semble pas y avoir beaucoup de volontaires pour reprendre la suite de M. FROELICH en tant que vice-chairman, elle deviendra la nouvelle chairman d'AQUILA.

Concernant le rôle d'AQUILA, ERLAP propose d'étendre le domaine de compétence à la modélisation. Dans la mesure où les avis sont partagés (P. Woods est assez réticent, E. Desaegeer y est favorable), le débat sera ouvert à la prochaine réunion d'AQUILA, avec exposés d'experts en modélisation.

Hormis le souhait de la DGEEnv de s'appuyer sur les capacités d'expertise d'AQUILA, aucune décision nette n'est prise pour améliorer la visibilité de l'association.

Concernant l'intercomparaison européenne sur les particules, un nouveau projet sera soumis à la prochaine réunion d'AQUILA (modalités techniques). Les infos essentielles sont les suivantes :

- 14 jours de prélèvement validés,
- 3 à 4 sites par état membre,
- Mise en œuvre par ERLAP de 2 préleveurs séquentiels (ERLAP aura démontré l'équivalence), avec maintien des filtres à moins de 20°C et respect des recommandations de la norme PM2.5.,
- Mise en œuvre par l'Etat Membre de la méthode de référence et de la méthode utilisée en réseau. D'autres méthodes telles que le FDMS et la mesure de carbone suies sont envisageables,
- Etude pilote en Portugal/Espagne en juillet 2005.

Une proposition de formation sur le calcul d'incertitudes lors des Essais Interlaboratoires est faite par ERLAP (cf. doc N35 – M. GERBOLES).

En effet, lors des intercomparaisons organisées par ERLAP, peu de participants annoncent leurs incertitudes.

Le débat est donc le suivant : Faut-il organiser une formation spécifique (ex : workshop) ou l'organiser directement lors des essais interlabos ? L'option de la rédaction d'un papier par le JRC, suivi d'un workshop avec définition de procédures opératoires standard est retenue.

Laboratoire National d'Essais

La date de la prochaine réunion est fixée au 25 & 26 avril 2005 (sous réserve).

L'ordre du jour prévisionnel est le suivant :

- mise en place de l'exercice d'intercomparaison sur les PM 10,
- préparation des MCR pour les HAP et les métaux lourds,
- la modélisation ?
- élection du bureau d'AQUILA.