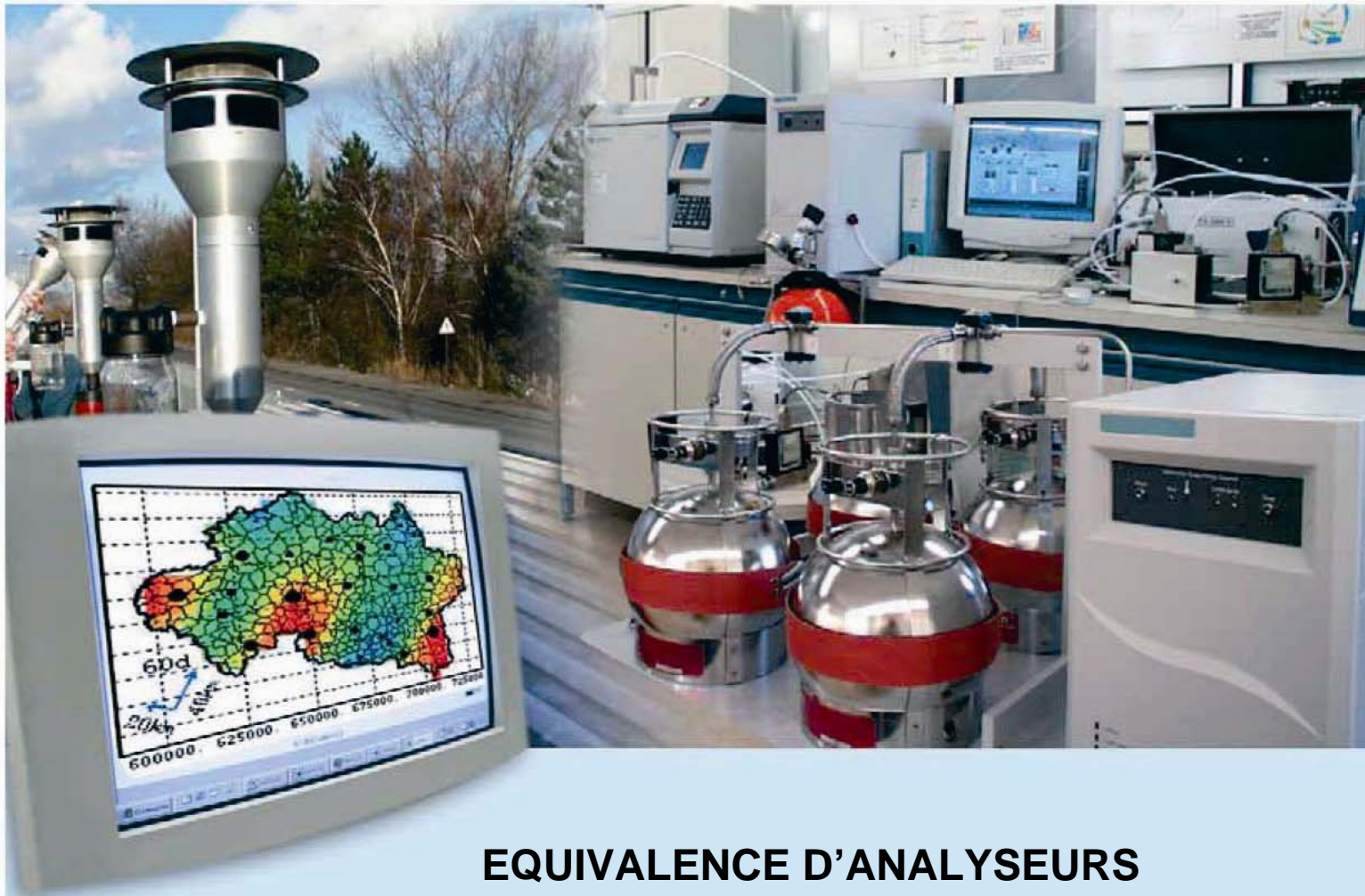




**Laboratoire Central
de Surveillance de la Qualité de l'Air**



**EQUIVALENCE D'ANALYSEURS
AUTOMATIQUES DE PARTICULES EN
SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT**

**Démonstration de l'équivalence de la jauge
radiométrique MP101M-RST d' Environnement SA**

François MATHE

**Avec la collaboration technique
de Benoît Herbin**

Novembre 2006





PREAMBULE

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

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

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

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**EQUIVALENCE D'ANALYSEURS AUTOMATIQUES
DE PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR
AMBIANT**

**Démonstration de l'équivalence de la jauge
radiométrique MP101M-RST d' Environnement SA**

Convention : 000070

**François MATHE
avec la collaboration technique de Benoît HERBIN
Novembre 2006**

DEMONSTRATION DE L'EQUIVALENCE DE LA JAUGE RADIOMETRIQUE MP101M-RST PM₁₀ D'ENVIRONNEMENT SA

François MATHE

mathe@ensm-douai.fr ☎ 03 27 71 26 10

1. Présentation des travaux

L'utilisation quotidienne de la méthode manuelle de référence de mesure des PM₁₀ au sein d'un réseau de surveillance dans le cadre de la surveillance réglementaire s'avère délicate et ne répond pas entièrement aux exigences de la Directive Européenne 99/30/CE. C'est pourquoi le dispositif national s'est orienté vers des techniques automatiques telles que la micro-balance à variation de fréquence TEOM ou la jauge radiométrique bêtâ.

Afin de prendre en compte la part volatile de l'aérosol atmosphérique (tels que des composés organiques, inorganiques ou l'humidité) et d'éliminer l'écart possible avec la méthode de référence, les constructeurs ont mis au point des modules spécifiques (FDMS pour le TEOM R&P, RST pour la jauge bêtâ MP101M d'Environnement SA) à associer aux matériels de mesures classiques. Ainsi équipés les appareils peuvent être testés pour démontrer leur équivalence avec la méthode de référence, selon une méthodologie recommandée au niveau européen.

Les résultats de quatre campagnes requises destinées à fournir des données comparatives entre la méthode de référence gravimétrique (estimée comme équivalente à la méthode EN 12341) et la méthode candidate (l'analyseur automatique par radiométrie bêtâ type MP101M-RST de la marque Environnement SA en configuration PM₁₀ et mode d'accumulation journalier) sont présentées dans ce rapport.

2. Principaux résultats obtenus

Les résultats obtenus lors des 4 campagnes impliquant la jauge radiométrique MP101M-RST d'Environnement SA sont positifs pour la méthode candidate, dans la configuration utilisée:

- le critère de répétabilité intra-appareil est satisfaisant (de 1,35 à 2,68 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un critère d'acceptabilité de 3 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$),
- Sur l'ensemble des 4 campagnes, la droite de régression linéaire orthogonale est Candidat = 1,01 x Référence - 0,98, les pentes (variant de 0,94 à 1,03) et ordonnées à l'origine (variant de -1,49 à + 1,09) observées sont jugées non significatives,
- enfin, l'incertitude relative élargie au niveau de la valeur limite journalière de 50 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ obtenue sur l'ensemble des campagnes varie de $\pm 12,4\%$ à $\pm 13,2\%$ et respecte donc dans des conditions variables dans le temps et l'espace l'objectif de qualité des données de $\pm 25\%$ fixée par la Directive européenne 99/30/CE

Le présent rapport établit que la technique par radiométrie bêtâ mise en œuvre avec l'analyseur de la marque Environnement SA, du type MP101M-RST PM₁₀, en configuration journalière, passe avec succès l'ensemble des tests de la procédure d'équivalence, en particulier celui concernant l'objectif de qualité des données (incertitude élargie) à hauteur de la valeur limite journalière.

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION	4
2. PROCEDURE DE DEMONSTRATION D'EQUIVALENCE D'UNE METHODE DE MESURE DE LA QUALITE DE L'AIR AMBIANT	5
2.1 INTRODUCTION.....	5
2.2 CRITERES DE DEMONSTRATION DE L'EQUIVALENCE.....	5
3. DESCRIPTION DES METHODES.....	8
3.1 METHODE DE REFERENCE GRAVIMETRIQUE	8
3.2 METHODE AUTOMATIQUE	8
4. RESULTATS DES CAMPAGNES DE MESURE	9
4.1 CAMPAGNE DE BOBIGNY	9
4.1.1 Moyens mis en œuvre	9
4.1.2 Site d'étude.....	9
4.1.3 Caractéristiques de la campagne	10
4.1.4 Interprétation des résultats	11
4.1.5 Conclusion	16
4.2 CAMPAGNE DE MARSEILLE	17
4.2.1 Moyens mis en œuvre	17
4.2.2 Site d'étude.....	17
4.2.3 Caractéristiques de la campagne	18
4.2.4 Interprétation des résultats	19
4.2.5 Conclusion	24
4.3 CAMPAGNE D'AARSCHOT (BELGIQUE)	25
4.3.1 Moyens mis en œuvre	25
4.3.2 Site d'étude.....	26
4.3.3 Caractéristiques de la campagne	27
4.3.4 Interprétation des résultats	28
4.3.5 Conclusion	33
4.4 CAMPAGNE DE MONTEROTONDO (ITALIE)	34
4.4.1 Moyens mis en œuvre	34
4.4.2 Site d'étude.....	35
4.4.3 Caractéristiques de la campagne	36
4.4.4 Interprétation des résultats	37
4.4.5 Conclusion	42
5. SYNTHESE DES RESULTATS.....	43
6. CONCLUSION GENERALE.....	43
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	44
ANNEXES	45

1. INTRODUCTION

Un des objectifs de la Directive Cadre 96/62/CE est d' « évaluer la qualité de l'air ambiant dans les Etats Membres sur la base de méthodes et critères communs ». Les Directives Filles européennes (1999/30/CE, 2000/69/CE, 2002/3/CE et 2004/107/CE) indiquent les méthodes de référence à utiliser pour la mesure de la concentration des polluants associés. Elles spécifient également les Objectifs de Qualité des Données (OQD) à respecter dans le cadre de cette surveillance. Ces OQD incluent les exigences minimales suivantes :

- une incertitude élargie associée au résultat de mesure à hauteur de la valeur limite
- une couverture temporelle des mesures en correspondance avec la période de référence pour la valeur limite concernée

Les directives offrent cependant aux Etats Membres 2 possibilités :

- utiliser toute autre méthode dont ils peuvent prouver qu'elle donne des résultats équivalents à ceux de la méthode de référence »
- utiliser toute autre méthode dont l'État membre concerné peut prouver qu'elle présente un rapport constant avec la méthode de référence. Dans ce cas, les résultats obtenus par la méthode doivent être corrigés par un facteur approprié pour produire des résultats équivalents à ceux qui auraient été obtenus en utilisant la méthode de référence.

Afin de répondre à la possibilité d'appliquer un facteur correctif éventuel, des mesures comparatives ont été menées sur la fraction PM_{10} entre mesures gravimétriques (mesure de référence) et mesures automatiques (TEOM, jauge bêtâ). Les principaux résultats de ces essais témoignent de la difficulté à quantifier l'aérosol ambiant et à fixer un facteur correctif aux données des appareils automatiques. En effet, les écarts entre méthodes automatiques et la méthode gravimétrique de référence peuvent être très variables. En outre, les ratios Gravimétrie/méthode automatique les plus forts ont été observés notamment en hiver lors d'épisodes très particuliers et sont principalement conditionnés par la composition chimique de l'aérosol. Dans ce contexte, la France a privilégié la recherche d'une solution instrumentale. Les mesures réalisées en 2004 avec les nouveaux dispositifs développés par les constructeurs (TEOM équipé du système FDMS, jauge bêtâ MP101M avec kit RST) ont mis en évidence une très bonne équivalence avec la méthode de référence gravimétrique et ceci indépendamment de la période des mesures (été ou hiver), des concentrations observées (faibles ou élevées) ou de la composition chimique de l'aérosol (présence ou non des composés volatils).

L'objectif des travaux présentés dans ce rapport est de démontrer l'équivalence de la méthode de mesure automatique par radiométrie bêtâ par rapport à une méthode gravimétrique de référence, selon la méthode décrite dans le document « Demonstration of equivalency » de janvier 2006, l'appareil testé étant le MP101M-RST de la société Environnement SA en version PM_{10} et en mode d'accumulation journalier.

Les résultats obtenus en 2006 par la microbalance Thermo R&P type TEOM équipée du système FDMS sont présentés dans un rapport indépendant de la présente étude (rapport LCSQA – INERIS référence DRC/AIRE-0674750-MRe/OLe-N°0497-v2d).

2. PROCEDURE DE DEMONSTRATION D'EQUIVALENCE D'UNE METHODE DE MESURE DE LA QUALITE DE L'AIR AMBIANT

2.1 INTRODUCTION

Concernant l'équivalence, le postulat suivant a été adopté au niveau européen:

« Une méthode équivalente à la méthode de référence pour la mesure d'un polluant atmosphérique ambiant est une méthode respectant l'objectif de qualité de données pour la mesure spécifié dans la Directive de la Qualité de l'Air correspondante »

La méthodologie suivie est décrite dans un guide européen [1] rédigé dans le cadre d'un groupe de travail réunissant des experts des Etats Membres (dont la France). Ce guide décrit les tests à effectuer et la procédure de traitement de données pour évaluer l'équivalence d'une technique alternative par rapport à une méthode de référence.

Une partie spécifique de ce document est dédiée à la mesure des particules. Elle permet notamment :

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

Concernant la mise en œuvre de la méthode gravimétrique de référence, le document de référence pris en compte est la norme EN 14907 « "Ambient air quality - standard gravimetric measurement method for the determination of the PM_{2.5} mass fraction of suspended particulate matter" qui est parue en 2005 [2]. Les conditions de mise en œuvre de la méthode de référence sont mieux précisées, en comparaison à la norme EN 12341 qui concerne la fraction PM₁₀ [3]. Cette dernière est cependant prise en considération, notamment pour le choix de l'appareillage de référence. Les exigences de la norme sur le fraction PM_{2.5} (au niveau des conditions de pesée) ont été prises en compte, sachant que ce nouveau texte servira de base à la prochaine révision de la norme EN 12341. Il est à noter que la version française de la norme EN 14907 est disponible depuis mars 2006.

2.2 CRITERES DE DEMONSTRATION DE L'EQUIVALENCE

Les exigences minimales de caractéristiques de campagne demandées par le protocole européen sont les suivantes :

❶ Obligation en terme de niveau de concentration en PM₁₀

Tableau I: Condition sur le pourcentage de données supérieures à 25 µg.m⁻³.

Exigence
20 % (au minimum) des données $\geq 25 \mu\text{g.m}^{-3}$

② Obligation en terme de répétabilité intra-méthode (dispersion)

Les appareils étant dupliqués, les valeurs de répétabilité intra-méthode ont été calculées pour la méthode de référence et la méthode candidate à l'aide de l'équation suivante [1]:

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

Où :

- $y_{i,1}$ et $y_{i,2}$ sont les résultats de deux prélèvements journaliers réalisés en parallèle.
- n est le nombre de prélèvements journaliers réalisés ($n \geq 40$).

Le tableau II indique le critère à respecter :

Tableau II: Critère de répétabilité (dispersion intra-méthode) pour les méthodes mises en oeuvre

	Méthode de référence	Méthode candidate
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3

Le critère de répétabilité est à respecter pour l'ensemble des données ainsi pour le domaine de concentration supérieures ou égales à $15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (correspondant à 50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM_{10})

Dans le cadre de ce rapport, la variabilité de la méthode a également été illustrée par le tracé de courbes de tendance linéaire selon les moindres carrés et passant par l'origine, chaque appareil étant pris alternativement comme référence.

③ Comparaison de la méthode candidate avec la méthode de référence

La méthode statistique préconisée par le document européen est la régression linéaire orthogonale à appliquer aux valeurs moyennes de chaque méthode, méthode candidate (CM) en fonction de la référence (RM).

Les critères de performance portent sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale et sont présentés dans le tableau III:

Tableau III: Critères de performance sur les résultats de la régression linéaire orthogonale entre la méthode candidate et la méthode de référence

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM_{10})
Exigence sur la pente « b »	$ b-1 \leq 2 u_b$ avec u_b incertitude sur la pente	
Exigence sur l'ordonnée à l'origine « a »	$ a \leq 2 u_a$ avec u_a incertitude sur l'ordonnée à l'origine	

④ Incertitude élargie de la méthode candidate à hauteur de la valeur limite journalière

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

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

Avec

- $k = 2$ pour un nombre de résultats expérimentaux suffisant (≥ 30)
- $w_{c,CM}(y_i)$ est l'incertitude combinée de la méthode candidate calculée à l'aide de l'équation suivante :

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

où u_{c-s} est l'incertitude entre les résultats de la méthode candidate et ceux de la méthode de référence, calculée selon l'équation :

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

- a et b sont respectivement l'ordonnée à l'origine et la pente de la régression linéaire orthogonale. Leur formule de calcul ainsi que celle de l'incertitude associée sont données dans le document européen

- $u(x_i)$ est l'incertitude aléatoire de la méthode de référence. La valeur de la répétabilité intra-méthode u_{bs} du point ② peut être utilisée.

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

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

Les critères de performance sont présentés dans le tableau IV :

Tableau IV: Critères de performance sur l'incertitude de la méthode candidate

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM_{10})
Exigence sur l'incertitude relative élargie (au niveau de la valeur limite journalière $50 \mu\text{g.m}^{-3}$)		$\leq 25 \%$

3. DESCRIPTION DES METHODES

3.1 METHODE DE REFERENCE GRAVIMETRIQUE

Dans la mesure où les appareils de référence tels que désignés par la norme EN 12341 sont inadaptés pour réaliser un suivi en automatique, et qu'il est indispensable, pour ce type d'exercice, d'avoir recours à des versions séquentielles, l'appareil de référence gravimétrique utilisé pour les campagnes doit pouvoir être considéré comme équivalent à la méthode de référence.

Dans le présent rapport, pour chaque campagne de mesure, un descriptif des appareils de référence est donné :

- le préleveur séquentiel Partisol 2025 (également désigné sous l'appellation « Partisol Plus ») de marque Rupprecht et Patashnick (avec tête américaine PM₁₀ à 1 m³/h) pour les campagnes françaises de Bobigny et de Marseille
- le préleveur séquentiel SEQ 47/50 de marque Leckel (avec tête européenne PM₁₀ à 2,3 m³/h) pour la campagne belge d'Aarschot
- pour la campagne italienne de Monterotondo, un système de prélèvement manuel (avec tête européenne PM₁₀ à 2,3 m³/h) répondant aux critères de conception de la norme EN 12341 a été utilisé comme appareil de référence. Une vérification de ses performances a été effectuée par comparaison avec 2 préleveurs séquentiels TCR Echo de marque TECORA (version italienne du Partisol 2025).

Pour les 4 campagnes, les analyses gravimétriques ont été effectuées dans une chambre de pesée contrôlée en température (20 ± 1)°C et en humidité relative de (50 ± 3)%.

3.2 METHODE AUTOMATIQUE

La méthode automatique candidate est la jauge radiométrique bêta type MP101M-RST de la marque Environnement SA. Le principe de fonctionnement est décrit dans le rapport d'activités 2004 de l'Ecole des Mines de Douai [5]. Dans le cadre des campagnes présentées, l'appareil dupliqué était en mode d'accumulation journalière (1 mesure directe de la concentration massique journalière en PM₁₀) et dans une configuration identique à l'appareil de référence gravimétrique concernant la tête de prélèvement PM₁₀ :

- tête américaine PM₁₀ fonctionnant à 1 m³.h⁻¹, pour les campagnes françaises de Bobigny et de Marseille
- tête européenne PM₁₀ à 1 m³/h (marque Digitel Elektronik) pour la campagne belge d'Aarschot et la campagne italienne de Monterotondo

Il est à noter que chaque appareil automatique, placé dans une armoire extérieure est totalement autonome et indépendant des autres appareils impliqués dans la campagne. L'installation et le contrôle des appareils ont été effectués par le LCSQA-EMD en collaboration avec la société Environnement SA pour les campagnes françaises de Bobigny et de Marseille ainsi que pour la campagne belge d'Aarschot. Le suivi métrologique des appareils a été tracé à l'aide de fiches de suivi (cf. annexe 2) au démarrage et à l'arrêt de la campagne, ainsi que tous les 15 jours pendant la période de mesure. Ce suivi consistait en un contrôle de l'étalonnage (compteur Geiger, débit de prélèvement) des appareils (au démarrage et à l'arrêt de la campagne), au contrôle de l'état de l'appareil, à la vérification de la conformité du débit de prélèvement, au nettoyage de la tête de prélèvement et à la récupération des données (tous les 15 jours).

Pour la campagne italienne de Monterotondo, ces opérations ont été assurées par l'organisme italien en charge de la manipulation en collaboration avec la société Environnement SA (cf. paragraphe 7.1).

4. RESULTATS DES CAMPAGNES DE MESURE

4.1 CAMPAGNE DE BOBIGNY

4.1.1 Moyens mis en œuvre

Le préleveur séquentiel Partisol 2025 (également désigné sous l'appellation « Partisol Plus ») de marque Rupprecht et Patashnick (avec tête américaine PM_{10} à $1 \text{ m}^3/\text{h}$) peut être considéré comme équivalent à la méthode de référence, dans la mesure où des tests d'équivalence selon le protocole de la norme EN 12341 ont montré la conformité de ce type d'appareil [4]. Le choix a donc été de considérer le Partisol Plus, préleveur utilisé dans le dispositif français depuis plusieurs années (notamment pour la mesure des métaux lourds), en tant que méthode équivalente à la référence.

L'appareil est utilisé en mode de prélèvement journalier avec une tête US PM_{10} fonctionnant à $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, avec des filtres en PTFE (référence R2PJ047, Marque : Gelman Sciences) d'un diamètre de 47 mm et d'une taille de pores de $2 \mu\text{m}$. L'appareil dupliqué a été installé à l'intérieur d'un abri autonome afin limiter les pertes éventuelles des composés volatils sur le filtre de collecte lors de la phase d'échantillonnage et de stockage des filtres dans le préleveur (7 jours).

Les analyses gravimétriques ont été effectuées par l'INERIS dans une chambre de pesée contrôlée en température (20 ± 1)°C et en humidité relative de (50 ± 3)%. Les filtres ont été pesés sur une microbalance METTLER Toledo, modèle MT5 (précision d'affichage $\pm 1 \mu\text{g}$), en utilisant le protocole de pesée de la norme NF EN 14907 «Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la fraction massique $PM_{2.5}$ de matière particulaire en suspension»

La configuration de l'appareil automatique dupliqué est décrite au paragraphe 3.2

4.1.2 Site d'étude

La station AIRPARIF utilisée dans le cadre de cette campagne de mesure, est une station de type urbain, située au nord-est de Paris, à Bobigny dans le département de Seine Saint Denis (Figure 1) :

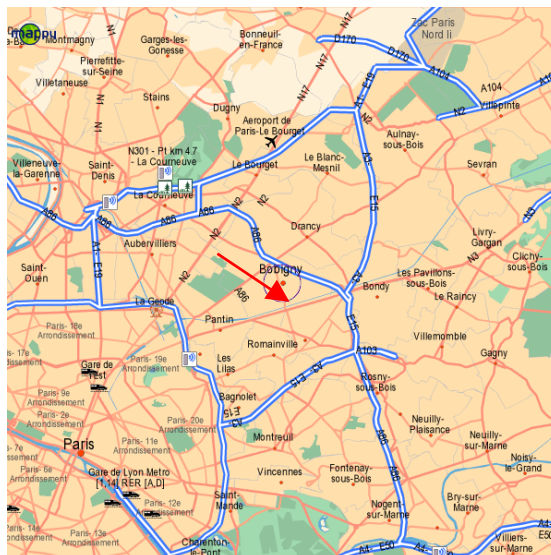


Figure 1. Emplacement du site de Bobigny (station n°BOB du réseau AIRPARIF)

AIRPARIF dispose d'une longue expérience de ce site ce qui a permis de choisir la période de la campagne la plus propice à l'observation d'épisodes de forte pollution particulaire. De plus, cette station dispose en permanence de deux TEOM classiques en PM_{10} et $PM_{2.5}$, information supplémentaire permettant de confirmer l'apport du module RST sur la jauge MP101M.

Une remorque a été mise en place par Airparif à côté de la station (figure 2), permettant la mise en œuvre de la méthode de référence gravimétrique.



Figure 2. Vue d'ensemble des moyens mis en œuvre pour la campagne de Bobigny (Jauges bêta à gauche, TEOM d'Airparif à droite, références gravimétriques à l'arrière plan)

4.1.3 Caractéristiques de la campagne

Les mesures sur le site ont débuté le 25 janvier 2005 et ont été arrêtées le 17 avril 2005 pour les jauges bêta, le 10 avril 2005 pour les Partisol Plus. Elles couvrent une période suffisamment longue de manière à prendre en compte des fluctuations des paramètres météorologiques et cerner éventuellement des épisodes de forte pollution particulaire.

Le tableau V résume les résultats principaux obtenus.

L'exploitation initiale des résultats a été faite en utilisant des indicateurs statistiques usuels (moyenne, écart-type, extrêma et intervalle de confiance à 95%).

Tableau V: Bilan statistique de la 1^{ère} campagne de mesures comparatives entre jauges bêta et références gravimétriques LVS Partisol Plus

Caractéristique	Jauge 1	Jauge 2	Partisol Plus 1	Partisol Plus 2
Nombre de valeurs	74	66	73	69
Moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	34,4	35,5	36,0	34,5
Ecart type ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	14,5	14,5	15,3	14,7
Max ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	76	79	83,1	79,9
Min ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	6	6	7,7	7,2
Intervalle de confiance (95%)	4,1	4,1	4,3	4,2
Nombre de valeurs > VLJ/2	38	39	38	35

Les caractéristiques minimales de la campagne pour la démonstration de l'équivalence de la jauge bêtâ sont remplies :

- au minimum 40 paires de données validées pour la méthode candidate et la méthode de référence doivent être obtenues. Pour la campagne de Bobigny, 63 paires de données de jauges bêtâ ont été obtenues. S'agissant des préleveurs séquentiels, 68 paires de données ont été obtenues. Au final, 48 quatuors de données validées entre le 26/01 et le 06/04/05 ont été obtenus
- au moins 20 % de l'ensemble des données de la campagne doit excéder 50% de la valeur limite journalière VLJ/2 (soit $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Pour la méthode automatique, 62 à 69% des données ont respecté ce critère. Pour la méthode de référence, 69 à 71% des données sont supérieures ou égales à $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

Il est également à noter les 3 points suivants :

- le taux de disponibilité des données par appareil a été respectivement de 89 et 80% pour l'appareil automatique dupliqué et de 96 et 91% pour la référence gravimétrique dupliqué
- une interprétation statistique simple basée sur l'intervalle de confiance à 95% sur la moyenne de la campagne montre une bonne cohérence des résultats. L'appareil automatique dupliqué montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $34,4 \pm 4,1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $35,5 \pm 4,1 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ alors que le préleveur séquentiel de référence montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $36,0 \pm 4,3 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $34,5 \pm 4,2 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$
- le nombre de dépassements de la valeur limite journalière lors de la campagne est le même (à savoir 7) pour les 2 méthodes

4.1.4 Interprétation des résultats

Le suivi chronologique permet de constater l'efficacité du module RST sur la jauge MP101M dans la configuration de la campagne (Figure 3). La sous-estimation quasi-systématique du TEOM PM10 classique (chauffant l'échantillon à 50°C est visible, ainsi que la convergence systématique entre la MP101M RST et le préleveur séquentiel de référence :

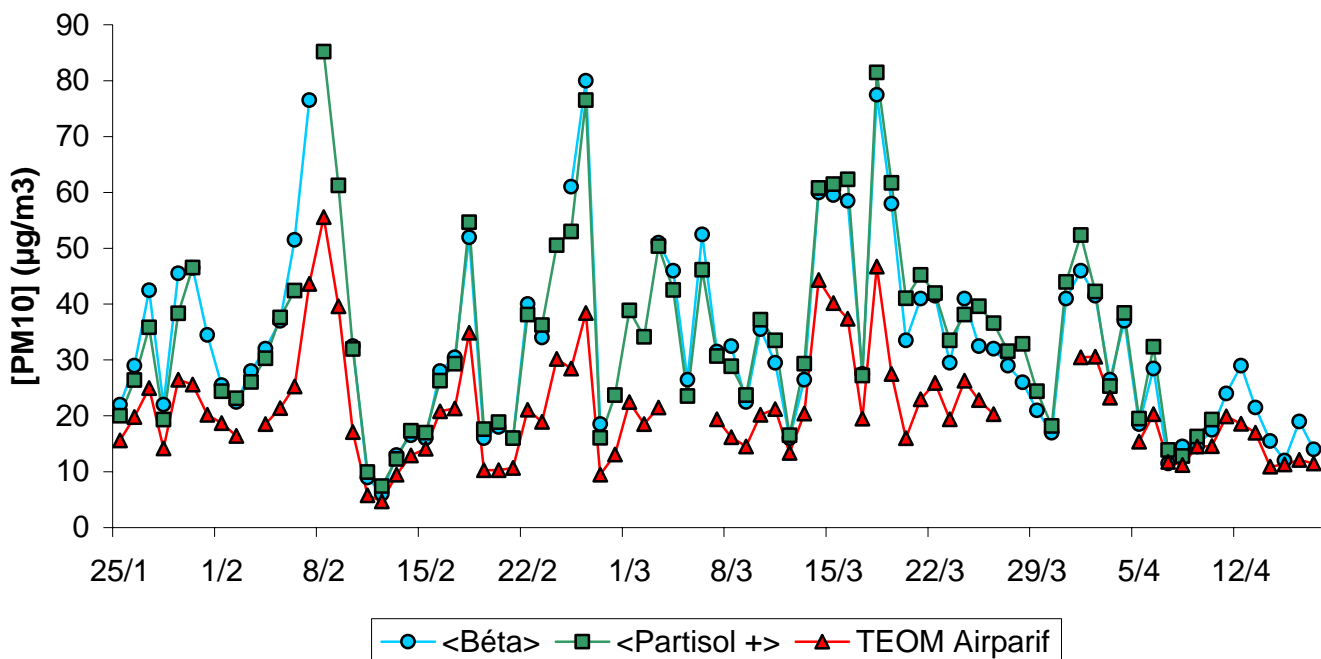


Figure 3 : Profil chronologique des valeurs journalières de la jauge bêtâ MP101M-RST, du préleveur LVS R&P Partisol 2025 et du TEOM PM10 de la station d'Airparif

Les exigences minimales de caractéristiques de campagne demandées par le protocole européen sont respectées :

① Obligation en terme de niveau de concentration en PM₁₀

Cette obligation est respectée (cf. tableau VI) :

Tableau VI: Condition sur le pourcentage de données supérieures à 25 µg.m⁻³.

Exigence	Ensemble des données	Résultat
20 % (au minimum) des données $\geq 25 \mu\text{g.m}^{-3}$	62 à 71 %	Positif

② Obligation en terme de répétabilité intra-méthode (dispersion)

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux VII et VIII :

Tableau VII: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur les données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,48	1,92
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Tableau VIII: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur l'ensemble des données.

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,43	1,88
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Les deux méthodes répondent aux exigences du document européen

La répétabilité de chaque méthode est très bonne, comme le montrent les figures 4 et 5 pour la méthode de référence et les figures 6 et 7 pour la méthode automatique. En effet, dans la mesure où les appareils sont dupliqués, afin d'illustrer la variabilité de la méthode, une courbe de tendance linéaire selon les moindres carrés et passant par l'origine a été placée sur chaque graphique, chaque appareil étant pris alternativement comme référence:

$$\text{RM II} = f(\text{RM I})$$

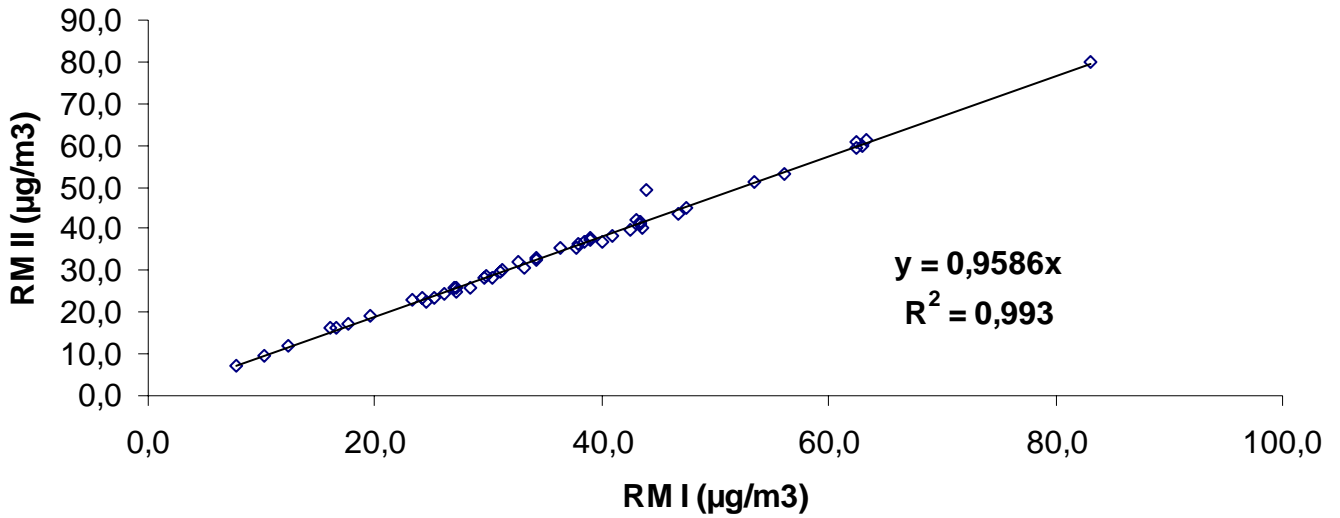


Figure 4 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°I pris comme référence)

$$\text{RM I} = f(\text{RM II})$$

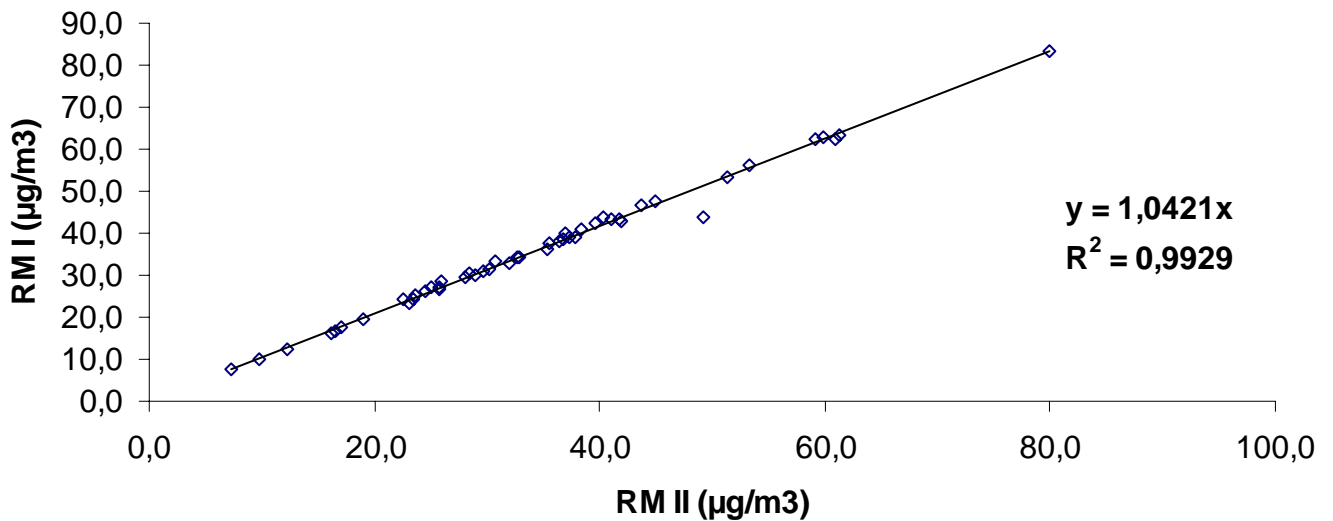


Figure 5 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°II pris comme référence)

La méthode de référence montre des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,995 et l'écart entre appareils dupliqués n'excède pas 5%

$$CM II = f(CMI)$$

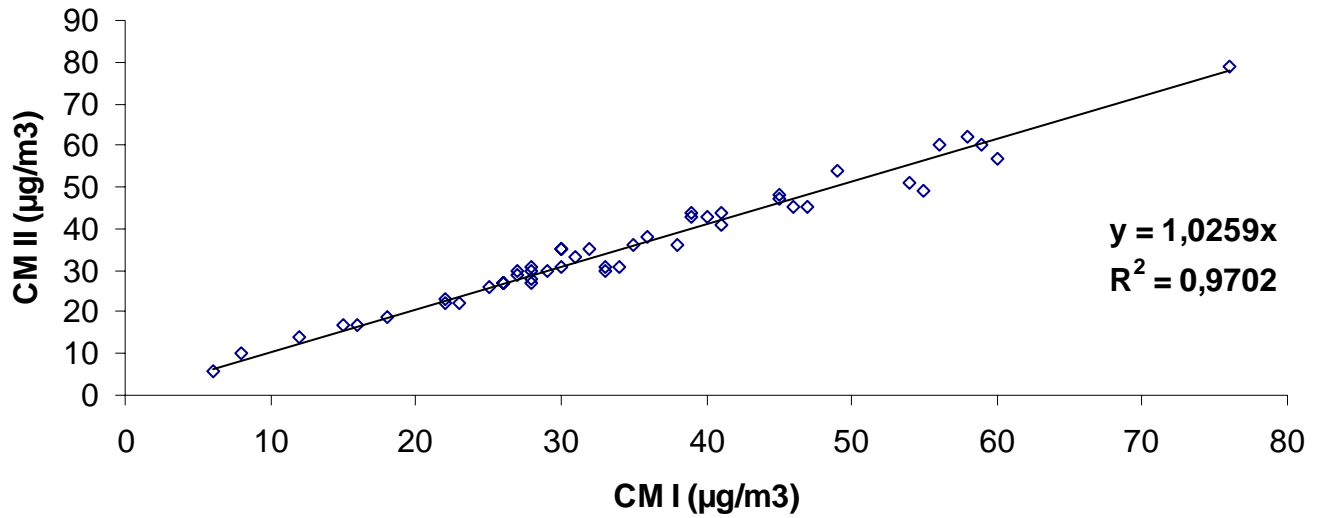


Figure 6 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°I pris comme référence)

$$CM I = f(CMII)$$

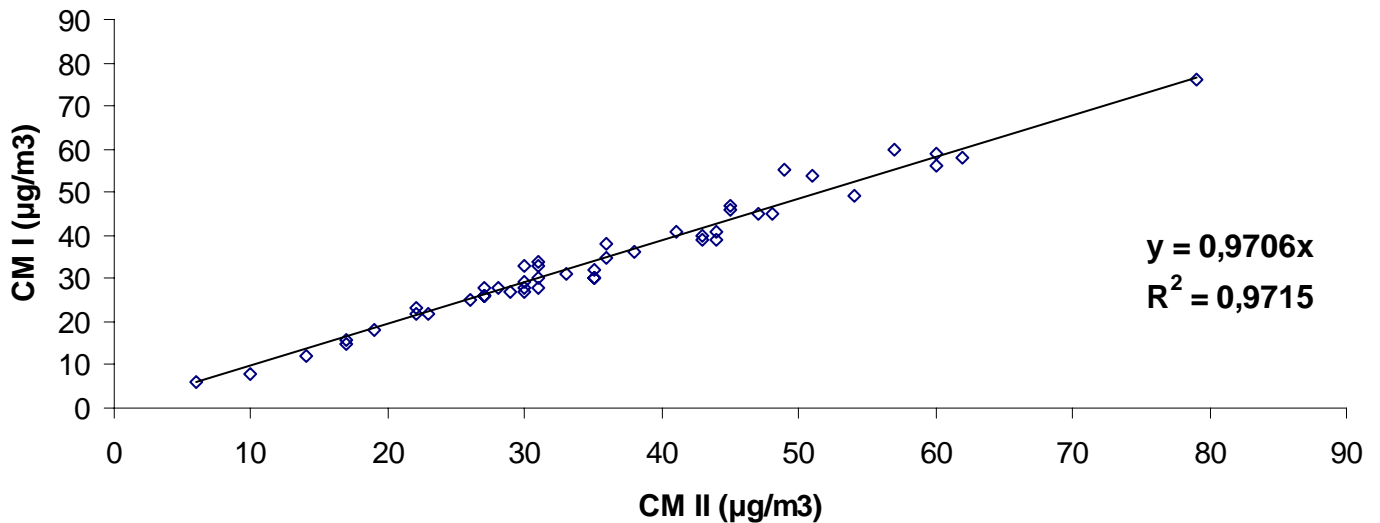


Figure 7 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°II pris comme référence)

La méthode automatique candidate montre également des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,98 et l'écart entre appareils dupliqués n'excède pas 3%. Même si la dispersion de la méthode automatique est un peu plus importante que celle de la méthode de référence, l'écart moyen sur une longue période est un peu plus faible. De même, la méthode par absorption de rayonnement β respecte le critère de répétabilité pour la méthode gravimétrique de référence. Ceci est un élément pouvant être pris en considération s'il est proposé de changer de méthode de référence (passage à un principe de mesure automatique).

③ Comparaison de la méthode candidate avec la méthode de référence

La régression linéaire orthogonale préconisée par le document européen a été appliquée aux valeurs moyennes de chaque méthode, la candidate (CM) par rapport à la référence (RM). La figure 8 illustre le résultat :

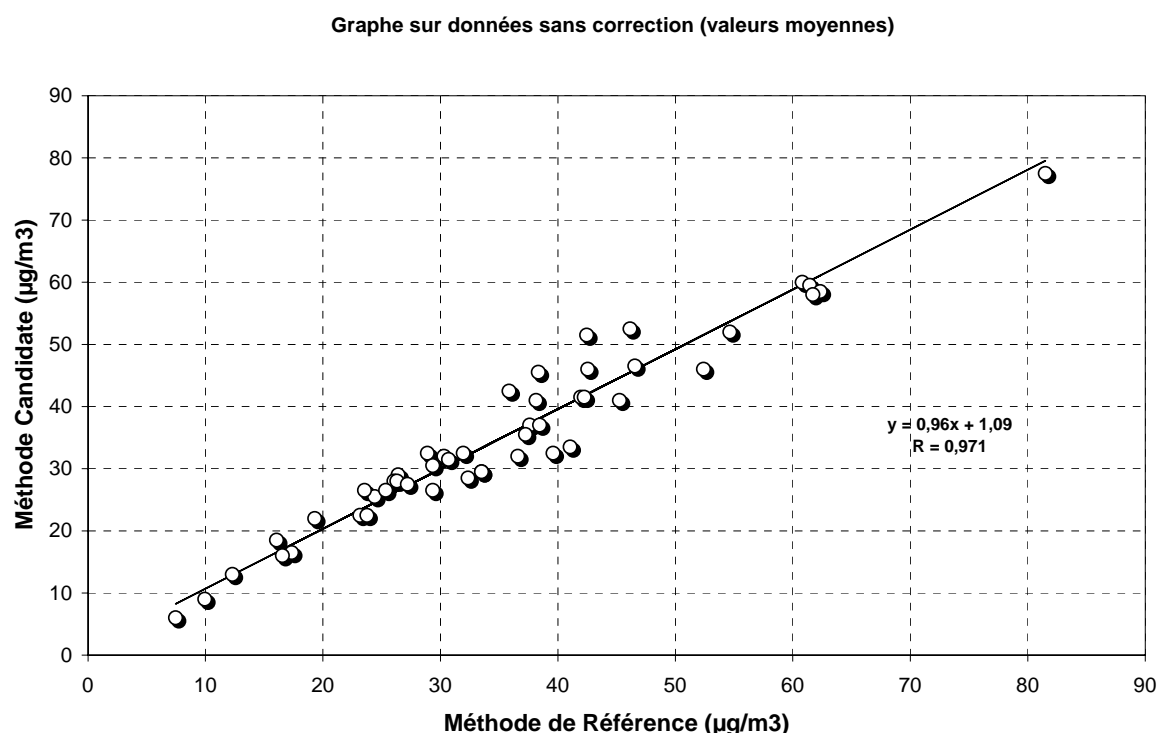


Figure 8 : Régression Linéaire Orthogonale entre les valeurs journalières MP101M-RST et les valeurs journalières du Partisol Plus

Les critères de satisfaction portent sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale. Les résultats sont présentés dans le tableau IX:

Tableau IX: Résultats de la régression linéaire orthogonale entre la méthode candidate et la méthode de référence

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
« b » Pente	$0,96 \pm 0,03$	$0,95 \pm 0,04$
Exigence	$ b-1 \leq 2 u_b$ avec u_b incertitude sur la pente	
Résultats :	Positif	Positif
« a » Ordonnée Origine	$1,09 \pm 1,29$	$1,68 \pm 1,51$
Exigence	$ a \leq 2 u_a$ avec u_a incertitude sur l'ordonnée à l'origine	
Résultat	Positif	Positif

Les exigences du document européen sont respectées, qu'il s'agisse de l'ensemble des données ou du sous-groupe $\geq 15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

④ Incertitude élargie de la méthode candidate à hauteur de la valeur limite journalière

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau X:

Tableau X: Incertitude de la méthode candidate MP101M-RST pour la campagne de Bobigny

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
Nombre d'échantillons	49	45
Incertitude relative élargie (au niveau de $50 \mu\text{g.m}^{-3}$)	13,2 %	13,5 %
Exigence	$\leq 25 \%$	$\leq 25 \%$
Résultat	Positif	Positif

4.1.5 Conclusion

En ce qui concerne la campagne de mesure « équivalence » menée à Bobigny de janvier à avril 2005, la technique MP101M-RST PM₁₀ dans la configuration étudiée (mode d'accumulation journalier) respecte l'ensemble des exigences du document « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods ».

4.2 CAMPAGNE DE MARSEILLE

4.2.1 Moyens mis en œuvre

Les appareils mis en œuvre lors de la campagne de Marseille étaient dans la même configuration que pour la campagne de Bobigny :

- 2 préleveurs séquentiels Partisol 2025 de marque Rupprecht et Patashnick, utilisés en mode de prélèvement journalier avec une tête américaine PM₁₀ fonctionnant à 1 m³.h⁻¹, et installés à l'intérieur d'un abri autonome.
- 2 analyseurs radiométriques MP101M-RST

Les analyses gravimétriques ont été effectuées par l'INERIS dans une chambre de pesée contrôlée en température (20 ± 1)°C et en humidité relative de (50 ± 3)%. Les filtres ont été pesés sur une microbalance METTLER Toledo, modèle MT5 (précision d'affichage ± 1 µg). La difficulté majeure a été d'assurer des temps de transfert (aller-retours) suffisamment courts entre Marseille et Verneuil en Halatte pour fournir à temps les filtres vierges et garder une température d'échantillon stable (afin de limiter les pertes en composés volatils).

La configuration de l'appareil automatique dupliquée est décrite au paragraphe 3.2

4.2.2 Site d'étude

La station d'AIRMARAIX utilisée dans le cadre de cette campagne de mesure, est la station « 5 Avenues », de type urbain, située au centre de Marseille :



Figure 9. Emplacement du site de Marseille (station « 5 Avenues ») du réseau AIRMARAIX

Il a été choisi la même période de campagne que pour Bobigny (de Janvier à Mars) qui s'avère selon l'expérience de l'AASQA sur ce site également favorable à l'observation d'épisodes élevés de pollution particulaire.

Un abri autonome a été mis en place par AIRMARAIX à côté de la station (figure 10), permettant la mise en œuvre de la méthode de référence gravimétrique.



Figure 10. Vue d'ensemble des moyens mis en œuvre pour la campagne de Marseille (Jauges bêta en front, références gravimétriques dans l'abri autonome à l'arrière plan)

4.2.3 Caractéristiques de la campagne

Les mesures sur le site couvrent la période du 21 décembre 2005 au 13 avril 2006. Elles couvrent une période suffisamment longue de manière à prendre en compte des fluctuations des paramètres météorologiques et cerner éventuellement des épisodes de pollution particulaire élevés.

Le tableau XI résume les résultats principaux obtenus.

L'exploitation initiale des résultats a été faite en utilisant des indicateurs statistiques usuels (moyenne, écart-type, extrêma et intervalle de confiance à 95%).

Tableau XI: Bilan statistique de la 2^{ème} campagne de mesures comparatives entre jauges bêta et références gravimétriques LVS Partisol Plus

Caractéristique	Jauge 1	Jauge 2	Partisol Plus 1	Partisol Plus 2
Nombre de valeurs	106	87	63	63
Moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	27,1	25,9	27,9	27,2
Ecart type ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	13,9	13,3	13,4	13,1
Max ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	59	57	63,6	60,1
Min ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	3	4	5	4,6
Intervalle de confiance (95%)	3,9	3,8	3,8	3,7
Nombre de valeurs > VLJ/2	44%	40%	50%	48%

Les caractéristiques minimales de la campagne pour la démonstration de l'équivalence de la jauge bêta sont remplies :

- au minimum 40 paires de données validées pour la méthode candidate et la méthode de référence doivent être obtenues. Pour la campagne de Marseille, 80 paires de données de jauges bêta ont été obtenues. S'agissant des préleveurs séquentiels, 73 paires de données ont été obtenues. Au final, 48 quatuors de données validées entre le 21/12/05 et le 13/04/06 ont été obtenus
- au moins 20 % de l'ensemble des données de la campagne doit excéder 50% de la valeur limite journalière VLJ/2 (soit $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Pour la méthode automatique, 40 à 44% des données ont respecté ce critère. Pour la méthode de référence, 48 à 50% des données sont supérieures ou égales à $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

Il est également à noter les 3 points suivants :

- le taux de disponibilité des données par appareil a été respectivement de 76 et 93% pour l'appareil automatique dupliqué et de 59% pour la référence gravimétrique dupliqué
- une interprétation statistique simple basée sur l'intervalle de confiance à 95% sur la moyenne de la campagne montre une bonne cohérence des résultats. L'appareil automatique dupliqué montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $27,1 \pm 3,9 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $25,9 \pm 3,8 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ alors que le préleveur séquentiel de référence montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $27,9 \pm 3,8 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $27,2 \pm 3,7 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$
- le nombre de dépassements de la valeur limite journalière lors de la campagne est respectivement de 5 pour les 2 appareils automatiques, de 4 et 5 pour les préleveurs de référence

4.2.4 Interprétation des résultats

Le suivi chronologique permet de constater l'efficacité du module RST sur la jauge MP101M dans la configuration de la campagne (Figure 11). La convergence systématique entre la MP101M RST et le préleveur séquentiel de référence est observée:

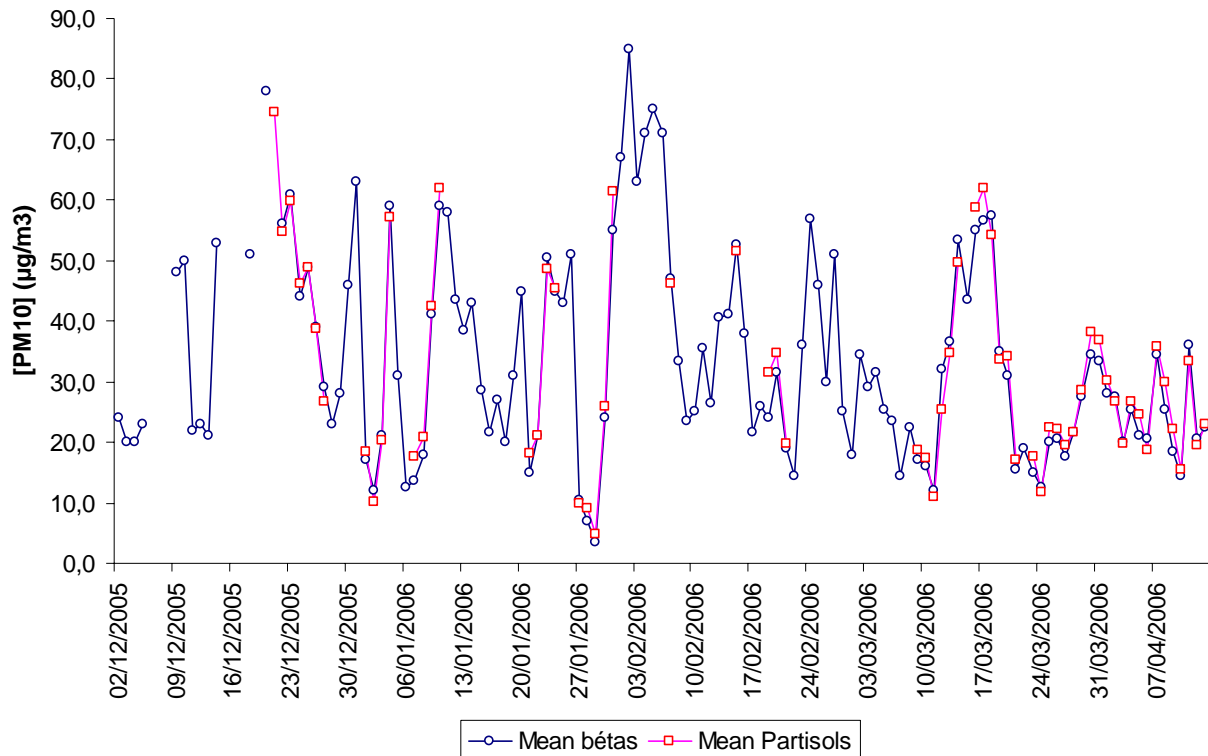


Figure 11 : Profil chronologique des valeurs journalières de la jauge bêta MP101M-RST et du préleveur LVS R&P Partisol 2025 de la station d'Airmaraix

Les exigences minimales de caractéristiques de campagne demandées par le protocole européen sont respectées :

❶ Obligation en terme de niveau de concentration en PM₁₀

Cette obligation est respectée (cf. tableau XII) :

Tableau XII: Condition sur le pourcentage de données supérieures à 25 µg.m⁻³.

Exigence	Ensemble des données	Résultat
20 % (au minimum) des données $\geq 25 \mu\text{g.m}^{-3}$	40 à 50 %	Positif

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

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux XIII et XIV :

Tableau XIII: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur les données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,27	1,69
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Tableau XIV: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur l'ensemble des données.

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,21	1,65
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Les deux méthodes répondent aux exigences du document européen.

La répétabilité de chaque méthode est très bonne, comme le montrent les figures 12 et 13 pour la méthode de référence et les figures 14 et 15 pour la méthode automatique. En effet, dans la mesure où les appareils sont dupliqués, afin d'illustrer la variabilité de la méthode, une courbe de tendance linéaire selon les moindres carrés et passant par l'origine a été placée sur chaque graphique, chaque appareil étant pris alternativement comme référence:

Référence 2 = f(Référence 1)

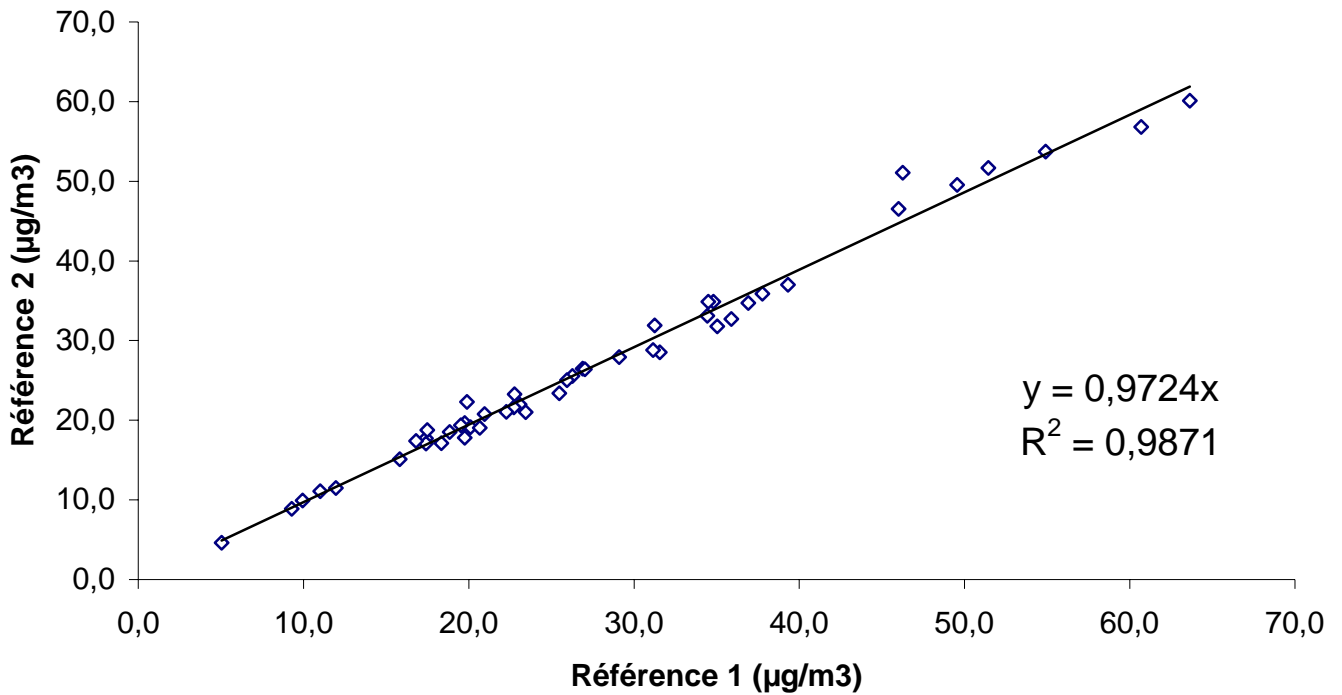


Figure 12 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°I pris comme référence)

Référence 1 = f(Référence 2)

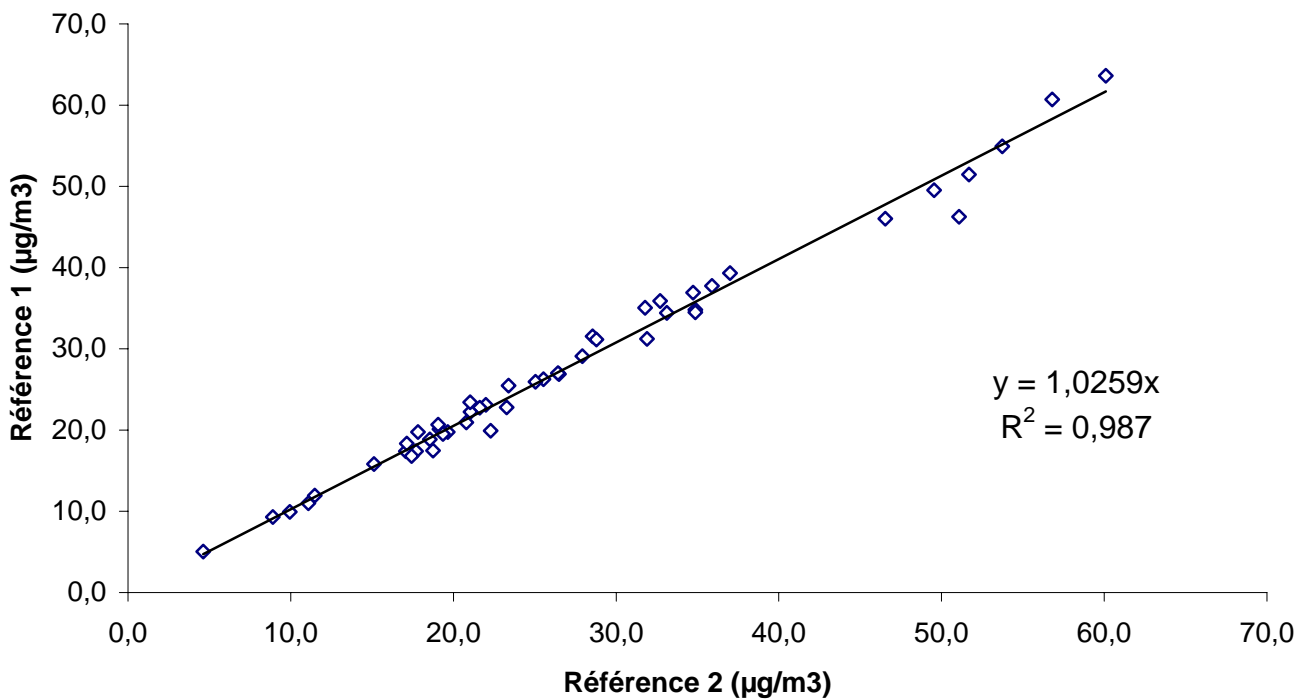


Figure 13 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°II pris comme référence)

La méthode de référence montre des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,993 et l'écart entre appareils dupliqués n'excède pas 3%

PM10 Beta 2 = f(PM10 Béta 1)

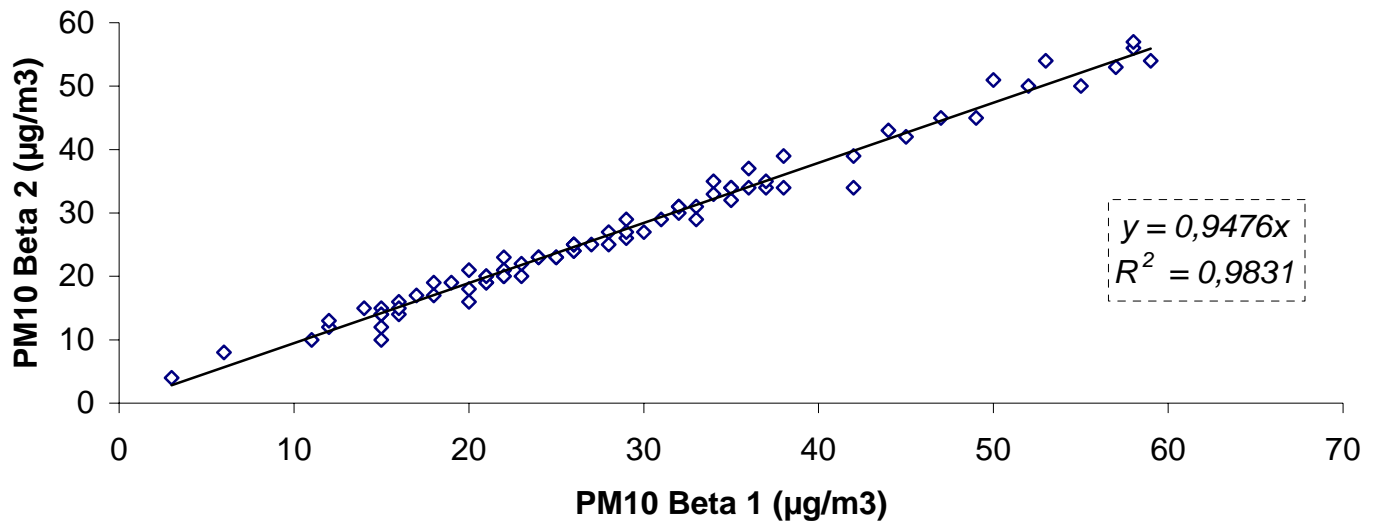


Figure 14 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°I pris comme référence)

PM10 Beta 1 =f(PM10 Beta 2)

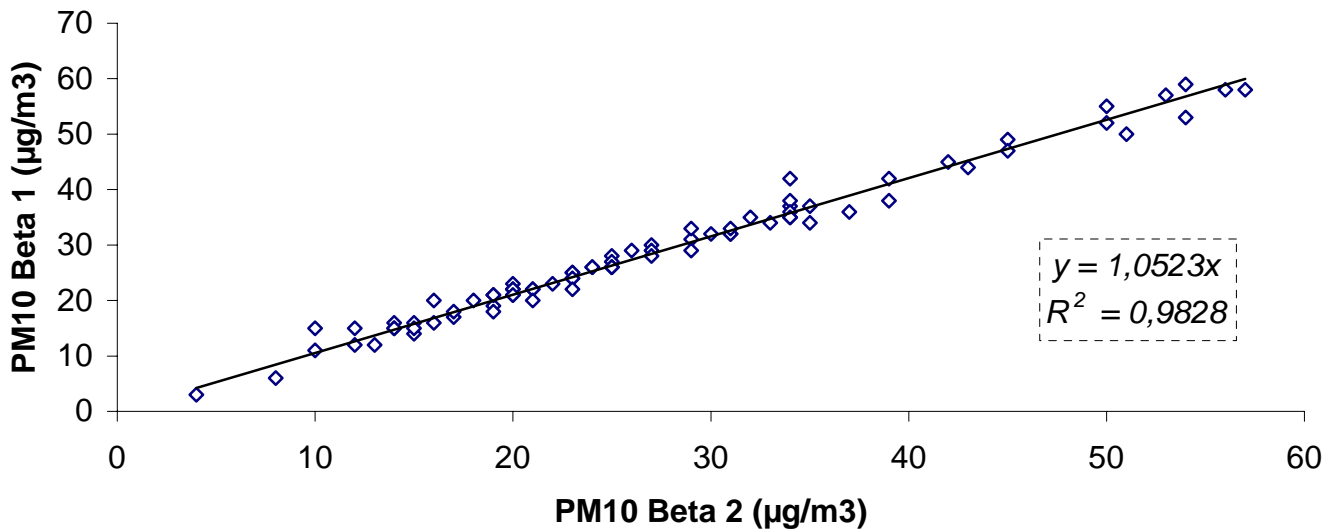


Figure 15 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°II pris comme référence)

La méthode automatique candidate montre également des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,991 et l'écart entre appareils dupliqués est de l'ordre de 5%. La dispersion de la méthode automatique est un peu plus importante que celle de la méthode de référence, de même que l'écart moyen sur l'ensemble de la campagne. Cependant, comme pour la campagne de Bobigny, la méthode par absorption de rayonnement β respecte le critère de répétabilité pour la méthode gravimétrique de référence.

③ Comparaison de la méthode candidate avec la méthode de référence

La régression linéaire orthogonale préconisée par le document européen a été appliquée aux valeurs moyennes de chaque méthode, la candidate (CM) par rapport à la référence (RM). La figure 16 illustre le résultat :

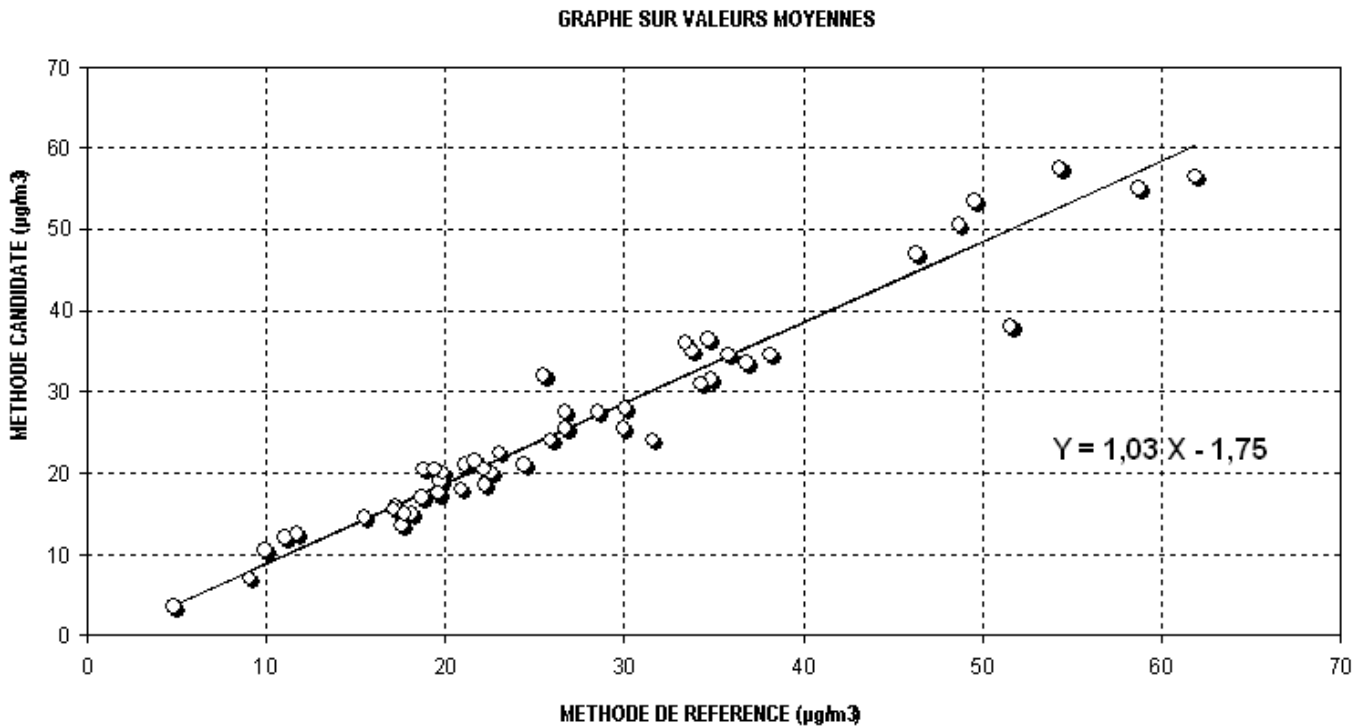


Figure 16 : Régression Linéaire Orthogonale entre les valeurs journalières MP101M-RST et les valeurs journalières du Partisol Plus

Les critères de satisfaction portent sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale. Les résultats sont présentés dans le tableau XV :

Tableau XV: Résultats de la régression linéaire orthogonale entre la méthode candidate et la méthode de référence

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM_{10})
« b » Pente	$1,03 \pm 0,03$	$1,04 \pm 0,04$
Exigence	$ b-1 \leq 2 u_b$ avec u_b incertitude sur la pente	
Résultats :	Positif	Positif
« a » Ordonnée Origine	$-1,75 \pm 0,88$	$-2,28 \pm 1,64$
Exigence	$ a \leq 2 u_a$ avec u_a incertitude sur l'ordonnée à l'origine	
Résultat	Positif	Positif

Les exigences du document européen sont respectées, qu'il s'agisse de l'ensemble des données ou du sous-groupe supérieur à $15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

④ Incertitude élargie de la méthode candidate à hauteur de la valeur limite journalière

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau XVI:

Tableau XVI: Incertitude de la méthode candidate MP101M-RST pour la campagne de Marseille

	Ensemble des données	Données supérieures à $15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM_{10})
Nombre d'échantillons	48	23
Incertitude relative élargie (au niveau de $50 \mu\text{g.m}^{-3}$)	13,2 %	12,6 %
Exigence	$\leq 25 \%$	$\leq 25 \%$
Résultat	Positif	Positif

4.2.5 Conclusion

En ce qui concerne la campagne de mesure « équivalence » menée à Marseille de Décembre 2005 à Avril 2006, la technique MP101M-RST PM_{10} dans la configuration étudiée (mode d'accumulation journalier) respecte l'ensemble des exigences du document « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods ».

4.3 CAMPAGNE D'AARSCHOT (BELGIQUE)

4.3.1 Moyens mis en œuvre

Cette campagne est le résultat d'une collaboration entre le LCSQA - Ecole des Mines de Douai et les organismes belges responsables de la mesure de la qualité de l'air dans leurs régions respectives, à savoir:

- le Vlaamse MilieuMaatschappij (VMM - Agence flamande pour l'environnement) pour la région flamande
- l'Institut Scientifique de Service Public (ISSeP) pour la région wallonne
- l'Institut Bruxellois pour la Gestion de l'Environnement (IBGE-BIM) pour Bruxelles et sa région

Les objectifs de la campagne étaient multiples:

- la contribution à la démonstration de l'équivalence d'appareils automatiques de mesure des PM₁₀ (TEOM-FDMS et MP101M – RST), dans le cadre du Club « Demonstration of Equivalence » créé à l'initiative française en Juillet 2005
- la réalisation d'un exercice d'intercomparaison entre les laboratoires belges de pesée de filtres (VMM et ISSeP)
- le test de média filtrants en fibres de quartz de divers fournisseurs (Macherey-Nagel, Whatman). Seuls les résultats obtenus avec les filtres Macherey-Nagel ont été retenus, cette marque étant celle bénéficiant de la plus longue expérience de la part des organismes belges de pesée.
- le test d'une technique de mesure optique (Compteurs Optiques de Particules GRIMM)
- la promotion d'échange d'informations techniques aux niveaux national et international

Les appareils mis en œuvre lors de la campagne d'Aarschot étaient dans la configuration suivante :

- 6 préleveurs séquentiels SEQ 47/50 de marque Leckel (avec tête européenne PM₁₀ à 2,3 m³/h) et tous installés à l'extérieur. Ces appareils étaient gérés par le VMM et l'ISSeP
- 2 analyseurs radiométriques MP101M-RST (avec tête européenne PM₁₀ à 1 m³/h de la marque Digital Electronik), tous les 2 installés à l'extérieur. Ces appareils étaient gérés par le LCSQA-EMD. La configuration de l'appareil automatique dupliqué MP101M-RST du LCSQA-EMD est décrite au paragraphe 3.2
- 2 analyseurs radiométriques MP101M-RST (avec tête européenne PM₁₀ à 1 m³/h de la marque Digital Electronik), tous les 2 installés à l'intérieur d'un laboratoire mobile. Ces appareils étaient gérés par l'ISSeP. 1 appareil avait la même configuration que celle de l'appareil automatique du LCSQA-EMD, l'autre était dans une configuration de cycle de 6h (4 valeurs pour la moyenne journalière)
- 2 TEOM-FDMS avec tête américaine PM₁₀ à 1 m³/h (1 en station de mesure fixe, 1 en laboratoire mobile), 1 géré par le VMM, 1 géré par l'IBGE-BIM
- 1 TEOM 50°C « classique » avec tête américaine PM₁₀ à 1 m³/h (en laboratoire mobile) géré par le VMM
- 1 jauge radiométrique TEI FAH 62C avec tête américaine PM₁₀ à 1 m³/h (en station de mesure fixe) géré par le VMM
- 2 Compteurs Optiques de Particules Grimm (1 modèle G165 et 1 modèle G180) avec tête allemande TSP à 1,2 L/min (1 en station géré par le VMM, 1 en extérieur géré par l'ISSeP)

Les analyses gravimétriques ont été effectuées par le VMM et l'ISSeP dans une chambre de pesée contrôlée en température (20 ± 1)°C et en humidité relative de (50 ± 3)%, sur la base du protocole de pesée de la norme EN 14907.

Seuls les résultats obtenus par les appareils gérés par le LCSQA-EMD sont présentés dans ce rapport.

4.3.2 Site d'étude

La station de l'Agence flamande pour l'environnement VMM utilisée dans le cadre de cette campagne de mesure, est la station d'Aarschot, de type périurbaine, située en périphérie de la ville d'Aarschot (Province du Brabant Flamand). Cette station dispose de suffisamment d'espace pour accueillir l'ensemble des appareillages impliqués dans la campagne:

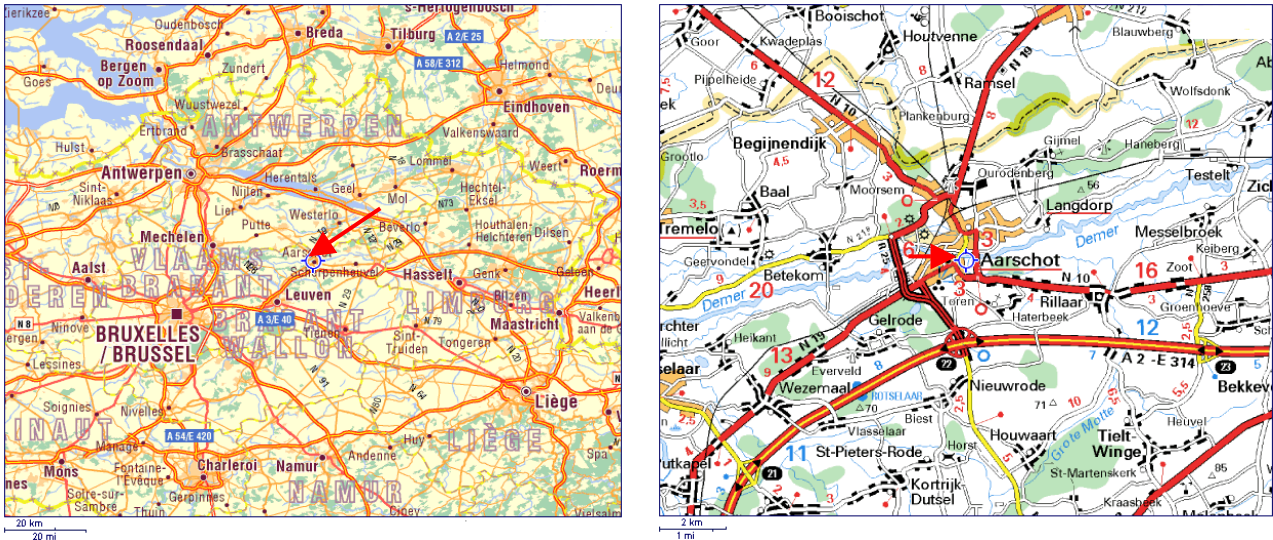


Figure 17. Emplacement de la station d'Aarschot du VMM

Pour cette campagne, la période de mai-juin a été choisie selon l'expérience du VMM qui estime cette période de l'année comme propice à l'observation d'épisodes de forte pollution particulaire d'origine photo-chimique (formation d'aérosol secondaire). Une plate-forme a été mise en place par le VMM à côté de la station (figures 18 et 18^{bis}), permettant la mise en œuvre des appareils de référence gravimétrique, des jauges radiométriques du LCSQA-EMD et d'un Compteur Optique de Particules Grimm :



Figure 18. Vue d'ensemble des moyens mis en œuvre pour la campagne d'Aarschot (Jauges bêta LCSQA-EMD et références gravimétriques Leckel sur la plate-forme)



Figure 18^{bis}. Jauges bêta LCSQA-EMD et références gravimétriques Leckel sur la plate-forme d'Aarschot

4.3.3 Caractéristiques de la campagne

Les mesures sur le site couvrent la période du 10 mai au 24 juin 2006. Elles couvrent une période suffisamment longue de manière à prendre en compte des fluctuations des paramètres météorologiques et cerner éventuellement des épisodes de pollution particulaire élevés.

Le tableau XVII résume les résultats principaux obtenus.

L'exploitation initiale des résultats a été faite en utilisant des indicateurs statistiques usuels (moyenne, écart-type, extréma et intervalle de confiance à 95%).

Tableau XVII: Bilan statistique de la 3^{ème} campagne de mesures comparatives entre jauges bêta et références gravimétriques LVS Leckel

Caractéristique	Jauge 1	Jauge 2	Leckel 1	Leckel 2
Nombre de valeurs	43	43	43	43
Moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	21,7	21,3	22,4	22,5
Ecart type ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	13,3	12,9	13,0	13,5
Max ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	58,0	61,0	57,0	56,0
Min ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	8,0	8,0	7,7	7,0
Intervalle de confiance (95%)	4,0	3,8	3,9	4,0
Nombre de valeurs > VLJ/2	12	11	12	13

Les caractéristiques minimales de la campagne pour la démonstration de l'équivalence de la jauge bêta sont remplies :

- au minimum 40 paires de données validées pour la méthode candidate et la méthode de référence doivent être obtenues. Pour la campagne d'Aarschot, 53 paires de données de jauges bêta ont été obtenues. S'agissant des préleveurs séquentiels, 46 paires de données ont été obtenues. Au final, 45 quatuors de données validées entre le 10 mai et le 24 juin 2006 ont été obtenus

- au moins 20 % de l'ensemble des données de la campagne doit excéder 50% de la valeur limite journalière VLJ/2 (soit $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Pour la méthode automatique, 32 à 36% des données ont respecté ce critère. Pour la méthode de référence, 41% des données sont supérieures ou égales à $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

Il est également à noter les 3 points suivants :

- le taux de disponibilité des données par appareil a été respectivement de 96 et 98% pour l'appareil automatique dupliqué et de 96 et 98% pour la référence gravimétrique dupliqué

- une interprétation statistique simple basée sur l'intervalle de confiance à 95% sur la moyenne de la campagne montre une bonne cohérence des résultats. L'appareil automatique dupliqué montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $21,7 \pm 4,0 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $21,3 \pm 3,8 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ alors que le préleveur séquentiel de référence montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $22,4 \pm 3,9 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $22,5 \pm 4,0 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

- le nombre de dépassements de la valeur limite journalière lors de la campagne est le même (à savoir 7) pour les 4 appareils

4.3.4 Interprétation des résultats

Le suivi chronologique permet de constater l'efficacité du module RST sur la jauge MP101M dans la configuration de la campagne (Figure 19). La convergence systématique entre la MP101M RST et le préleveur séquentiel de référence est observée:

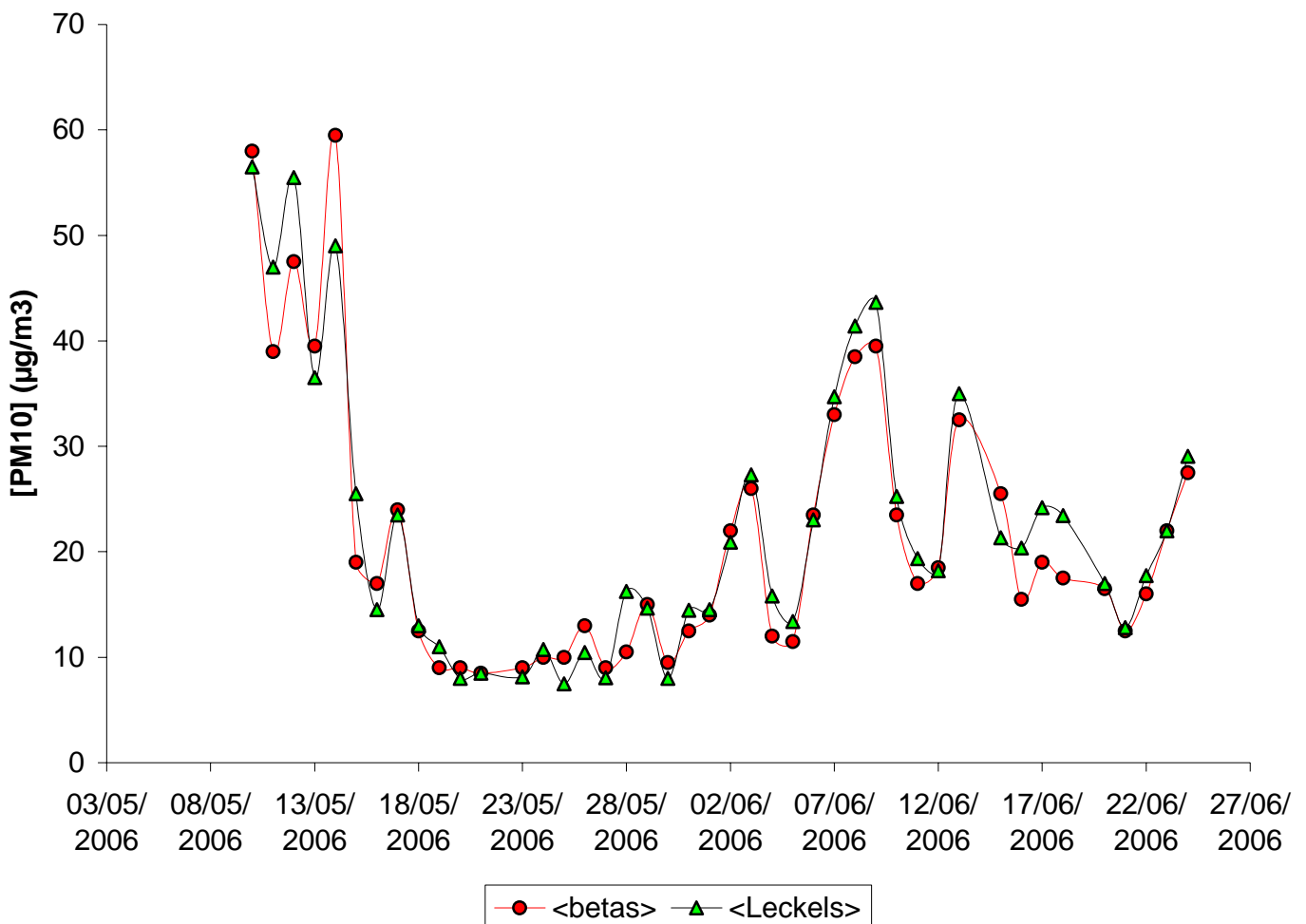


Figure 19 : Profil chronologique des valeurs journalières de la jauge bêta MP101M-RST et du préleveur LVS Leckel 47/50 sur le site d'Aarschot

Les exigences minimales de caractéristiques de campagne demandées par le protocole européen sont respectées :

❶ Obligation en terme de niveau de concentration en PM₁₀

Cette obligation est respectée (cf. tableau XVIII) :

Tableau XVIII: Condition sur le pourcentage de données supérieures à 25 µg.m⁻³.

Exigence	Ensemble des données	Résultat
20 % (au minimum) des données $\geq 25 \mu\text{g.m}^{-3}$	30 à 33 %	Positif

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

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux XIX et XX :

Tableau XIX: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur les données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	2,05	1,55
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Négatif	Positif

Tableau XX: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur l'ensemble des données

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,90	1,35
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Seule la méthode automatique répond aux 2 exigences du document européen. Dans le cas de la répétabilité pour les données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$, la méthode de référence est pénalisée par une forte proportion de valeurs inférieures à ce seuil (environ 24%), ce qui influence sur le plan statistique. Ceci peut être une suggestion d'amélioration pour le Document Européen : dans le cas de campagnes donnant une valeur moyenne assez basse (ex : $20 \mu\text{g.m}^{-3}$), le seuil pourrait être abaissé à $10 \mu\text{g.m}^{-3}$ au lieu de $15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (dans le cas présent, le test serait positif puisque la répétabilité intra-méthode obtenue serait de $2,00 \mu\text{g.m}^{-3}$)

La répétabilité de chaque méthode est tout de même satisfaisante, comme le montrent les figures 20 et 21 pour la méthode de référence et les figures 14 et 15 pour la méthode automatique. En effet, dans la mesure où les appareils sont dupliqués, afin d'illustrer la variabilité de la méthode, une courbe de tendance linéaire selon les moindres carrés et passant par l'origine a été placée sur chaque graphique, chaque appareil étant pris alternativement comme référence:

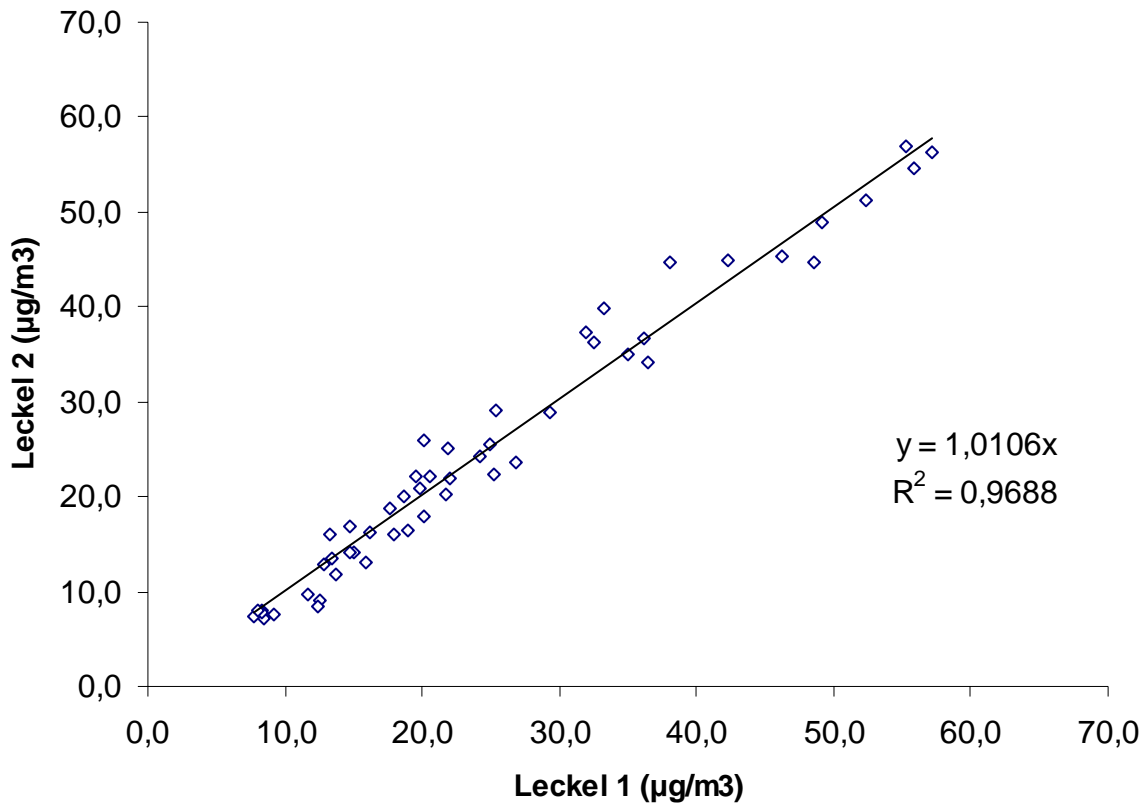


Figure 20 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°I pris comme référence)

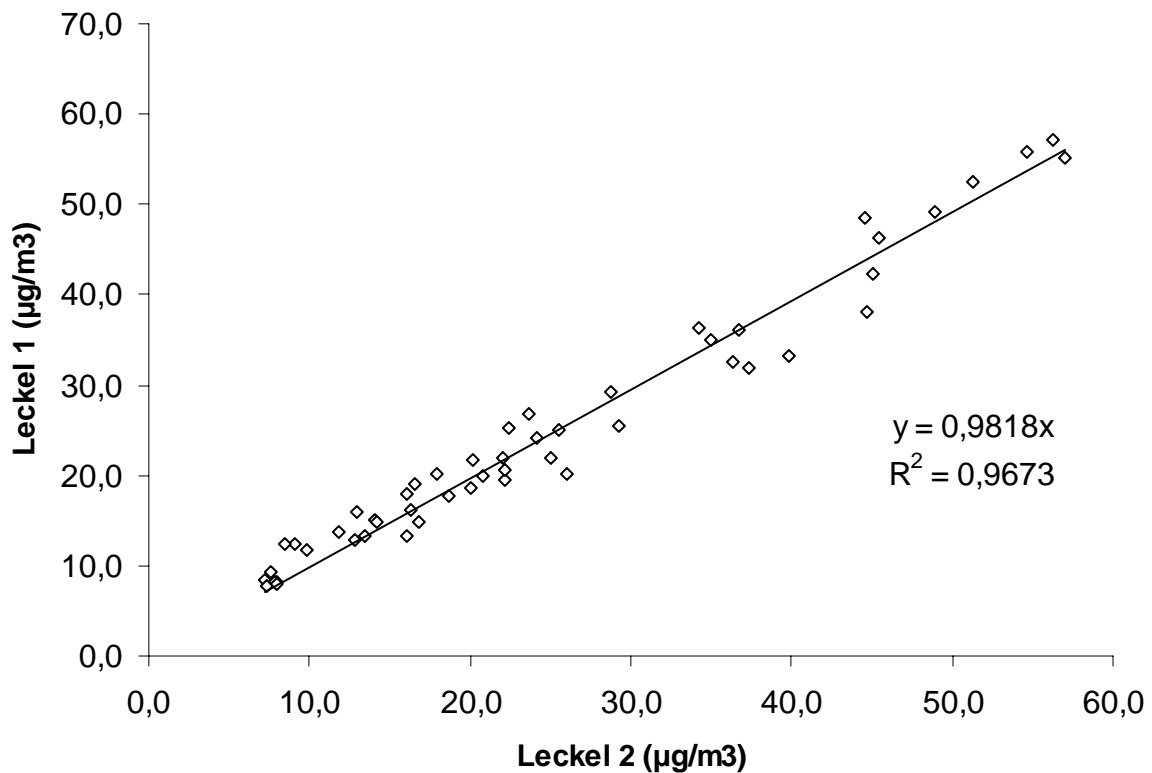


Figure 21 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (appareil n°II pris comme référence)

La méthode de référence montre des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,993 et l'écart entre appareils dupliqués n'excède pas 2%

Beta 2 = f(Beta 1)

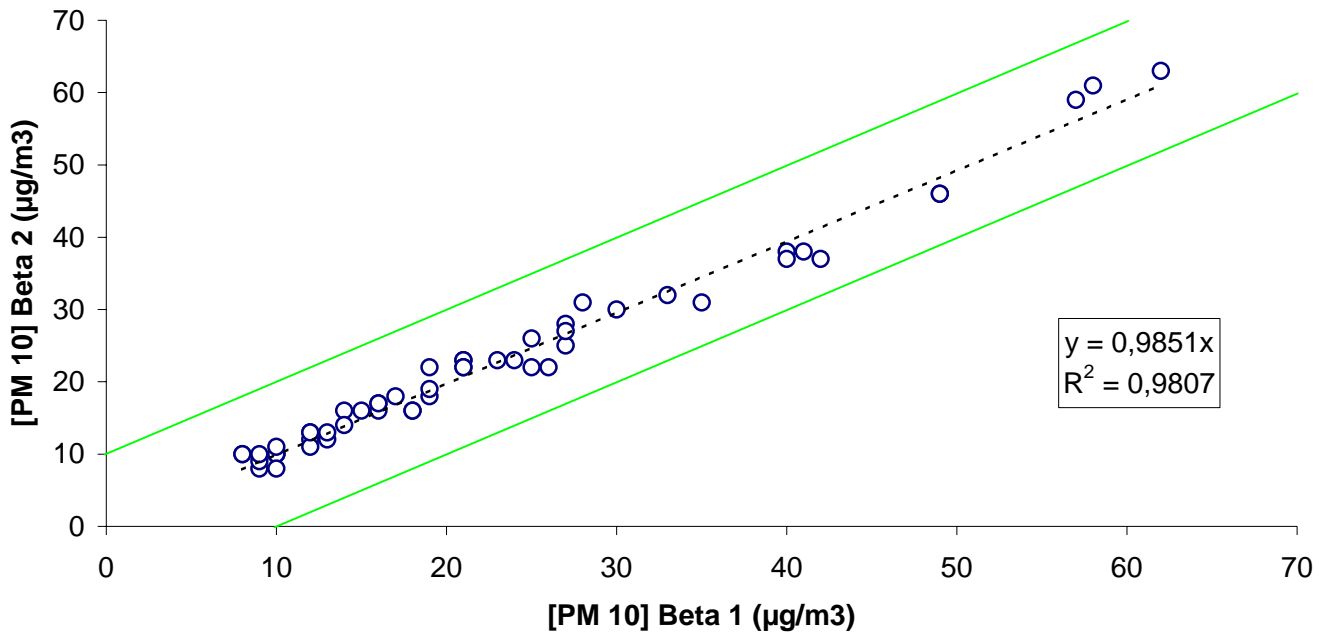


Figure 22 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°I pris comme référence)

Beta 1 = f(Beta 2)

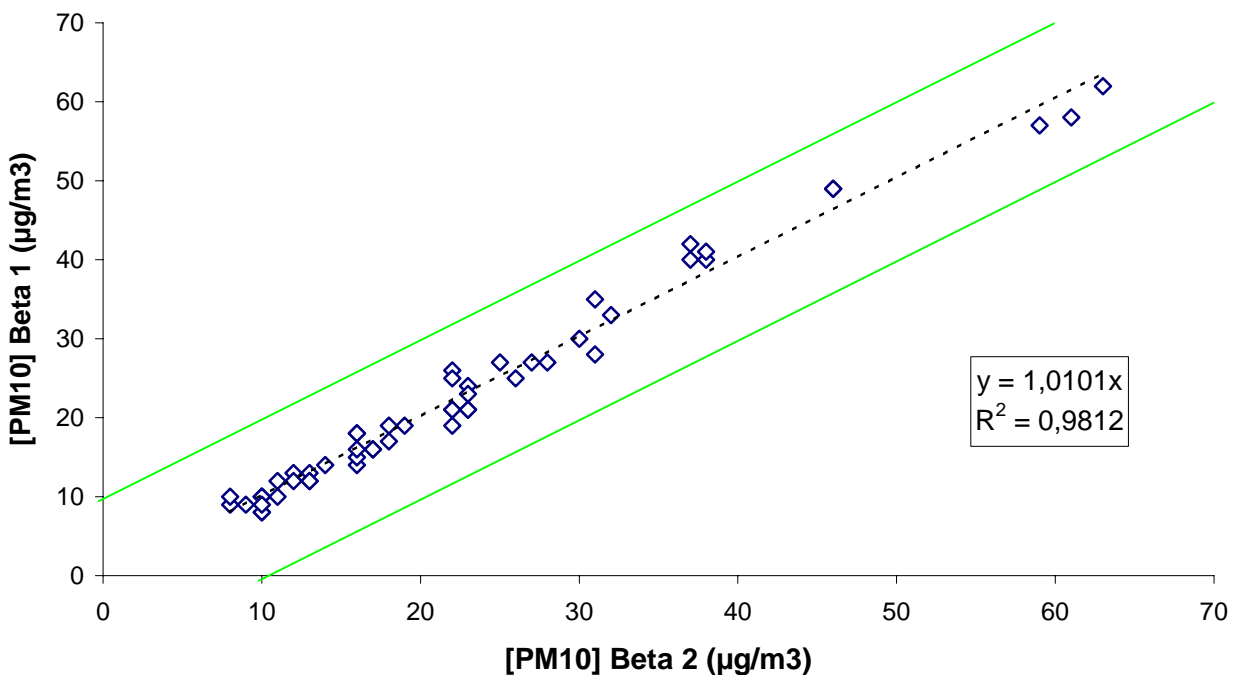


Figure 23 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°II pris comme référence)

La méthode automatique candidate montre également des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,99 et l'écart entre appareils dupliqués est de l'ordre de 2%. La dispersion de la méthode automatique est un peu moins importante que celle de la méthode de référence. Ceci est un élément pouvant être pris en considération si il est proposé de changer de méthode de référence (passage à un principe de mesure automatique).

③ Comparaison de la méthode candidate avec la méthode de référence

La régression linéaire orthogonale préconisée par le document européen a été appliquée aux valeurs moyennes de chaque méthode, la candidate par rapport à la référence. La figure 24 illustre le résultat :

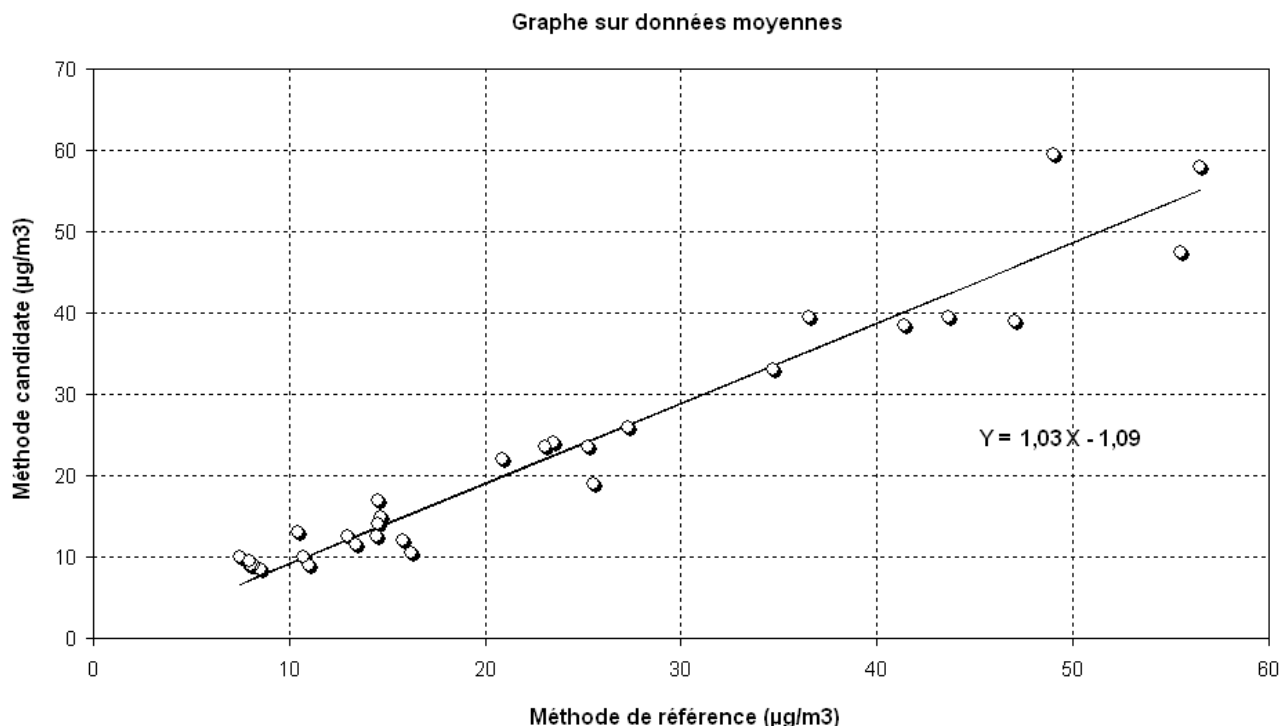


Figure 24 : Régression Linéaire Orthogonale entre les valeurs journalières MP101M-RST et les valeurs journalières du Leckel

Les critères de satisfaction portent sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale. Les résultats sont présentés dans le tableau XXI:

Tableau XXI: Résultats de la régression linéaire orthogonale entre la méthode candidate et la méthode de référence

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
« b » Pente	$1,03 \pm 0,05$	$1,12 \pm 0,08$
Exigence	$ b-1 \leq 2 u_b$ avec u_b incertitude sur la pente	
Résultats :	Positif	Positif
« a » Ordonnée Origine	$-1,09 \pm 1,17$	$-4,70 \pm 2,45$
Exigence	$ a \leq 2 u_a$ avec u_a incertitude sur l'ordonnée à l'origine	
Résultat	Positif	Positif

Les exigences du document européen sont respectées, qu'il s'agisse de l'ensemble des données ou du sous-groupe $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$.

④ Incertitude élargie de la méthode candidate à hauteur de la valeur limite journalière

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau XXII:

Tableau XXII: Incertitude de la méthode candidate MP101M-RST pour la campagne d'Aarschot

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
Nombre d'échantillons	43	28
Incertitude relative élargie (au niveau de $50 \mu\text{g.m}^{-3}$)	13,8 %	18,6 %
Exigence	$\leq 25 \%$	$\leq 25 \%$
Résultat	Positif	Positif

4.3.5 Conclusion

En ce qui concerne la campagne de mesure « équivalence » menée à Aarschot de Mai à Juin 2006, la technique MP101M-RST PM₁₀ dans la configuration étudiée (mode d'accumulation journalier) respecte l'ensemble des exigences du document « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods ».

4.4 CAMPAGNE DE MONTEROTONDO (ITALIE)

Suite à la demande de la société Environnement SA auprès du gouvernement italien d'une évaluation de son appareil MP101M-RST, une campagne de mesure a été effectuée par le Laboratoire National de Référence dans le domaine de la Qualité de l'Air (Consiglio Nazionale delle Ricerche, Istituto sull'Inquinamento Atmosferico – CNR-IIA) du 24/06/2003 au 11/01/2004. L'objectif de la campagne était de montrer la compatibilité de performance (notion d'équivalence de l'époque) avec la méthode de référence requise par décret sur le plan national (décret ministériel n°60 du 02-04-2002, en application des Directives Européennes 99/30/CE et 2000/69/CE). Cette campagne a fait l'objet d'un rapport technique [6] dont les principaux résultats sont exposés ci-après.

4.4.1 Moyens mis en œuvre

Les appareils mis en œuvre lors de cette campagne étaient les suivants:

- 1 préleveur manuel de référence (avec tête européenne PM_{10} à $2,3 \text{ m}^3/\text{h}$) conçu par le CNR-IIA sur la base des critères de conception de la norme EN 12341 pour une utilisation en mode de prélèvement journalier. Une vérification de ses performances a été effectuée par comparaison avec 2 préleveurs séquentiels TCR Echo de marque TECORA (version italienne du Partisol 2025). Les filtres utilisés étaient en PTFE (référence Teflo, Marque: Gelman Sciences) d'un diamètre de 47 mm et d'une taille de pores de $2\mu\text{m}$
- 2 préleveurs séquentiels Partisol 2025 de marque Rupprecht et Patashnick (avec tête américaine PM_{10} à $1 \text{ m}^3/\text{h}$), avec une tête US PM_{10} fonctionnant à $1 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$
- 2 analyseurs radiométriques MP101M-RST (commercialisés sous l'appellation MP101M-C en Italie) dans une configuration de cycle journalier (cf. paragraphe 3.2)

Les appareils étaient installés à l'intérieur d'un abri autonome.

Les analyses gravimétriques ont été effectuées par le CNR-IIA dans une mini-chambre de pesée (type « boîte à gants ») modèle Activa Climatic de la marque Aquaria, contrôlée en température (20 ± 1)°C et en humidité relative de (50 ± 5)%. Les filtres ont été pesés sur une microbalance Thermo Cahn, modèle C-33 (précision d'affichage $\pm 1 \mu\text{g}$). Le protocole de pesée suivait les prescriptions de la norme EN 12341 « Détermination de la fraction PM_{10} 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 »

4.4.2 Site d'étude

La campagne de mesure a été effectuée sur le site de Monterotondo, à 30 km au Nord-Est de Rome. Ce site est qualifié de périurbain par le CNR-IIA qui se sert de ce site comme plate-forme de tests (coordonnées géographiques: 42°06' N, 12°38' E, 46 m au dessus du niveau de la mer) :



Figure 25. Emplacement du site de Monterotondo du CNR-IIA

La campagne a été menée sur 2 périodes, entre le 24 juin et le 19 août 2003 et entre 10 décembre 2003 et le 11 janvier 2004, de manière à prendre en compte les fluctuations des paramètres météorologiques comme l'indique le tableau XXIII:

Tableau XXIII. Etendue des variations en température, humidité relative et pression ambiantes moyennes journalières pendant la campagne de Monterotondo

Paramètres air ambiant	Etendue
Température	De -4°C à 39°C
Pression	De 991 à 1021 hPa
Humidité Relative	De 30 à 100%

4.4.3 Caractéristiques de la campagne

Les mesures sur le site couvrent 2 périodes du 24 juin 2003 au 11 janvier 2004, cernant éventuellement des épisodes de pollution particulaire élevés.

Le tableau XXIV résume les résultats principaux obtenus.

L'exploitation initiale des résultats a été faite en utilisant des indicateurs statistiques usuels (moyenne, écart-type, extrêma et intervalle de confiance à 95%).

Tableau XXIV: Bilan statistique de la 4^{ème} campagne de mesures comparatives entre jauges bêtâ et la référence gravimétrique LVS à 2,3 m³/h

Caractéristique	Jauge 1	Jauge 2	Référence CNR-IIA
Nombre de valeurs	45	45	45
Moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	37,0	37,8	37,7
Ecart type ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	16,8	16,7	16,1
Max ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	91,4	93,3	89,6
Min ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	10,5	12,4	9,5
Intervalle de confiance (95%)	4,9	4,9	4,7
Nombre de valeurs > VLJ/2	35	35	36

Les caractéristiques minimales de la campagne pour la démonstration de l'équivalence de la jauge bêtâ sont remplies :

- au minimum 40 paires de données validées pour la méthode candidate et la méthode de référence doivent être obtenues. Pour la campagne de Marseille, 79 paires de données de jauges bêtâ ont été obtenues. S'agissant du préleveur de référence, 54 données journalières validées ont été obtenues. Au final, 45 trios de données validées entre le 24/06/03 et le 11/01/04 ont été obtenus

- au moins 20 % de l'ensemble des données de la campagne doit excéder 50% de la valeur limite journalière VLJ/2 (soit $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Pour la méthode automatique, 78% des données ont respecté ce critère. Pour la méthode de référence, 80% des données sont supérieures ou égales à $25 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

Il est également à noter les 3 points suivants :

- le taux de disponibilité des données par appareil a été respectivement de 88 et 98% pour l'appareil automatique dupliqué et de 60% pour la référence gravimétrique dupliqué

- une interprétation statistique simple basée sur l'intervalle de confiance à 95% sur la moyenne de la campagne montre une bonne cohérence des résultats. L'appareil automatique dupliqué montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $37,0 \pm 4,9 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $37,8 \pm 4,9 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ alors que le préleveur séquentiel de référence montre une valeur moyenne sur la campagne respectivement de $37,7 \pm 4,7 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

- le nombre de dépassements de la valeur limite journalière lors de la campagne est respectivement de 8 et 10 pour les 2 appareils automatiques, de 8 pour le préleveur de référence.

4.4.4 Interprétation des résultats

Le suivi chronologique permet de constater l'efficacité du module RST sur la jauge MP101M dans la configuration de la campagne (Figures 26 et 27). La convergence systématique entre la MP101M RST et le préleveur séquentiel de référence est observée:

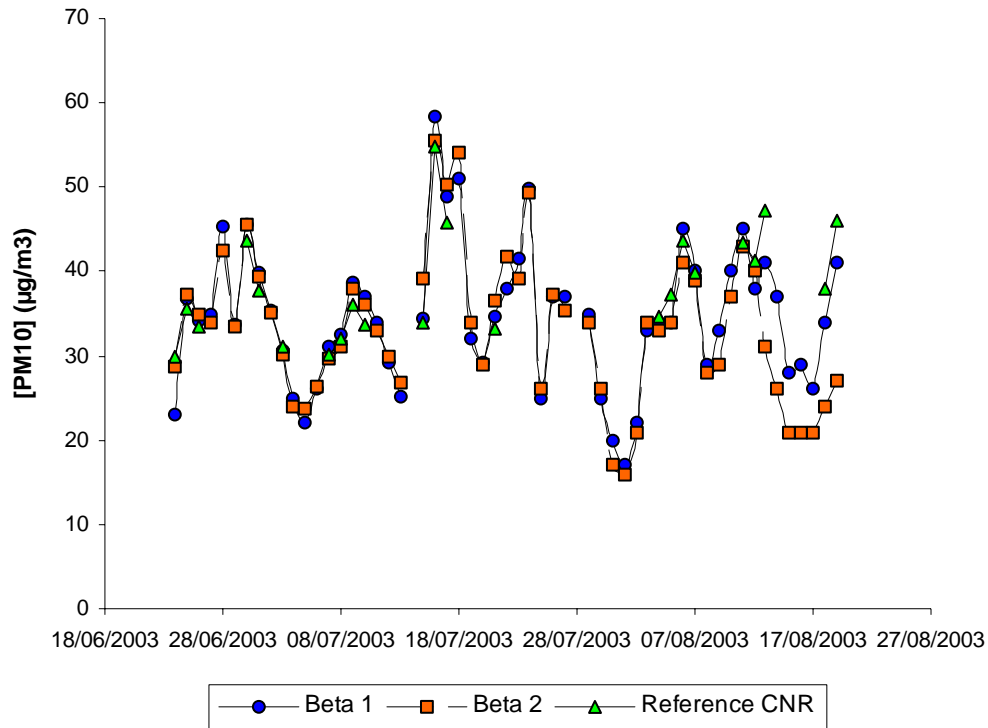


Figure 26 : Profil chronologique des valeurs journalières de la jauge bêta MP101M-RST et du préleveur LVS CNR-IIA entre le 24/06 et le 19/08/03 sur le site de Monterotondo

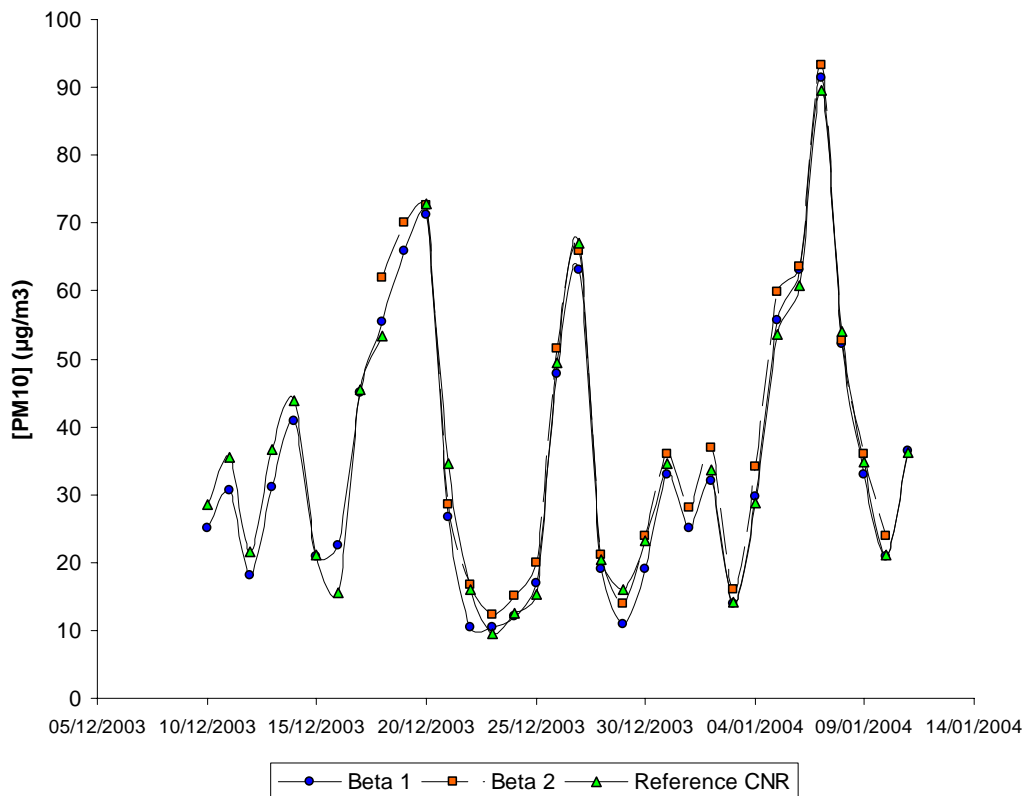


Figure 27 : Profil chronologique des valeurs journalières de la jauge bêta MP101M-RST et du préleveur LVS CNR-IIA entre le 10/12/03 et le 11/01/04 sur le site de Monterotondo

Les exigences minimales de caractéristiques de campagne demandées par le protocole européen sont respectées :

① Obligation en terme de niveau de concentration en PM₁₀

Cette obligation est respectée (cf. tableau XXV) :

Tableau XXV: Condition sur le pourcentage de données supérieures à 25 µg.m⁻³.

Exigence	Ensemble des données	Résultat
20 % (au minimum) des données $\geq 25 \mu\text{g.m}^{-3}$	78 à 80 %	Positif

② Obligation en terme de répétabilité intra-méthode (dispersion)

Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux XXVI et XXVII :

Tableau XXVI: Résultat en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur les données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	0,78 (*)	2,70
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

Tableau XXVII: Résultats en terme de répétabilité (dispersion intra-méthode) sur l'ensemble des données.

	Méthode de référence	Méthode candidate
Répétabilité ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	0,76 (*)	2,68
Exigence ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	≤ 2	≤ 3
Résultat	Positif	Positif

(*) : répétabilité estimée

Les deux méthodes répondent aux exigences du document européen.

La répétabilité de la méthode automatique est satisfaisante, comme le montrent les figures 28 et 29. En effet, dans la mesure où les appareils sont dupliqués, afin d'illustrer la variabilité de la méthode, une courbe de tendance linéaire selon les moindres carrés et passant par l'origine a été placée sur chaque graphique, chaque appareil étant pris alternativement comme référence:

MP101M-RST n° 2 = f(MP101M-RST n° 1)

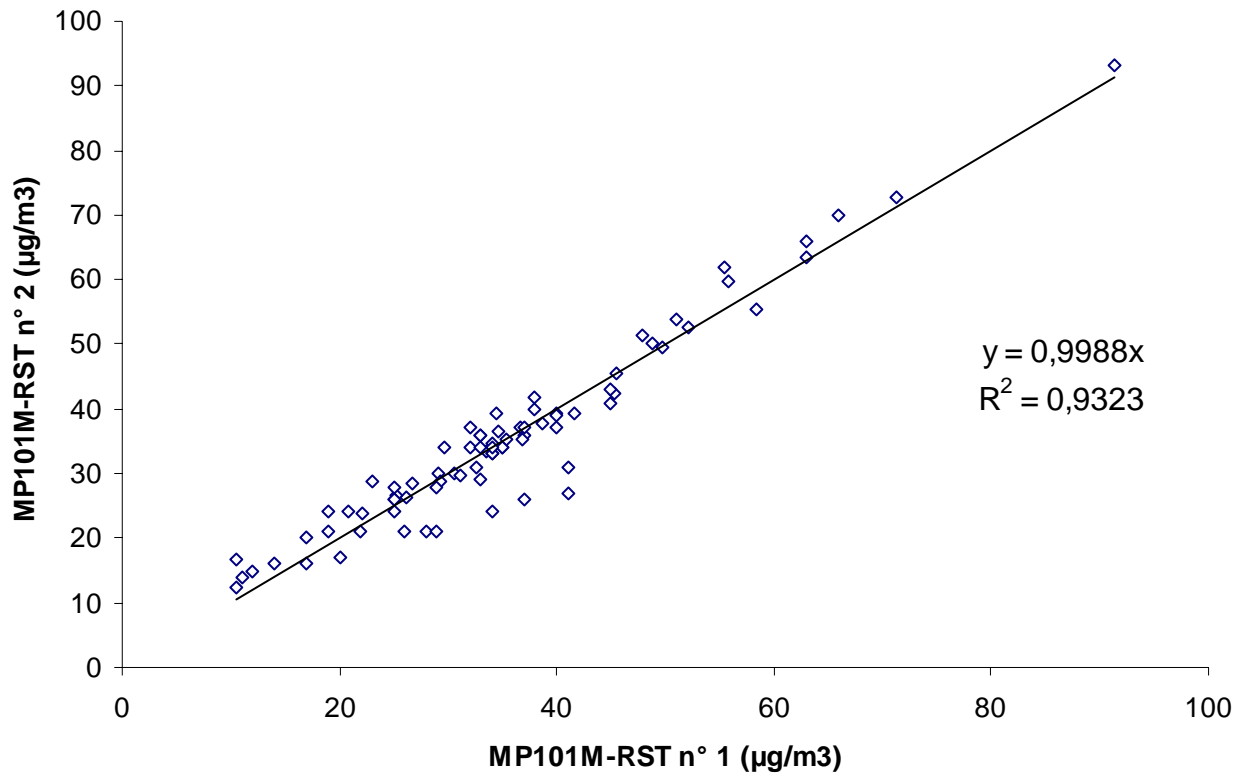


Figure 28 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°I pris comme référence)

MP101M-RST n°1 = f(MP101M-RST n°2)

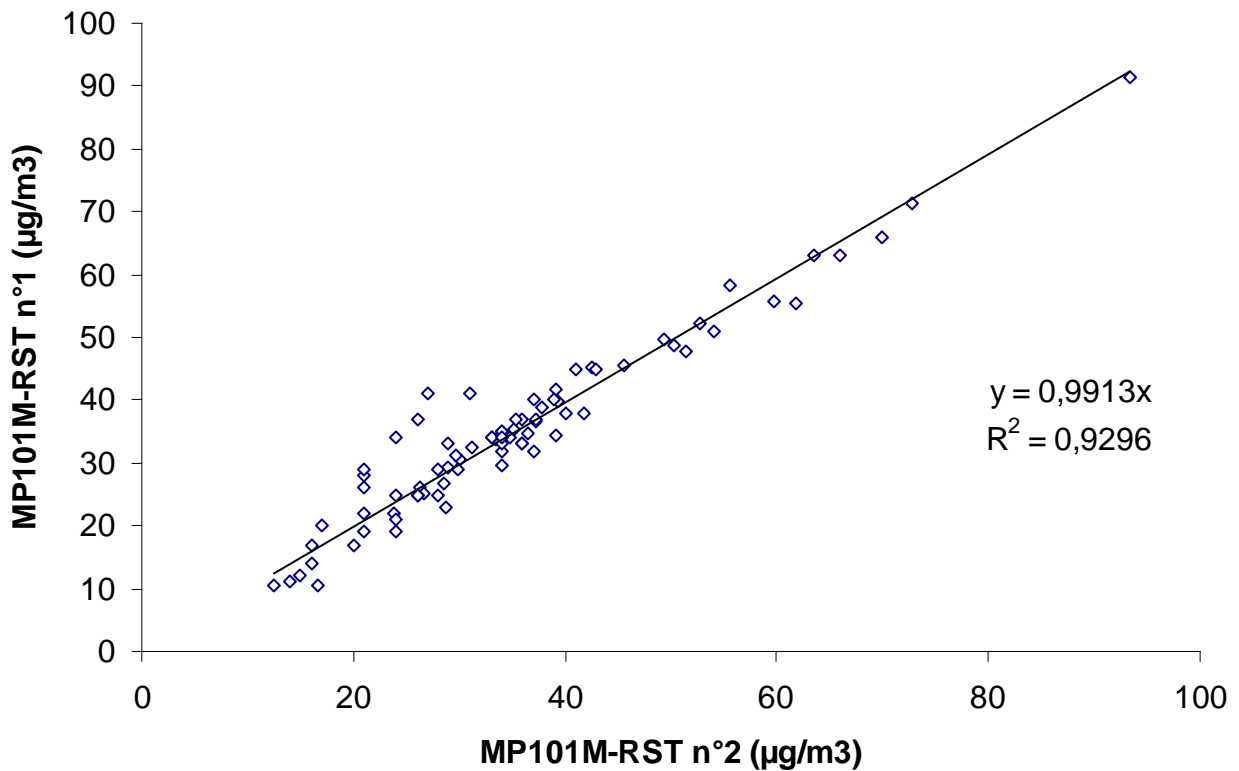


Figure 29 : Corrélation entre les valeurs journalières MP101M (appareil n°II pris comme référence)

La méthode automatique candidate montre également des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,964 et l'écart moyen entre appareils dupliqués est de l'ordre de 1%. La dispersion de la méthode automatique est un peu plus importante que celle observée lors des campagnes précédentes.

La méthode de référence n'étant pas dupliquée une comparaison a été effectuée avec un dispositif commercial dupliqué (préleveurs séquentiels TCR Echo de marque TECORA). La comparaison entre la valeur moyenne de l'appareil TECORA et le préleveur de référence CNR-IIA est donnée dans la figure 30 et a servi à l'estimation de la répétabilité intra-méthode donnée dans les tableaux précédents.

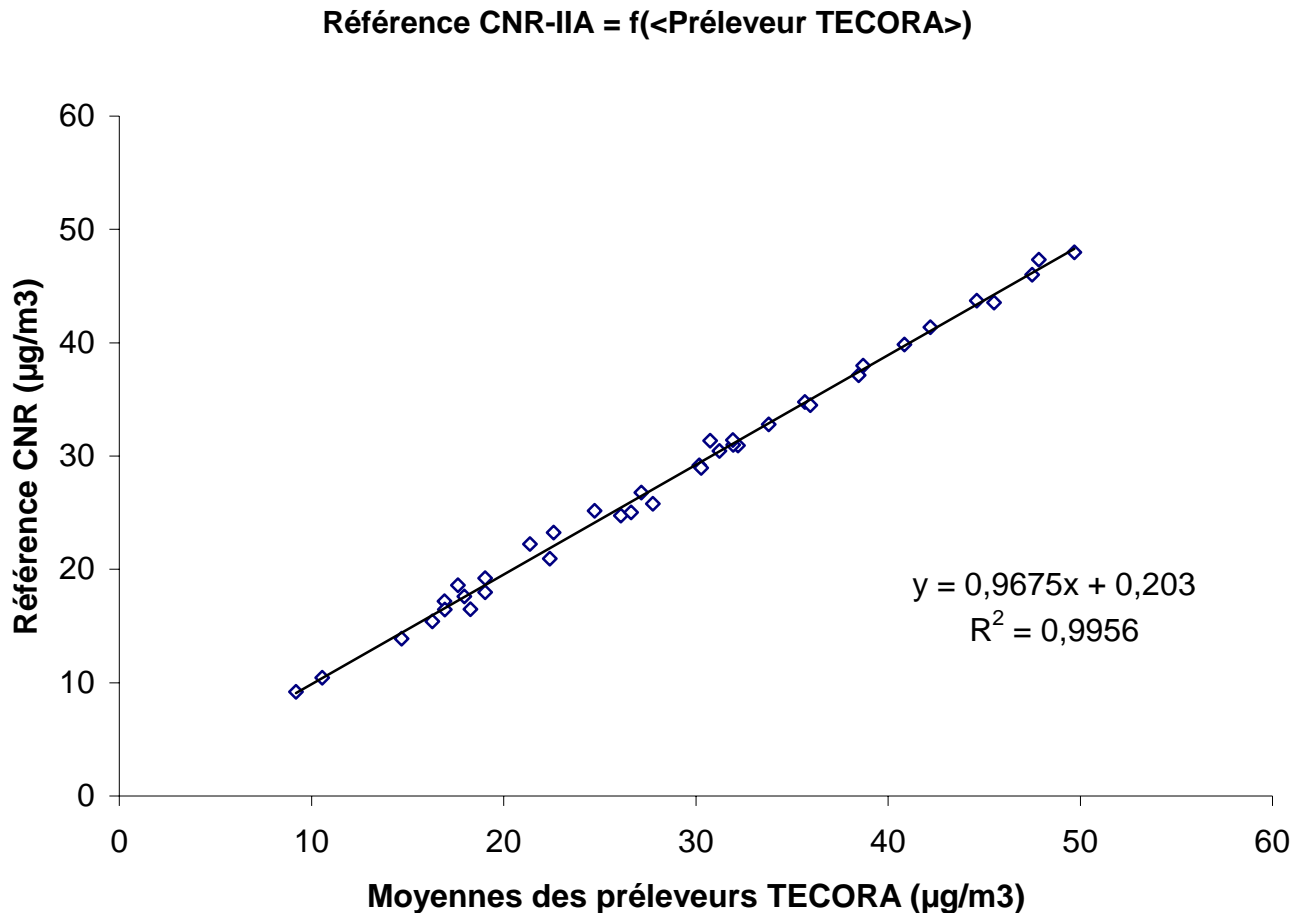


Figure 30 : Corrélation entre les valeurs journalières de la référence gravimétrique LVS (moyennes de appareils TECORA pris comme référence)

La méthode de référence CNR-IIA montre des performances satisfaisantes : le coefficient de corrélation est supérieur à 0,997 et l'écart avec les appareils dupliqués n'excède pas 4%

③ Comparaison de la méthode candidate avec la méthode de référence

La régression linéaire orthogonale préconisée par le document européen a été appliquée aux valeurs moyennes de chaque méthode, la candidate (CM) par rapport à la référence (RM). La figure 31 illustre le résultat :

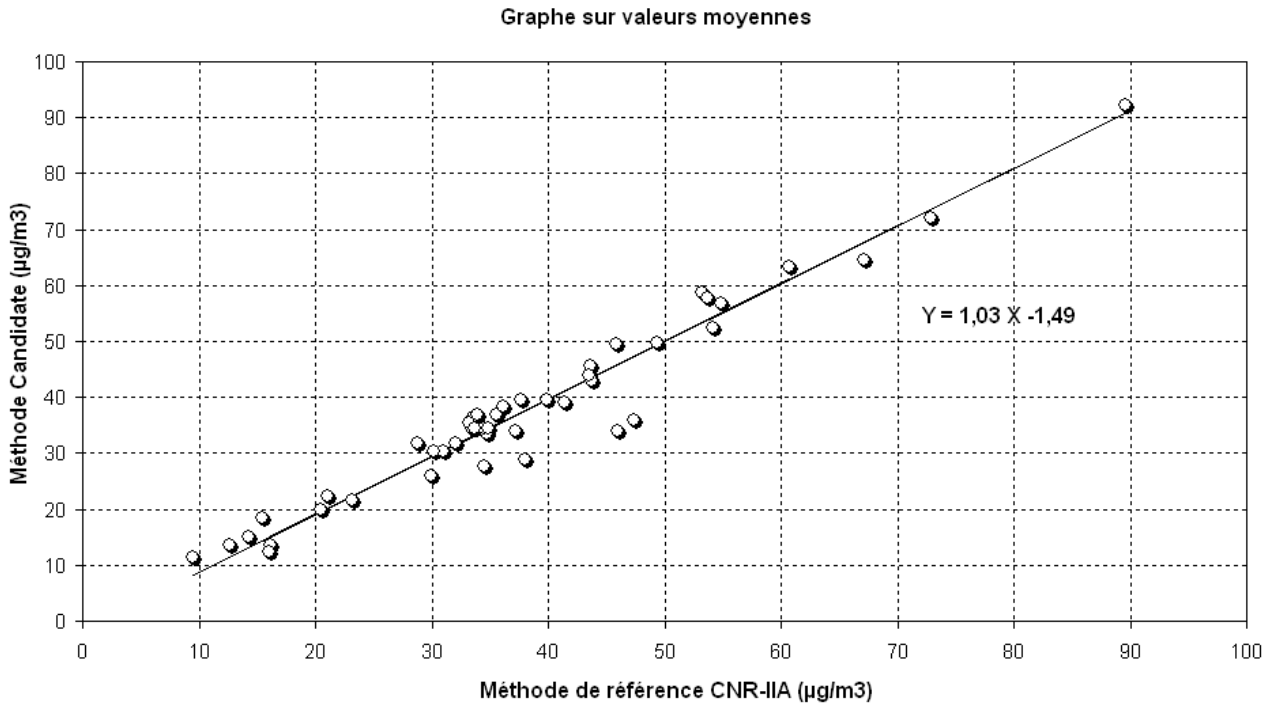


Figure 31 : Régression Linéaire Orthogonale entre les valeurs journalières MP101M-RST et les valeurs journalières du préleveur CNR-IIA

Les critères de satisfaction portent sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale. Les résultats sont présentés dans le tableau XXVIII:

Tableau XXVIII: Résultats de la régression linéaire orthogonale entre la méthode candidate et la méthode de référence

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
« b » Pente	$1,03 \pm 0,04$	$1,05 \pm 0,04$
Exigence	$ b-1 \leq 2 u_b$ avec u_b incertitude sur la pente	
Résultats :	Positif	Positif
« a » Ordonnée Origine	$-1,49 \pm 1,44$	$-2,46 \pm 1,68$
Exigence	$ a \leq 2 u_a$ avec u_a incertitude sur l'ordonnée à l'origine	
Résultat	Positif	Positif

Les exigences du document européen sont respectées, qu'il s'agisse de l'ensemble des données ou du sous-groupe de concentrations $\geq 15 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

④ Incertitude élargie de la méthode candidate à hauteur de la valeur limite journalière

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau XXIX:

Tableau XXIX: Incertitude de la méthode candidate MP101M-RST pour la campagne de Monterotondo

	Ensemble des données	Données $\geq 15 \mu\text{g.m}^{-3}$ (50% du seuil supérieur d'évaluation pour les PM ₁₀)
Nombre d'échantillons	45	36
Incertitude relative élargie (au niveau de $50 \mu\text{g.m}^{-3}$)	12,8 %	13,4 %
Exigence	$\leq 25 \%$	$\leq 25 \%$
Résultat	Positif	Positif

4.4.5 Conclusion

En ce qui concerne la campagne de mesure « équivalence » menée à Monterotondo (Italie) entre juin 2003 et janvier 2004, la technique MP101M-RST PM₁₀ dans la configuration étudiée (mode d'accumulation journalier) respecte l'ensemble des exigences du document « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods ».

5. SYNTHÈSE DES RESULTATS

Les résultats obtenus lors des 4 campagnes impliquant la jauge radiométrique MP101M-RST d'Environnement SA sont positifs pour la méthode candidate, dans la configuration utilisée (cycle journalier):

❶ le critère de répétabilité intra-appareil est satisfaisant : Pour la méthode de référence, il varie de 1,0 à 1,9 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un critère d'acceptabilité de 2 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Pour la jauge radiométrique, il varie de 1,4 à 2,7 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un critère d'acceptabilité de 3 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$

❷ Sur l'ensemble des 4 campagnes, la droite de régression linéaire orthogonale est $\text{Candidat} = 1,01 \times \text{Référence} - 0,96$, les pentes (variant de 0,96 à 1,03) et ordonnées à l'origine (variant de -1,75 à + 1,09) observées sont jugées non significatives,

❸ enfin, l'incertitude relative élargie au niveau de la valeur limite journalière de 50 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ obtenue sur l'ensemble des campagnes varie de $\pm 12,8\%$ à $\pm 13,8\%$ et respecte donc dans des conditions variables dans le temps et l'espace l'objectif de qualité des données de $\pm 25\%$ fixée par la Directive européenne 99/30/CE

6. CONCLUSION GENERALE

Les Associations Agréées de la Surveillance de la Qualité de l'Air en France se heurtent depuis plusieurs années à des difficultés de mise en œuvre des appareils automatiques de mesure des PM_{10} tout en respectant les exigences par la 1^{ère} Directive Fille de 1999.

Une solution instrumentale a été identifiée par le LCSQA. Sur la base de premiers tests encourageants, la démarche de « démonstration d'équivalence » initiée en 2005 a abouti à la reconnaissance officielle de la technique de mesure automatique testée, qui peut donc être utilisée sur le terrain.

Les 4 campagnes présentées dans ce rapport ont consisté en un exercice de comparaison entre 2 méthodes sur 2 sites urbains denses français (Bobigny. Marseille) et 2 sites périurbains étrangers (Aarschot en Belgique, Monterotondo en Italie) à des périodes de l'année différentes (périodes hivernale et estivale).

Le présent rapport établit que la technique par radiométrie bêta mise en œuvre avec l'analyseur de la marque Environnement SA, du type MP101M-RST PM_{10} , en configuration journalière, passe avec succès l'ensemble des tests de la procédure d'équivalence, en particulier celui concernant l'objectif de qualité des données (incertitude élargie) à hauteur de la valeur limite journalière.

Le rédacteur remercie les partenaires suivants pour le soutien apporté à cette étude :

- la société Environnement SA,
- les AASQA AIRPARIF et AIRMARAIX,
- les organismes belges VMM, ISSeP et IBGE-BIM.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » - Report by an EC Working group on Guidance for the Demonstration of Equivalence (November 2005)
- [2] Norme EN 14907 (2005) « Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la fraction massique MP2,5 de matière particulaire en suspension »
- [3] Norme NF EN 12341 (Janvier 1999) « 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 »
- [4] Test Report on the proof of the equivalence of the Partisol-Plus Model 2025 Air Sampler for the collection of airborne particulate matter from Rupprecht & Patashnick Co. Inc. using the reference method according to the European Standard EN 12341 (P. Mückler – TUV – November 2000 – reference 1.6/205/90)
- [5] Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air – Rapport d'activités 2004 « Etude n°5 – 2004 : Test du nouvel analyseur de particules en suspension PM10 par radiométrie bêta MP101M d'Environnement SA » (décembre 2004 – Convention CV 04 000 088)
- [6] Technical Report « Evaluation of automatic analyzer MP101M.C for mass concentration measurement of PM10 particulate matter upon request by Environnement SA using reference procedures required by Ministerial Decree n°60 – 2 april 2002 – in application of Directives 1999/30/CE – 2000/69/CE » - 17/11/2004

ANNEXES

Annexe n°1 : Document de référence de l'étude

Annexe n°2 : Fiche de suivi des appareils (Campagne d'Aarschot)

ANNEXE n°1

DOUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE

MESURES : POLLUANTS REGLEMENTES - PARTICULES

ETUDE N° 12 : EQUIVALENCE D'ANALYSEURS AUTOMATIQUES DE PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

INERIS/EMD

CONTEXTE

Depuis 1999, les études menées par le LCSQA ont fait apparaître la complexité de la relation entre le TEOM et l'échantillonnage manuel, notamment en raison de phénomènes de volatilisation. En conséquence, il est apparu **difficile** d'adopter un **facteur correctif** pour les données du TEOM par rapport à la méthode de référence.

Dans le même temps, la caractérisation de l'aérosol a mis en évidence l'influence majeure de l'aérosol secondaire sur les concentrations observées, tout particulièrement lors des épisodes de forte pollution.

Une solution métrologique a été étudiée par le LCSQA en 2003 par la mise en œuvre d'un TEOM de nouvelle génération (TEOM équipé du système FDMS), au niveau de la station AIRPARIF de Gennevilliers : cette technique permet la prise en compte de la perte des composés les plus volatils. Les résultats préliminaires ont établi que la technique FDMS présentait une excellente convergence avec la méthode de référence gravimétrique.

Les travaux menés en 2004 ont permis d'une part de tester le comportement de plusieurs FDMS (taux de fonctionnement) et d'autre part d'observer les ratios FDMS/TEOM (50°C) sur plusieurs sites communs à une même région. L'idée était d'évaluer l'hypothèse selon laquelle il serait envisageable de corriger les données des TEOM répartis sur une région à partir d'un FDMS disposé sur un site de référence. Dans ce but, trois sites de la région parisienne ont été instrumentés, en collaboration avec AIRPARIF. L'étude s'est déroulée sur 9 mois afin de prendre en compte l'effet saisonnier. Enfin, une solution métrologique française (jauge radiométrique MP101M-RST d'Environnement SA) a également été étudiée.

A l'issue de ces travaux, il en est ressorti que **les modules FDMS et RST sont une piste très sérieuse** vers la reconnaissance des mesures automatiques vis-à-vis de la méthode de référence.

OBJECTIFS

- Continuer la démonstration de l'équivalence du FDMS et de la MP101M-RST avec la méthode de référence (campagne n°2 sur site Sud de la France)
- Intégrer les travaux d'autres états membres (Royaume-Uni, Suisse, Allemagne, Belgique...) pour une démonstration d'équivalence à large échelle (inter Etats Membres)
- Soutenir le déploiement pilote en France

TRAVAUX EN COURS

La question désormais posée est celle de la reconnaissance des appareils TEOM-FDMS et MP101M-RST en tant que « méthode équivalente », ainsi que celle de leurs modalités d'intégration au sein de système de surveillance français.

L'enjeu des travaux en cours est donc l'émergence de techniques automatiques reconnues, permettant d'une part d'obtenir la reconnaissance des mesures PM₁₀ assurées par le dispositif français (moyennant investissement), et d'autre part de bénéficier de techniques

de mesure financièrement et techniquement réalistes (par opposition à la méthode de référence, manuelle) ainsi que dynamiques (information en temps réel) :

- Une procédure d'évaluation du TEOM-FDMS (PM₁₀ et PM_{2,5}) et de la MP101M-RST (PM₁₀) en tant que « méthode équivalente » candidate est donc en cours. Une première campagne a été réalisée de décembre 2004 (installation) à avril 2005 sur le site AIRPARIF de Bobigny. Les résultats sont concluants pour l'ensemble des appareils.
- Un appel à collaboration a été réalisé en direction de nos collègues européens. Une communauté d'environ 6 pays a été constituée, enrichie par l'apport de l'association AQUILA, et du JRC-ERLAP d'Ispra. Une présentation des résultats français, ainsi que l'ébauche d'un réseau d'utilisateurs, ont été assurées à l'occasion d'une réunion (INERIS, 7 juillet 2005). Une nouvelle présentation sera assurée au niveau de la réunion européenne AQUILA en novembre 2005.
- La réflexion sur le mode d'intégration des solutions instrumentales est poursuivie, et a notamment été discutée au niveau de comité de suivi « particules »: le principe de l'équipement de quelques AASQA volontaires a été proposé, et un appel à participation va être diffusé à ce sujet.

TRAVAUX PROPOSES POUR 2006

La poursuite de la démarche d'équivalence constitue une priorité.

Dans ce cadre, une campagne similaire à celle de Bobigny est en cours de préparation à Marseille (avec le partenariat d'AIRMARAIX), et devrait permettre de clore l'apport français en terme de production de données.

Nous poursuivons en parallèle l'animation du groupe de travail européen que nous avons constitué sur le sujet. La mise en commun de données ainsi obtenue permettra le montage d'un dossier technique argumentant l'équivalence des deux techniques à l'échelle française, et à moyen terme, à une échelle plus large. Ceci supposera un certain nombre d'actions de soutien, tel un soutien technique à l'adresse des projets espagnol et belge.

Il est important de noter que cette activité est désormais suivie de près par l'association AQUILA et le JRC: la polémique induite par le choix français de privilégier la recherche d'une solution instrumentale fait place à un intérêt grandissant pour les résultats obtenus à ce jour par les travaux français et pour les collaborations inter Etats Membres suscitées par l'approche française.

Il est également important de préparer d'ores et déjà le mode d'intégration de ces techniques dans la structure française. Cela suppose tout d'abord de tester les techniques sur le long terme, en conditions de fonctionnement. C'est pourquoi sera développé en 2006 le projet d'équipement « test » d'AASQA volontaires (cf. Appel à Participation).

Par ailleurs, il s'agit de poursuivre la réflexion sur le taux d'équipement, ce qui suppose de considérer d'une part l'aspect économique, et d'autre part, de poursuivre le travail sur l'utilisation des modules FDMS et RST en certains points précis du territoire avec correction des mesures issues d'appareils non modifiés, placés en d'autres points du territoire.

L'ensemble des travaux sera réalisé en lien étroit avec la commission de suivi « Surveillance des particules en suspension » : validation des différentes opérations et présentation des résultats.

COLLABORATIONS

Au niveau français:

- AASQA (AIRMARAIX, AIRPARIF, AASQA ayant répondu à l'appel à participation)
- Constructeurs (TEI - R&P via Ecomesure, Environnement SA)
- Au niveau européen : RC/ERLAP, RIVM (Pays-Bas), VMM & ISSeP (Belgique), EMPA (Suisse), CSIC (Espagne), LUA-NRW (Allemagne)

DUREE DES TRAVAUX

Ces travaux sont pluriannuels.

PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX

- INERIS : 850 h ingénieur (O. LE BIHAN, I. FRABOULET) - 1250 h technicien (R. AUJAY)
- EMD : 400 h ingénieur (F. MATHE, J.L. HOUDRET) - 300 h technicien (B. HERBIN)

ANNEXE n°2

**DEMONSTRATION D'EQUIVALENCE DE LA JAUGE RADIOMETRIQUE
MP101M-RST D'ENVIRONNEMENT SA**

FICHE DE SUIVI DES APPAREILS (CAMPAGNE D'AARSCHOT)

Fiche d'intervention sur Jauge Bêta

I. Jauge bêta des Mines de Douai

Date d'intervention	Heure locale:
Etat de la jauge	
Etat extérieur (ex : détérioration)	
Etat intérieur (ex : présence d'eau)	
Etat des prélèvements	
Prélèvement en cours <input type="checkbox"/>	Appareil en veille <input type="checkbox"/> ↪ remise en fonctionnement <input type="checkbox"/> ↪ vérification configuration appareil <input type="checkbox"/>
Affichage d'alarme: non <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> →	Code alarme affiché :
Vérification Heure correcte	Valeur affichée:
Vérification Débit correct	Valeur affichée:
Contrôle des prélèvements précédents	
Récupération des tickets imprimante <i>(joindre tickets imprimante avec la fiche d'intervention)</i>	
Signalement d'alarme sur tickets lors de séquence de mesure	oui <input type="checkbox"/> non <input type="checkbox"/>
Valeur des débits sur tickets	OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/>
Récupération des données avec Smtest	Vérifier le bon format des données
Vérification Paramètres métrologiques	
Contrôle du débit en mode « mesure »	OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/> → modification Kd <i>(noter ancienne/nouvelle valeur au verso)</i>
Vérification mesure T / P ambiantes	P: OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/> T: OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/>
Nettoyage de tête (date commune à tous les appareils : / /05): <input type="checkbox"/>	
Echange de tête entre jauges <input type="checkbox"/>	

Documents de référence :

- Chapitre 5 de la notice technique
- Procédure « Campagne de mesures des PM10 – Hiver 2005 »

Démonstration de l'équivalence de la Jauge Bétâ - Belgique / Aarschot (Mai - Juillet 2006)

Commentaires additionnels de l'intervenant :

Documents de référence :

- Chapitre 5 de la notice technique
- Procédure « Campagne de mesures des PM10 – Hiver 2005 »

Fiche d'intervention sur Jauge Bêta

II. Jauge bêta d'Environnement SA

Date d'intervention	Heure locale:
Etat de la jauge	
Etat extérieur (ex : détérioration)	
Etat intérieur (ex : présence d'eau)	
Etat des prélèvements	
Prélèvement en cours <input type="checkbox"/>	Appareil en veille <input type="checkbox"/> ↪ remise en fonctionnement <input type="checkbox"/> ↪ vérification configuration appareil <input type="checkbox"/>
Affichage d'alarme: non <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> →	Code alarme affiché :
Vérification Heure correcte	Valeur affichée:
Vérification Débit correct	Valeur affichée:
Contrôle des prélèvements précédents	
Récupération des tickets imprimante <i>(joindre tickets imprimante avec la fiche d'intervention)</i>	
Signalement d'alarme sur tickets lors de séquence de mesure	oui <input type="checkbox"/> non <input type="checkbox"/>
Valeur des débits sur tickets	OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/>
Récupération des données avec Smtest	Vérifier le bon format des données
Vérification Paramètres métrologiques	
Contrôle du débit en mode « mesure »	OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/> → modification Kd <i>(noter ancienne/nouvelle valeur au verso)</i>
Vérification mesure T / P ambiantes	P: OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/> T: OK <input type="checkbox"/> KO <input type="checkbox"/>
Nettoyage de tête (date commune à tous les appareils : / /05): <input type="checkbox"/>	
Echange de tête entre jauges <input type="checkbox"/>	

Documents de référence :

- Chapitre 5 de la notice technique
- Procédure « Campagne de mesures des PM10 – Hiver 2005 »

Démonstration de l'équivalence de la Jauge Bétâ - Belgique / Aarschot (Mai - Juillet 2006)

Commentaires additionnels de l'intervenant :

Documents de référence :

- Chapitre 5 de la notice technique
- Procédure « Campagne de mesures des PM10 – Hiver 2005 »