



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



### Réglementation et normalisation

JEAN-LUC HOUDRET, FRANÇOIS  
MATHE ET LAURENT ALLEMAN

Novembre 2005



Ministère de l'Ecologie  
et du Développement Durable

## PREAMBULE

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

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

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

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**REGLEMENTATION ET NORMALISATION**

Jean Luc HOUDRET, François MATHE et Laurent ALLEMAN

Novembre 2005

**SOMMAIRE**

<b>RESUME DE L'ÉTUDE EMD 2005</b> .....	<b>2</b>
<b>1. INTRODUCTION</b> .....	<b>3</b>
<b>2. NORMALISATION FRANÇAISE</b> .....	<b>4</b>
2.1 GT ETALONNAGE – RÉVISION DES NORMES XPX 43-053 ,054 ET 055 SUR LES MOYENS D'ÉTALONNAGE.....	4
2.2 GT RETOMBÉES SÉDIMENTABLES SÈCHES.....	4
2.3 GT PESTICIDES .....	5
<b>3. NORMALISATION EUROPÉENNE</b> .....	<b>5</b>
3.1 INTRODUCTION .....	5
3.2 GT11 - ECHANTILLONNAGE PAR TUBES À DIFFUSION .....	5
3.3 GT12 - MÉTHODES DE RÉFÉRENCE POUR SO <sub>2</sub> , NO <sub>2</sub> , CO, O <sub>3</sub> .....	6
3.4 GT13 - MÉTHODE DE RÉFÉRENCE POUR LE BENZÈNE .....	6
3.5 GT14 - MÉTHODE DE RÉFÉRENCE POUR Pb, Cd, As, Ni.....	6
3.6 GT15 - MÉTHODE STANDARD POUR LES MATIÈRES PARTICULAIRES EN SUSPENSION PM <sub>2,5</sub> .....	7
3.7 GT 18 - MESURES OPTIQUES À LONGUE DISTANCE - DOAS - FTIR - LIDAR .....	8
3.8 GT 20 – DÉPOSITION DES MÉTAUX LOURDS ET MÉTALLOÏDES .....	8
3.9 GT 21 – MESURE DU B(A)P.....	9
3.10 GT 22 – CERTIFICATION DES INSTRUMENTS DE MESURE .....	10
3.11 GT 25 – MESURE DU MERCURE.....	10
<b>4. ASSOCIATION DES LABORATOIRES NATIONAUX DE RÉFÉRENCE (AQUILA)</b> .....	<b>11</b>
4.1 INTRODUCTION .....	11
4.2 RÉUNIONS PLÉNIÈRES .....	11
4.3 SOUS-GROUPE MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE .....	11
<b>ANNEXE A - WG 22 / CEN TC 264 – MARS 2005</b> .....	<b>13</b>
<b>ANNEXE B - WG 22 / CEN TC 264 – OCTOBRE 2005</b> .....	<b>16</b>
<b>ANNEXE C – AQUILA – AVRIL 2005</b> .....	<b>19</b>

## RESUME DE L'ETUDE EMD 2005

Etude suivie par : Jean-Luc HOUDRET  
Tél : 03 27 71 26 13

### REGLEMENTATION ET NORMALISATION

Ce rapport fait état des activités auxquelles l'Ecole des Mines de Douai a participé dans les domaines de la normalisation et de ceux liés d'une manière directe ou non aux directives européennes.

**Travaux de normalisation nationale AFNOR** : l'EMD a contribué aux travaux nationaux suivants :

- Présidence de la commission X43D – Air ambiant : suivi permanent de l'avancement des travaux de tous les groupes français et étrangers, animation des GT français sur les retombées totales et la chaîne d'étalonnage ;
- Participation aux réunions générales X43A : point semestriel sur les travaux en cours, nationaux, européens et internationaux, les bilans, les projets et les positions françaises à défendre ;
- Participation aux travaux de la commission X43E ;
- Révision de la norme NF X43-007 sur les collecteurs de retombées sèches : animation du GT de révision de cette norme publiée en 1973.
- Révision des normes sur les moyens d'étalonnage : animation du GT et rédaction du projet de révision des normes XPX 43-053 , 054 et 055.
- Animation des GT pour la rédaction des projets de normes XPX 43-058 et XPX 43-059 sur le prélèvement et la détermination des pesticides.

**Travaux européens CEN TC 264** : l'ensemble de ces travaux est suivi par la commission X43D - air ambiant ; l'EMD suit les travaux des groupes de travail suivants, et participe directement à certains d'entre eux (\*) :

- GT 15 - Méthode de référence pour les matières fines en suspension PM<sub>2,5</sub> (\*) ;
- GT 18 - Mesures à long trajet optique (FTIR et DOAS).
- GT 20 - Dépôt des métaux lourds (\*) ;
- GT 22 – Certification des instruments de mesurage (\*) ;
- Association des laboratoires de référence (AQUILA) (\*) ;

**Travaux internationaux ISO TC146** : l'EMD assure le suivi des travaux des sous-comités suivants :

- SC3 : atmosphères ambiantes : suivi au sein de la sous-commission X43D de l'avancement des travaux des GT 8 et 17 de ce sous-comité.
- SC4 : aspects généraux : suivi au sein de la sous-commission X43E de l'avancement des travaux des GT de ce sous-comité, relatifs aux divers types d'incertitude et aux traitements statistiques.

# NORMALISATION ET DIRECTIVES EUROPEENNES

## 1. INTRODUCTION

La commission de normalisation AFNOR X43 relative aux atmosphères ambiantes se compose des sous-commissions suivantes.

- X43 A : commission générale, présidée par le MEDD;

son rôle est de faire le point chaque semestre sur : - les travaux en cours, nationaux, européens et internationaux - les bilans - les publications de normes - les projets - les positions françaises à défendre - , avec les présidents de plusieurs des commissions suivantes :

- X43 B : émissions, présidée par l'INERIS,
- X43 C : air des lieux de travail, présidée par l'INRS,
- X43 D : air ambiant, présidée par l'EMD,
- X43 E : aspects généraux, présidée par l'INERIS,
- X43 F : olfactométrie, présidée par le CEA,
- X43 I : air intérieur, présidée par la société SKA CONSEIL,
- X43 M : météorologie, présidée par Météo-France,
- X43 T : terminologie, présidée par l'INERIS.

et le plus fréquemment les commissions X43 B,D,E .

La commission générale X43 A s'est réunie en mai 2005 pour préparer le TC / CEN 264 qui s'est réuni fin mai 2005 à Oslo, et en fin novembre 2005 pour préparer les travaux 2005 à venir.

Les rôles de ces commissions consistent à préparer les textes normatifs nationaux, à réviser les normes anciennes, à étudier les projets européens (CEN) et internationaux (ISO) et d'y apporter les commentaires nécessaires, à animer les groupes ad hoc AFNOR existants. Plusieurs experts, membres permanents de ces commissions sont amenés à participer aux réunions des groupes de travail CEN et ISO, et quelquefois de les animer.

Actuellement, les travaux européens et internationaux prédominent sur les autres domaines d'activité. L'EMD participe à la commission X43 A, aux travaux de la commission X43 E , aux travaux de plusieurs groupes de travail européens et internationaux, anime les groupes de travail ad hoc "Etalonnage" , « Pesticides » et "Retombées sédimentables" .

L'EMD préside la commission X43 D .

## 2. NORMALISATION FRANÇAISE

### 2.1 GT Etalonnage – révision des normes XPX 43-053 ,054 et 055 sur les moyens d'étalonnage.

**Membres** : AIRCOM, AIRFOBEP, AIR-PL, ASPA, COPARLY, EMD, INERIS, LNE et ORAMIP.

Le GT ad hoc « Etalonnage » s'est réuni en janvier, mars, juillet et en octobre 2005 afin de continuer la révision de la série des 3 normes relatives aux moyens d'étalonnage.

Il s'agit de la mise en conformité avec l'actualité CEN des 3 normes expérimentales XPX 43-053, 54 et 55, qui en fait ont été réunies après nettoyage en une seule norme NFX 43-055.2 qui sera une norme homologuée.

Le GT a éliminé des 3 normes d'origine les points qui n'avaient pas vraiment leur place dans ce texte, et a tenu compte des développements de la chaîne d'étalonnage et des avancées européennes.

Le document devrait être finalisé prochainement pour une publication envisagée en 2006.

### 2.2 GT Retombées sédimentables sèches

**Membres** : AIR-LR, ORAMIP, laboratoire ALGADE, EMD, OMYA, et UNICEM.  
Des professionnels du secteur industriel ont été associés à ces travaux.

Etant donné la vétusté de la norme :  
NFX 43-007 – Déc 1973 – Pollution atmosphérique – Mesure des « retombées » par la méthode des « plaquettes de dépôt »,

le groupe de travail a été institué afin de réviser ce texte et de l'élargir à l'ensemble de la problématique :

- La préparation des échantillonneurs et la maintenance sur site,
- La durée d'exposition,
- Le traitement des échantillons dans différents contextes,
- le choix des sites d'échantillonnage.

La philosophie de ce nouveau texte est basée sur les travaux récents relatifs aux retombées totales (NFX 43-014) décrivant plus avant la méthodologie, les avantages et limites et les matériels utilisés.

Pour répondre à la question de la durée optimale de collecte, des essais in situ ont été organisés pendant cet été conjointement par ALGADE et ORAMIP. Le GT s'est réuni en janvier et en avril 2005, et est dans l'attente des résultats des essais.

Le document assez avancé à ce jour, devrait déboucher sur une publication dans le courant de 2006.

## 2.3 GT Pesticides

**Membres** : ADEME, AIRCOM, AIR-PL, ATMO-CA, ATMO-PC, EMD, IANESCO, INERIS, LIGAIR, LNE, ORAMIP et microPolluantsTechnologie S.A. .

A la demande de plusieurs associations de surveillance de la qualité de l'air confrontées à des problèmes locaux d'envols de pesticides, un GT a été créé sur le thème des prélèvements Pr-XPX 43-058 et de l'analyse Pr-XPX 43-059, suite aux travaux du « groupe d'apprentissage » qui a mis en pratique les modes opératoires de l'USEPA (déjà normes ISO pour les HAP) sur les zones de compétence des AASQA membres du groupe initial auquel deux laboratoires privés ont été invités à se joindre.

Etant donné les domaines d'intérêt de chacun des membres, deux sous-groupes se sont constitués pour traiter en parallèle les deux points suivants :

Le GTn°1 : prélèvements sur site, qui s'est réuni en janvier, mars, juin et en octobre ;  
LeGT n°2 : analyses, qui s'est réuni en mars, juin, septembre et décembre.

L'avancée actuelle des deux projets, peut laisser espérer une double publication dans le courant de l'année 2006.

## 3. NORMALISATION EUROPÉENNE

### 3.1 Introduction

Les thèmes relatifs à l'air ambiant abordés au CEN TC 264 et suivis par la commission X43D, concernent les projets de norme indiqués ci-après. Chacun d'entre eux est suivi par au moins un expert français. Les comptes rendus de ces travaux sont réalisés par les experts qui ont participé aux groupes de travail et sont communiqués à l'AFNOR qui en assure la diffusion au sein de la commission.

### 3.2 GT11 - Echantillonnage par tubes à diffusion

Les travaux du CEN / GT11 ont été suivis par N.GONZALES-FLESCA (INERIS).

Ces normes sont générales et ne s'appliquent pas directement à des polluants bien spécifiés. Le travail de ce groupe a conduit aux normes suivantes :

- partie 1 : Air ambiant - Exigences générales
- partie 2 : Air ambiant - Exigences spécifiques et méthodes d'essai

- partie 3 - Air ambiant - Guide pour la sélection, l'utilisation et la maintenance
- partie 4 - Air ambiant - Guide pour la sélection, l'utilisation et la maintenance.

Les parties 1 à 3 de la norme EN 13528 sont publiées et ont été reprises dans la collection des normes françaises dans le courant de l'année 2003.

La quatrième partie EN 14412 a été soumise au vote formel en 2005. Elle concerne l'échantillonnage passif dans l'air intérieur.

Le GT11 n'est en fait pas dissous car il envisage lorsque les fonds correspondant auront été alloués, de travailler sur d'autres types d'échantillonneurs.

### **3.3 GT12 - Méthodes de référence pour SO<sub>2</sub> , NO<sub>2</sub> , CO , O<sub>3</sub>**

Les travaux du CEN 264 / GT12 ont été suivis par H.PERNIN (ADEME) et Y.GODET (INERIS).

Les 4 normes suivantes :

EN 14212-(SO<sub>2</sub>), EN 14212-(NO<sub>2</sub>), EN 14625 (CO) et EN 14626 (O<sub>3</sub>) ,

avaient été remaniés puis soumises à une deuxième enquête CEN puis soumises au vote formel en décembre 2004.

Le groupe de travail est donc dissous mais des correctifs encore nécessaires seront préparés.

### **3.4 GT13 - Méthode de référence pour le benzène**

Les travaux du CEN 264 / GT13 ont été suivis par Mme EUDES (LCPP), MM.GODET et GONZALEZ (INERIS).

Cinq normes ont été élaborées :

- Méthodes 1 et 2 : tubes à diffusion avec désorption thermique ou extraction,
- méthode 3 : analyseurs des BTX,
- méthodes 4 et 5 : tube échantillonnage pompé et désorption thermique.

Elles ont été soumises au vote formel en 2005 et devraient être publiées prochainement.

Le GT a été dissous.

### **3.5 GT14 - Méthode de référence pour Pb, Cd, As, Ni**

Les travaux du CEN 264 / GT14 ont été suivis par A.ROBACHE (EMD) et Mme A.COURSIMAUULT (LCPP).

La norme EN 14902 a été soumise au vote formel en 2005. La dernière réunion du groupe aura lieu ensuite pour traiter les commentaires rédactionnels.

Cette norme va être publiée prochainement. Le GT a été dissous.

### **3.6 GT15 - Méthode standard pour les matières particulaires en suspension PM<sub>2,5</sub>**

Les travaux de ce GT sont suivis par J.L. HOUDRET (EMD) et O. LE BIHAN (INERIS) qui ont participé aux réunions du GT, à l'étude et au suivi du projet.

Le GT15 avait préparé un projet de norme sur la détermination de références gravimétriques pour la mesure des PM<sub>2.5</sub>, assorti d'essais in situ réalisés dans 9 villes européennes pour 6 appareils dont seuls les suivants ont été retenus comme candidats à la référence : HDI (Digitel-Suisse) , LVS (Leckel-Allemagne) , SEQ (Derenda-Allemagne) et Partisol (US).

Les deux appareils, le LVS de Leckel et le HVS de Digitel , ne donnent pas des résultats identiques, mais ont néanmoins été retenus comme appareils « standard », le terme « référence » ayant été remplacé dans tout le texte.

Le vote formel a eu lieu au début de l'année 2005 ; il reste le vote négatif de UK.

Les commentaires résiduels relatifs au rapport des essais réalisés dans 9 villes européennes (voir résolutions doc CEN/TC 264 / WG 15 / N265) ont été pris en compte.

Il était prévu que le GT 15 enchaînerait sur la révision de la norme EN 12341 sur les références gravimétriques PM<sub>10</sub>, cette révision devant être à l'image de la nouvelle norme EN 14907 sur les PM<sub>2.5</sub> dont la publication est prévue au printemps 2006.

Ce travail de révision de PM<sub>10</sub> a donc commencé dans ses grandes lignes, à savoir que seul le KFG-LVS-PM<sub>10</sub> est conservé comme candidat à la référence dans la mesure où le WRAC et le HVS-Andersen ne sont plus utilisés en Europe. Mais l'appareil de 1998 a été modifié depuis, et de plus les critères de choix sont différents ; de ce fait, de nouveaux essais seront réalisés, mais dans deux villes seulement au lieu de neuf.

Seulement, le bât blesse sur un point capital de la norme EN 14907 (PM<sub>2.5</sub>), les deux appareils choisis comme références (LVS3 et HVS-DA80) NE SONT PAS EQUIVALENTS entre-eux selon les principes énoncés dans la norme, l'écart moyen (pente de régression) est différent selon les villes, entre 0,9 et 1,25 .

On en arrive à une situation inédite au CEN, qui consiste à entamer la révision d'une norme non-encore publiée. Les révisions des deux normes seront conjointes, avec une partie commune, et deux annexes spécifiques.

Les principes généraux des révisions des normes ont fait l'objet du second sujet de la réunion (modification du doc CEN/TC 264 / WG 15 / N260 (project plan). Une seule référence gravimétrique sera choisie ; LVS ou HVS ? « nldr : n'est-ce-pas la négation du document « Démonstration de l'équivalence de méthodes de mesurage à l'air ambiant » ? ».

De nouveaux essais PM10 et PM2.5 seront réalisés, mais dans deux villes seulement au lieu de neuf. Les appareils automatiques (TEOM et jauges Béta ne seront pas présents). Le FDMS pourrait faire partie des essais. Un appel d'offre va être réalisé selon la nouvelle procédure « call for tender ».

L'ensemble de la procédure devrait être raccourcie par rapport aux travaux précédents, et la publication des normes révisées devrait se situer au premier semestre 2008. Dans l'attente, bien que le sujet n'ait pas été abordé, on peut penser que feront foi d'ici-là les normes publiées EN 12341 et la future ex-EN 14907.

### **3.7 GT 18 - Mesures optiques à longue distance - DOAS - FTIR - LIDAR**

Les travaux du CEN 264 / GT18 sont suivis par M.FREJAFON (INERIS).

Au départ, l'étude devait essentiellement porter sur l'air ambiant alors que cette technique peut tout aussi bien s'appliquer aux émissions de sources fixes, à l'air intérieur selon les capacités de l'instrument qui sont considérables. Il s'agit là d'un travail de fond.

Le groupe de travail prépare deux projets :

- l'un sur la méthode FTIR
- l'autre sur la méthode DOAS.

Le premier projet doit être soumis au vote formel en 2005.

Le second projet vient d'être adopté comme nouveau sujet de travail. Un financement pour des essais de validation est attendu de la Commission.

### **3.8 GT 20 – Déposition des métaux lourds et métalloïdes**

Les travaux du CEN 264 / GT 20 sont suivis par J.L.HOUDRET (EMD).

La 4ème DD avait prévu depuis le « position paper » initial d'inclure dans le cadre des métaux lourds, la part des retombées sédimentables humides et totales. Le thème abordé par le GT 20 est la mesure "en priorité" des métaux lourds (id GT14) dans les retombées sédimentables, le mercure étant traité par le nouveau GT25.

Ce GT avait été créé il y a 5 ans et s'est réuni 4 fois en 2000 et 2001; il a reporté ses travaux jusqu'à l'obtention des crédits permettant des essais in situ. Après quelques années de stand-by, le GT reprend ses travaux de préparation du projet de norme et de mise en place d'essais in situ. Un appel d'offre en 10 WP (Work package) a été

réalisé au printemps 2005. La particularité de cet appel d'offre est qu'il ne s'adresse qu'aux membres historiques du GT (donc depuis 2000).

Ces essais seront réalisés dans 4 sites différents et il a été convenu que les pays qui participeront aux essais soient également membres actifs du Groupe de travail.

Il avait été fort souhaité par le GT qu'une station du sud soit impliquée dans ces essais, nommément la station MERA / EMEP de Peyrusse. ORAMIP, avait donné son accord de principe à l'époque. L'EMD et ORAMIP ont répondu cet été à l'appel d'offre de la commission sur plusieurs points (WP), dont l'implication de la station du Gers et les analyses des prélèvements issus des stations rurales, la notre et une en Norvège. Les essais in situ devant démarrer en février 2006, le GT se réunira à Toulouse (chez ORAMIP) fin janvier, avec visite du site de Peyrusse.

Les essais se décomposent en :

- préparation d'échantillons en vue d'essais interlaboratoires rapides ;
- analyse des échantillons par les laboratoires volontaires ;
- fournitures de un à trois des types de collecteurs ;
- mise en place et collectes d'échantillons sur site ;
- les fournisseurs des collecteurs seront les laboratoires d'analyse ;

Les méthodes de collecte sont :

"Wet-Only" = simple acidification à pH3 des eaux pluviales très peu empoussiérées ;  
"Bergerhof" = simple acidification à pH3 des eaux pluviales et des retombées insolubles ; "Nilu" = digestion totale selon CEN GT14. Les résultats ne pourront donc pas être comparables.

Des liens devraient être créés avec le GT 21 pour un futur travail sur les retombées de HAP. Des liens devraient être également créés avec le nouveau GT 25 pour les retombées de mercure.

### **3.9 GT 21 – mesure du B(a)P**

Les travaux de ce GT sont suivis par Eva LEOZ-GARZIANDIA (INERIS).

Le Comité de Pilotage de la commission traitant de la qualité de l'air prépare des recommandations sur le sujet des HAP et le benzo[a]pyrène a été retenu comme indicateur cancérigène pour ce type de composés parce que le B(a)P est prédominant dans les HAP, et que l'ISO TC 146 / SC3 / WG17 a déjà traité des HAP gazeux et particulaires ; il conviendrait néanmoins que la méthode choisie par le CEN soit compatible avec les pratiques de l'ISO.

Le principe analytique repose sur l'échantillonnage de particules PM10 et l'analyse par deux méthodes de référence : HPLC-fluorescence et GC-MS. Des premiers essais inter laboratoire de validation ont été menés en 2003 / 2004 selon le modèle du GT14 (Métaux lourds) ; une seconde campagne de mesure est prévue en 2005.

Au cours de la dernière réunion du TC, il a été mentionné que la 4<sup>ème</sup> directive fille stipule que la surveillance des dépôts de benzo[a]pyrène,

du benzo[a]anthracène, des benzo[b,j et k]fluoranthène, de l'indénol[1,2,3-cd]pyrène et du dibenz[a,h]anthracène tous les 100 000 km<sup>2</sup> doit être effectuée.

Les jauges cylindriques sont indiquées comme matériel de référence pour effectuer les prélèvements.

Le CEN/TC 264 s'est donc déclaré en faveur de ce nouveau sujet de travail et a demandé aux animateurs des GT 20 et 21 (sous la responsabilité du GT 21) de conseiller le TC en ce qui concerne le domaine d'application et le programme de travail. Un chiffrage pour les essais de validation devra également être préparé.

### **3.10 GT 22 – certification des instruments de mesure**

Les travaux sont suivis par F.MATHE (EMD), J.LACHENAL (LNE), et H.PERNIN (ADEME).

Le programme de travail permettant de fixer des critères de performance pour l'air ambiant et pour l'émission, et de proposer des procédures d'essai, a été défini par :

- les exigences minimales pour les instruments, en détaillant les exigences générales, par substance, par application et pour l'installation du matériel sur site
- les exigences minimales pour les procédures d'évaluation et les rapports d'évaluations en laboratoire, sur site, après l'installation des appareils sur site ;
- les exigences minimales pour les procédures de certification du matériel ;
- les exigences minimales pour l'accréditation des laboratoires d'évaluation et des organismes de certification, selon respectivement ISO EN 17025 et EN 45011,

Les travaux de ce GT sont détaillés dans les compte-rendus de réunion figurant dans les annexes A et B.

### **3.11 GT 25 – Mesure du mercure**

Ce groupe « Mesurage du mercure dans l'air ambiant » a été créé au cours de la dernière réunion du CEN/TC 264. Il devra fournir le domaine d'application de la future norme, les plannings des travaux ainsi que des essais de validation.

Les méthodes décrites devront prendre en compte les objectifs de la 4ème Directive fille.

Le travail comprendra la mise au point d'une méthode de mesurage automatique dans l'air ambiant et une méthode de mesurage pour les dépôts. Le travail devra être effectué en coopération étroite avec le GT 20. Il sera animé par l'Italie et le Secrétariat détenu par les Pays-Bas.

F.MARLIERE (INERIS) participera au déroulement de ces travaux.

## 4. ASSOCIATION DES LABORATOIRES NATIONAUX DE RÉFÉRENCE (AQUILA)

### 4.1 Introduction

La mise en place du GT a été réalisée à ERLAP en décembre 2001. Ces travaux sont suivis par F.MATHE (EMD), T.MACE (LNE) et R.PERRET (INERIS).

L'objectif était de créer une association des laboratoires nationaux de référence dans le domaine de la qualité de l'air dont les missions essentielles sont les suivantes :

- mise en place de l'assurance qualité de la mesure effectuée par les dispositifs de mesure (vérification du respect de cette qualité par ces dispositifs, notamment par des contrôles de qualité internes, conformément, entre autres, aux exigences des normes européennes en matière d'assurance de la qualité),
- coordination sur leur territoire des programmes communautaires d'assurance qualité organisés par la Commission.
- agrément des dispositifs de mesure (méthodes, appareils, réseaux, laboratoires).

### 4.2 Réunions plénières

L'annexe C donne le compte-rendu de la réunion de 04/2005).

### 4.3 Sous-groupe matériaux de référence

Laurent ALLEMAN a participé à une réunion de discussions sur la production d'un MCR pour la qualité de l'air ambiant

Un sous-groupe de travail du réseau AQUILA a été contacté par l'IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) pour réfléchir à la fabrication et la certification d'un MCR (Matériaux Certifié de Référence) qui viendrait en appui de la 4<sup>ième</sup> directive fille sur les nouveaux polluants (HAP et métaux).

A la suite d'un questionnaire préliminaire, une réunion s'est tenu le 6 septembre 2005 à Bruxelles, représentée pour la France par E. Leoz-Garciandia (INERIS) et L. Alleman (EMD).

En effet, le MCR NIST 1648 (en rupture de stock) actuellement utilisé, n'est pas certifié pour les HAP, ne possède pas une granulométrie adéquate pour l'étude des PM10 et présente des concentrations, notamment en Pb, très supérieures à ce qui est mesuré dans l'air ambiant.

Deux voix d'échantillonnage ont été retenus :

- un impacteur industriel permettant de récolter environ 10 kg de PM10 nécessaires à la préparation du MCR.
- l'utilisation de poussières (TSP) à la condition qu'elles soient représentatives de la composition des PM10 en Europe et contiennent peu d'allumino-silicate incompatible avec la mesure du Ni sans utilisation d'HF.

L'idée de produire deux MCR séparés pour les composés organiques et inorganiques n'est pas encore tranchée.

Au minimum, les métaux (Pb, Cd, Ni, As sauf Hg) et HAP (Benzo[a]pyrene, Benz[a]anthracene, Dibenzo[a,h]anthracene, Benzo[b]fluoranthene,

Benzo[*jj*]fluoranthene, Benzo[*k*]fluoranthene, Indeno[1,2,3-*cd*]pyrene.) couvert par la 4<sup>ième</sup> directive seront certifiés ainsi que d'autres composés (Naphthalene, Fluoranthene, Coronene) et éléments (Zn, Fe, Cr, V, Cu, K, La, Platinoïdes) encore en discussion.

Les concentrations certifiées devront être en rapport ou supérieure aux valeurs cibles indiquées dans la 4<sup>ième</sup> directive pour des prises d'essais de 5 à 10 mg de MCR et avec une incertitude de 10-15% pour les métaux et de 15-20% pour les HAP.

Des tests sur des filtres vierges ont été suggérés pour estimer les limites de détection des laboratoires (filtres en quartz avec valeurs de blanc total, minéralisé avec HF et valeur de blanc sans utilisation de HF)

## ANNEXE A - WG 22 / CEN TC 264 – MARS 2005

COMPTE RENDU de la réunion du WG 22 / CEN TC 264  
 « Certification Scheme for Automatic Measurements Systems »  
 à l'ITM, Stockholm – Suède)  
 le jeudi 17 et vendredi 18 mars 2005

**Rédaction** : François MATHE (Mines de Douai – Département Chimie & Environnement)

Approbation : Jacques LACHENAL (LNE), Luigi TONDATO (Environnement SA), Jean POULLEAU (INERIS)

Il s'agissait de la 8<sup>ème</sup> réunion du GT22 «certification des systèmes de mesure automatiques ». Cette réunion était animée par Mr Stuart NEWSTEAD (Environment Agency - UK), le Secrétariat étant effectué par Mr Nigel Gibson (AEA Technology – UK). L'ordre du jour est joint (doc. N119e)

Cette réunion a été essentiellement consacrée aux points suivants :

- ❶ Choix de statut (norme ? spécification technique ? rapport technique ? ) des 4 parties issues des travaux du WG22 :
  - partie 1 : Certification : aspects généraux
  - partie 2 : Recommandations minimales pour l'assurance-qualité de produit, évaluation initiale et surveillance périodique
  - partie 3 : Spécifications de performance et procédures des tests associés (émissions)
  - partie 4 : Spécifications de performance et procédures des tests associés (air ambiant)

La discussion s'est basée sur le doc.N120e. Le consensus final au sein du WG22 est de disposer de 4 normes, base de départ essentielle pour une réelle uniformisation européenne (au moins sur le plan de la reconnaissance mutuelle). Le seul intérêt d'avoir une TS ou un TR était sur le plan du timing. (*NDLR : cette question de timing est ce qui gêne le plus le convenor du GT, notamment à l'approche du meeting plénier du TC 264 qui devrait avoir lieu fin mai*). Le représentant allemand avertit cependant que son pays risque de voter « négatif », dans la mesure où les aspects généraux de la certification sont déjà décrits dans les textes réglementaires européens (article 3 de la 1<sup>ère</sup> Directive Fille pour l'air ambiant, voir pour l'émission).

Concernant les aspects « délais impartis au WG22 pour aboutir », un résumé du statut du document N116 v2 (correspondant à la partie 3) a été effectué. Le document a été remis au CEN en janvier 2005 pour mise en enquête CEN. (*NDLR : c'est pour cette raison qu'en dépit de ce qui avait été décidé au meeting de Lyon, aucun commentaire des membres du GT n'a été pris en compte, malgré un envoi dans les délais. On peut se consoler en se disant que les commentaires français suite à l'enquête CEN sont déjà faits en partie. Il semble que le convenor du GT a été poussé par le secrétariat du CEN à soumettre des documents afin de rendre compte de l'avancement des travaux*).

Toutefois, suite à une des actions convenues à Francfort (à la 5<sup>ème</sup> réunion du WG22 !), une nouvelle annexe E (doc. N124e relatif à la méthodologie de calculs d'incertitudes selon QAL1) sera transmise au CEN (Rolf Kordecki) afin d'y être incluse dans le document avant mise en enquête (*NDLR : cette « manœuvre » me paraît « curieuse » compte tenu de la remarque précédente ! Par ailleurs la*

*traduction du FD X 43-130 envoyé à Richard Gould comme il avait été convenu également lors de la dernière réunion, pour servir de support aux calculs d'incertitude de la partie 3, n'a pas fait l'objet d'une diffusion et aucun français n'a été consulté pour réaliser le doc 124<sup>e</sup>!! les anglais font vraiment ce qu'ils veulent).*

Concernant la partie « Air ambiant », la discussion est partie d'un document de Peter Woods (NPL) transmis tardivement (doc. N125e). La position de P.WOODS est la suivante : faire uniquement mention des normes issues des WG12 et 13 dans la norme WG22 et exclure les particules du champ « air ambiant », pour éviter tout conflit avec les normes existantes (PM10 et future PM2.5), avec la réglementation européenne existante et à venir (révision prochaine de la Directive Cadre et des 3 premières Directives Filles) et le document « Démonstration de l'équivalence » qui devrait rapidement (NDLR : vraisemblablement avant mi 2005) être disponible. Après discussion, il est convenu qu'un projet de partie 4 (au moins concernant le plan) sera établi avant fin mai (de façon à être présenté à la prochaine réunion plénière du CEN TC264 prévue fin mai), faisant uniquement référence aux normes existantes mais avec une partie sur les particules, avec des critères et des procédures basées sur la version actuelle du document sur l'équivalence. Il semblait en effet « délicat » d'exclure les particules de l'air ambiant et les inclure dans la partie « émissions ». (NDLR : Compte tenu de cette décision, il y a un risque supplémentaire que certains états membres votent « négatif » sur la norme du WG22)

#### ② Discussion sur les termes & définitions à adopter dans les 4 parties (doc N126e)

Les seuls commentaires sur ce document sont français (et indirectement danois au travers du document N121e transmis par Martin ANGELO). Le convenor décide cependant de reporter (à nouveau !) la discussion et le choix sur les termes & définitions à la prochaine réunion, prétextant que ce choix ne peut être fait qu'avec la version finale des divers autres documents. Le document N126e (mis davantage sous la forme d'un document de travail) sera donc modifié en tenant compte des positions exprimées.

#### ③ Discussion sur le schéma de certification (partie contrôle qualité – évaluation initiale – surveillance périodique, cf. doc. N123e)

La majeure partie de la discussion a tourné autour des notions de « chemin critique », de « composés critiques » et de « changements significatifs » (qui les définit ? qui les gèrent ? qui juge de l'opportunité de refaire ou non des tests ?). Au final, la notion de « chemin critique » intéressante au niveau du concept mais difficile à définir en pratique est exclue du document.

Concernant le reste du document, le schéma de certification est jugé intéressant par le GT22. Ses caractéristiques seront à prendre en considération (vraisemblablement au niveau de l'annexe A normative), nécessitant donc une traduction en anglais et une intégration par l'INERIS et le LNE au sous-groupe de travail (comprenant déjà allemands et anglais)

#### ④ Discussion sur le schéma de certification (partie aspects généraux, cf. doc. N122e)

Les principaux points abordés concernent :

- les rôles respectifs de l'autorité compétente et de l'organisme certificateur. La discussion a été axée sur la notion de « competent authority » pouvant être substituée par un « relevant authority » intégrant le « competent body » et/ou le « certification body » suivant les Etats Membres (cette option arrangeant surtout

les allemands). L'ensemble du texte N122e serait donc à revoir en introduisant cette notion de « relevant authority » en lieu et place des autres expressions, suivant le rôle que leur accorde le texte (*NDLR : Ces 3 acteurs ne sont pas clairement définis et n'ont pas le même rôle au fil du texte. Ainsi l'organisme certificateur pourrait être une "tierce personne - third party" sans que l'on sache ce que cela veut dire ! Par ailleurs si l'organisme de certification en Allemagne (H.J.Humel) n'est pas certifié Iso 45011, cela posera des problèmes de reconnaissance mutuelles automatiques entre pays*)

- les risques de conflit avec la norme EN45011 « Exigences générales relatives aux organismes procédant à la certification de produits ». Ceci risque d'être le principal point d'achoppement avec les allemands.
- les responsabilités du fabricant
- les informations nécessaires à mentionner dans le certificat d'approbation de type
- le délai de révision de la certification octroyée. Des questions demeurent : comment prend-on en compte la certification accordée au suivi des modifications du modèle initialement certifié ? Qu'entend-t-on par révision de la certification ?

La nouvelle version du document devrait être disponible pour fin juillet. (*NDLR : Comme pour le document N123, il serait judicieux qu'il y ait un représentant français au sous-groupe chargé de ce document (géré actuellement par le convenor!), si l'on souhaite faire avancer les choses !*)

## ANNEXE B - WG 22 / CEN TC 264 – OCTOBRE 2005

COMPTE RENDU de la réunion du WG 22 / CEN TC 264  
 « Certification Scheme for Automatic Measurements Systems »  
 qui s'est tenu au LUA-NRW, Essen – Allemagne  
 le jeudi 20 et vendredi 21 octobre 2005

**Rédaction** : François MATHE (Mines de Douai – Département Chimie & Environnement)

**Approbation** : Bruno SIMAILLAUD + Philippe FAYOLLE (Environnement SA), Jean POULLEAU (INERIS)

Il s'agissait de la 9<sup>ème</sup> réunion du GT22 «certification des systèmes de mesure automatiques ». Cette réunion était animée par Mr Stuart NEWSTEAD (Environment Agency - UK), le Secrétariat étant effectué par Mr Nigel Gibson (AEA Technology – UK). L'ordre du jour est joint (doc. N133.1.1e)

Cette réunion a été essentiellement consacrée aux points suivants :

- ❶ Etat d'avancement des 4 parties du projet prEN 15267 sur la certification des systèmes de mesures automatiques :
  - partie 1 : aspects généraux (doc N141e)
  - partie 2 : Recommandations minimales pour l'assurance-qualité de produit, évaluation initiale et surveillance périodique (doc N142e)
  - partie 3 : Spécifications de performance et procédures des tests associés (mesures à l'émission d'installations fixes, doc N138e )
  - partie 4 : Spécifications de performance et procédures des tests associés (mesure à l'air ambiant, doc N140e)

La discussion s'est basée sur le doc. N131e qui présentait l'état des travaux du GT22 au meeting plénier du TC 264 à Oslo les 26 & 27 mai 2005. Les principales conclusions sont les suivantes :

- la partie 3 est au stade de l'enquête TC depuis septembre dernier et ce jusqu'en janvier 2006 (l'objectif est pour le CEN TC264 est de réagir sur la « philosophie » du document et de le recadrer si nécessaire, sans aucune remise en cause sur le plan technique). A la fin de ce stade, les commentaires seront transmis au GT pour avis (vraisemblablement mi février). Compte tenu du système de fonctionnement du GT 22 en sous groupes (*NDLR* : ce mode de fonctionnement est vraiment discutable en terme d'efficacité et de transparence), le sous-groupe en charge du thème associé à la partie 3 effectuera la « digestion » de ces commentaires en vue de la prochaine réunion du GT22. La délégation française insiste pour participer à ce sous groupe (managé principalement par les allemands et les anglais). Environnement SA et l'INERIS assureront cette présence française à une réunion du sous groupe qui devrait se tenir les 1 & 2/03. Il serait utile que les experts français fassent des commentaires détaillés sur ce texte avant cette réunion et validée en X43 E . Au final, il est visé la date de juin 2007 pour la mise en vote formel de cette partie 3
- les parties 1 & 2 ont été acceptées comme « nouveau sujet de travail » (New Work Item) par le CEN TC264, ce qui entraînera leur mise en enquête TC à partir de mars

2006.. Au final, il est visé la date de août 2007 pour la mise en vote formel de ces 2 parties

- la partie 4 est proposée comme « nouveau sujet de travail préliminaire» (Preliminary New Work Item) ce qui a pour avantage de laisser plus de marge sur le timing à respecter. Le CEN recommande au WG22 de s'assurer d'aucune contradiction entre cette partie 4 et les normes CEN « Air ambiant » récemment sorties (EN 14211, 14212, 14625, 14626 et 14662-3). La décision finale du CEN n'est pour le moment pas connue. Au final, il est visé la date de juin 2006 pour la mise en enquête TC et la date d'octobre 2007 pour la mise en vote formel.

#### ② Discussion sur la partie 3 (doc N138e)

Le principal point discuté sur cette partie concerne l'analyse du Carbone Organique Total : peut on considérer d'autres alternatives au FID (qui est la méthode de référence cf. EN 12619 et EN13526) ? EN effet, certaines réglementations nationales autorisent l'utilisation de la technique IRFT (qui fonctionne bien pour certains procédés spécifiques). Le manque d'expérience sur cette technique sur d'autres types de procédés (tels que les process de combustion) amène à laisser la porte ouverte à cette technique, sous réserve que les exigences métrologiques requises pour la technique FID soient respectées. Il apparaît possible de faire caler la réponse d'un FID avec un IRFT à un niveau de concentration pour une installation donnée. Cependant, si le régime de fonctionnement de l'installation change, il y a fort à parier que la composition des COV variera et conduira donc à une mesure d'indice IR différent de l'indice FID!

#### ③ Discussion sur le document N139e (Termes & Définitions)

Ce document de travail est issu en fait la position française sur les termes & définitions à adopter pour cette norme. Compte tenu de la frilosité du Convenor (S. NEWSTEAD) à consacrer du temps sur ce document, il est demandé aux délégations nationales de réagir sur ce document pour fin novembre de façon à permettre une révision de ce document de travail (qui sera donc la position du GT22 sur les termes & définitions lui convenant) qui sera transmis au GT19 (plus précisément à Mr J.F. VICARD) pour information. Chaque délégation est aussi invitée à vérifier la cohérence des définitions de la partie 3 avec ce document.

#### ④ Discussion sur la partie 2 (cf. doc. N142e) et la partie 1 (cf. doc. N141e)

Outre le fait contradictoire avec le point ③ précédent (où finalement un temps certain sur les définitions a été accordé !), la discussion a principalement tourné autour de la prise en compte des commentaires reçus de la part des membres du GT (la plupart des commentaires français émis par J. POULLEAU et F. MATHE a été pris en compte). M ANGELO est revenu à la charge sur la notion de « chemin critique » avec des propositions qui n'ont pas été retenues par le GT22 (chemin critique se limitant à l'aspect « traitement de la donnée » tel que le conçoit l'OIML). La grande difficulté des documents réside dans l'établissement de prérequis supplémentaires à ceux demandés dans le cadre de l'ISO 9001. Les documents vont être révisés en fonction des commentaires reçus en séance, puis être mis en circulation au sein du GT22 (selon un timing à confirmer) pour commentaires avant lancement de l'enquête TC (*NDLR : Dans la mesure où il n'y aura pas de réunion du GT22 avant avril 2006, il serait là encore peut être judicieux de réagir sur ces 2 parties au niveau français avant cette mise en enquête TC, via une réunion de commission X43E ?*)

Concernant les règles d'extrapolation ou interpolation des caractéristiques de performance déterminées en laboratoire, la position des anglais et allemands consiste à dire qu'il convient de réaliser les essais de certification pour la gamme la plus faible et de faire le calcul d'incertitude dans ce cas de figure le plus difficile. Si le résultat est satisfaisant pour la plus petite gamme, cela sera satisfaisant pour les gammes les plus élevées.

Pour tout AMS qui a fait l'objet d'un complément de test après sa certification en raison du changement notable de l'un de ses composants, il sera demandé de reprendre la totalité des tests au bout de 5 ans.

⑤ Discussion sur la partie 4 « Air Ambiant » (cf. doc. N140e)

En préliminaire, 2 informations sont communiquées par P. WOODS :

- une proposition de révision de la directive Cadre de 1996 et des Directives Filles associées (1, 2 et 3) vient d'être mise en chantier (document disponible sur le site Web de la Commission [http://europa.eu.int/comm/environment/air/cafe/pdf/cafe\\_dir\\_en.pdf](http://europa.eu.int/comm/environment/air/cafe/pdf/cafe_dir_en.pdf)) en vue d'une mise en application pour fin 2007
- Un corrigendum des normes CEN issues du GT12 est envisagé (compte des « erreurs » contenues dans ces documents). Aucune date limite a été avancée par le CEN

Concernant l'air ambiant, la situation est la suivante :

- s'agissant des composés gazeux réglementés ( $\text{SO}_2$ ,  $\text{NO}/\text{NO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{O}_3$  et  $\text{C}_6\text{H}_6$ ), la certification du matériel est intégrée dans chaque texte et donc le texte issu du GT22 se bornerait à un référencement à ces textes (de façon à éviter tout conflit entre normes). La valeur ajoutée du texte du GT22 serait un résumé « transversal » des spécifications et critères associés
  - Le problème principal concerne les particules où les normes existantes ( $\text{PM}_{10}$ ) et en projet ( $\text{PM}_{2.5}$ ) décrivent la méthode de référence (gravimétrique) sans y associer une approbation de type (contrairement aux gaz). Les différentes options sont donc
    - les particules ne sont pas dans le champ de travail du GT22 (option rejetée par le GT)
    - des spécifications de performance et des procédures des tests associés sont fixées par le GT (option incompatible avec le timing accordé par le CEN)
    - la certification est « couverte » par la démonstration de l'équivalence de l'appareil automatique à la méthode de référence (le document issu du GT non normatif étant le référentiel à utiliser). Le GT22 décide donc d'intégrer la partie « particules » du document sur l'équivalence dans la partie 4 (travail effectué par le sous-groupe « Air ambiant » où la France est représentée, réunion planifiée à Paris le 13/01/06 à l'AFNOR sous réserve). Il conviendra de donner au texte original une connotation normative qu'il n'a pas à l'heure actuelle. De même, dans la mesure où le texte original est susceptible d'évoluer en fonction de l'expérience des Etats Membres, la grande difficulté va être de faire des propositions supplémentaires au texte actuel (Allemagne et France pour, Angleterre contre)
- Une conséquence de la décision prise est que le texte équivalence acquiert une reconnaissance officielle, position qu'il n'avait pas jusqu'alors et que les anglais et allemands lui refusaient jusqu'alors.

## ANNEXE C – AQUILA – AVRIL 2005

compte-rendu de réunion

**Rédaction:** T. MACE (LNE) – F. MATHE (Mines de Douai) – J. POULLEAU (INERIS)

Cette 6<sup>ème</sup> réunion de l'association AQUILA a vu l'agrandissement conséquent du nombre de participants (42 personnes représentant 21 pays) et l'arrivée de l'Agence Européenne de l'Environnement et de l'OMS. L'ordre du jour (cf. doc.N38) était conséquent

### 1) CAFE Thematic Strategy on Air Pollution and Revision of Directives (par Andrej Kobe DG ENV)

Les conclusions de CAFE sont sur le point d'être communiquées (échéance prévue pour Juin/Juillet 2005). Compte tenu des projections sur 2010/2020 (faites sur la base du modèle RAINS) montrant la tendance à l'augmentation pour O3 et PM10, l'accent sera mis sur la réduction des PM (notamment issues de l'automobile) qui est le facteur prépondérant dans la réduction de l'espérance de vie ou « Loss of Life Expectancy » (les PM 10 induisent une réduction de 5,5 mois et sont à l'origine de 20000 décès anticipés). L'objectif sur les PM 2.5 sera une réduction importante d'ici 2020.

La situation pour les émissions véhiculaires devrait évoluer dans les années à venir<sup>1</sup> (ex : programme EURO5 visant la réduction des émissions de particules de la part des véhicules diesel)

Le projet CAFE Thematic Strategy on Air Pollution devrait être disponible fin Juillet 2005 sous la forme d'un texte d'une quinzaine de pages.

### Les grands axes de modification porteront sur :

➤ la compilation en 1 seul document des directives (FWD, les 3 DD et la directive EiONET) et leur consolidation (la 4<sup>ème</sup> DD pourrait être évoquée)

➤ les PM 2,5

*Pas de changement attendus pour les PM 10 mais l'OMS veut privilégier les PM2.5.*

*Pour les PM 2,5 on reste sur des mesures en masse en zone urbaine de fond*

*Des dispositions obligatoires de mesure seront prises*

*Une limite de concentration générant un risque inacceptable (cap : limit indue risk) sera définie. On parle également de moyenne triannuelle glissante ainsi que des taux de réduction qui pourraient dépendre des niveaux de concentration*

➤ l'échange en temps réel des données (reporting)

La Commission européenne insiste sur la nécessité de (ré)évaluation des données entrant dans AIRBASE. Le procédé actuel d'échange d'information ne semble pas être optimal. A moyen (voire long) terme, un système dénommé INSPIRE est imaginé qui pourrait compiler l'ensemble des données spatialisées (ce système ne serait pas uniquement centré sur les données de qualité de l'air !!) permettant de visualiser les données d'évaluation sur l'ensemble du territoire à l'aide de cartes SIG. Il serait géré par les pouvoirs publics de chaque pays qui auraient à garantir l'accès à

ces données. Y seront introduites des métadonnées portant notamment sur les répartition spatiales, les services, les réseaux... La période de rafraîchissement des données n'est pas encore définie...

L'acteur principal au niveau européen sera l'Agence Européenne de l'Environnement.

➤ l' Assurance Qualité AQ

Définition des objectifs en AQ (l'avis des experts d'AQUILA est fortement demandé)

→ *Nécessité d'une accréditation clairement définie selon ISO 17025 pour les laboratoires de référence*

→ *Accent mis sur le reporting ainsi que sur la prise en compte des référentiels (méthodes de référence, guide sur l'équivalence, utilisation de matériaux de référence)*

➤ la Normalisation

La mise à jour des DD concernant les méthodes de référence sera faite

Se pose le problème de la coexistence entre plusieurs méthodes de référence (ex : 5 méthodes pour le benzène : que faire ?). La position allemande a l'aval d'AQUILA : la méthode par tubes pompés (désorption chimique ou thermique) et la méthode automatique sont les méthodes de référence. Les tubes à diffusion sont reconnus comme équivalents. La Mise en œuvre du guide sur l'équivalence sera demandée (ceci donne donc un « statut » fort à ce document qui devrait être définitivement adopté au Steering Group à la mi-mai. Les commentaires principalement de la France seront étudiés par des membres du GT, à savoir P. WOODS (NPL), T. HAFKENSCHIED (NMI) et P. PEREZ-BALLESTA d'ERLAP. Ces commentaires sont considérés comme constructifs mais il ne semble pas qu'ils doivent remettre en question le « timing » souhaité par la DG Environnement). Dans le cas du benzène se pose le problème du choix de la méthode de référence à utiliser pour démontrer une équivalence (3 méthodes de référence aux caractéristiques métrologiques pouvant conditionner le résultat de la démonstration)

➤ En conclusion, l'année 2005 sera une année charnière pour l'aspect « échange de données » et les processus de comitologie et de codécision devraient être renforcés. Un travail important sera à fournir pour répondre aux différents objectifs fixés

## 2) Rôle des laboratoires de référence

Le travail assigné aux groupes de travail lors de la précédente réunion n'ayant pas donné lieu à un travail consistant (échéance de fin 2004 non remplie), il est demandé aux responsables des groupes de réflexion de diffuser auprès de leur groupe un document de réflexion d'ici fin mai 2005 pour essayer d'atteindre un consensus. La DG Environnement demande une forte réactivité, en insistant sur le fait qu'AQUILA a raté une opportunité d'apport pour la CAFE Thematic Strategy.

Il est rappelé l'importance de définir un positionnement des laboratoires de référence vis à vis du pouvoir politique. Ce document ne devrait cependant pas se restreindre aux seuls NRL.

Les différents thèmes de travail sont discutés. Concernant le système qualité à mettre en œuvre, l'article 3 d la FWD ne citant pas expressément un référentiel particulier, les normes ISO 9002, ISO 17025 et EN45011 sont évoqués.

Il convient de noter que l'accréditation est déjà de mise dans certains « petits » pays tels que la République Tchèque. Le danger est d'avoir un décalage entre Etats

Membres (certains ayant « tout » accrédité et d'autres n'ayant que certains maillons accrédités)

S'agissant de l'approbation des instruments avec les exigences minimales requises, une discussion démarre sur la base d'un projet rédigé par l'INERIS (R. PERRET). Quels sont les instruments devant faire l'objet d'une approbation ? Quel rôle le NRL doit-il jouer dans le processus ? Comment gérer la reconnaissance mutuelle ? Comment traiter le problème des particules ? D'après la DG Environnement, tout Etat Membre doit avoir un système (de certification ou de reconnaissance de certification). AQUILA tient la position suivante : il n'est pas question d'ingérence dans les lois nationales

### **3) Matériau de référence certifié pour métaux et HAP (par Franz Ulberth de l'Institut for Reference Materials and Measurements)**

Un système d'AQ doit se baser sur la validation de méthodes, des matériaux de référence et des essais interlaboratoires.

La mise à disposition de matériaux de référence au niveau européen permettra d'éviter la multiplication inutile des efforts, de renforcer la confiance sur les résultats internationaux et de s'appuyer sur des labos accrédités (ISO 17025).

L'élaboration de matériaux de référence est un procédé de 3 ans en moyenne, passant par les étapes suivantes :

- sélection du matériau de départ avec caractérisation initiale
- préparation physique
- étude d'homogénéité
- étude de stabilité (court/long terme)
- caractérisation en vue de l'attribution d'une valeur avec son incertitude

Les problèmes à résoudre pour l'élaboration d'un CRM sont de 2 ordres (métrologiques et techniques)

#### → **métrologiques :**

- quantité de matériau à prévoir et sur quelle durée/utilisation (ex : intercomparaison des NRL ?)
- objectif de caractéristique (concentration, incertitude) répondant aux besoins du moment (mais qui peuvent évoluer en 3 ans !)
- traçabilité
- homogénéité
- stabilité

#### → **techniques :**

- convenance du matériau de départ
- type de matériau (filtre, poudre, ...)
- format
- quantité par lot et par unité
- emballage
- collaborations (pour l'homogénéité, la stabilité, la caractérisation)

Suite à cet exposé très général et non spécifique se posent les questions de définir les besoins : que souhaitons nous ? combien ? sur quelle durée ? à quelle concentration et avec quelle incertitude ? sur quel support : poussière sur un filtre ou un « ersatz / surrogate » ...

Les matériaux de référence actuels (d'origine NIST ou Japon) ne semblent pas cadrer avec les besoins européens (notamment sur le plan des concentrations et incertitudes, ainsi que sur la matrice « non européenne »). La bonne question est d'ailleurs « quelle est la bonne matrice ? ». Les espèces et le domaine de concentration seront fixés par la réglementation et le domaine de validité des méthodes de référence (la norme sur les métaux lourds est en cours de 2<sup>ème</sup> vote CEN).

L'objectif d'incertitude se situe en deçà de 10% pour les métaux et reste à définir pour les HAP, sachant que l'objectif de qualité des données est respectivement  $\pm 40\%$  et  $\pm 50\%$ .

Peter Woods contactera les responsables des groupes de travail du CEN sur les métaux (WG14) et HAP (WG21) pour connaître les souhaits en matière de spécifs sur les MCR. Eva Leoz (Ineris) fera part de ses souhaits à Peter Woods pour les HAP. Concernant les métaux lourds, l'expert français est Laurent ALLEMAN (remplaçant d'Antoine Robache à l'EMD)

#### **4) QA/QC dans la région européenne WHO (par Hans Guido Mücke, WHO)**

Voir position paper Aquila (doc n°37) issu des expériences JRC et allemandes

ERLAP organise des essais interlabos pour les NRLs en europe et l'Organisation Mondiale de la Santé (World Health Organisation : WHO) fait de même pour les labos d'hygiène & santé pays de l'Est et du Caucase. Dans certains cas, les labos sont les mêmes mais parfois ils sont différents

Une coordination des efforts de ces deux organisations semble judicieuse.

Les objectifs seraient :

- le contrôle qualité des mesures de la pollution des NRL et des labos d'hygiène & santé

- l'harmonisation des mesures de qualité de l'air dans la zone couverte par la WHO EURO (52 pays)

- l'échange d'expérience et d'informations entre pays des 2 blocs

Un document de cadrage a été rédigé par l'IES-JRC. Les caractéristiques principales sont les suivantes

La participation à ces exercices interlabos est obligatoire pour les NRL (voir FWD 96/62/EC).

Les interlabos sont organisés 2 fois par an et durent généralement 3 jours hors installation.

Les bancs d'essais disponibles sont ceux d'ERLAP au JRC d'Ispra (annette borowiak et Friedrich Lagler), au LUA d'Essen (Ulrich Pfeffer) et à l'UBA de Langen (Volker Stummer et Hans Guido Mücke)

Voir site [www.umweltbundesamt.de/whocc/titel/titel21.htm](http://www.umweltbundesamt.de/whocc/titel/titel21.htm)

L'utilisation des méthodes de référence est recommandée

Deux niveaux de concentration en sus du zéro sont générés pour les composés étudiés. Des interférents pourraient être introduits dans la veine gazeuse.

Les participants donnent leur résultats moyennés sur 1/2 heure ramenées aux conditions standard avec l'incertitude associée.

Le principe d'évaluation des résultats est celui du Z-score (guide ISO 43-1)

Les résultats pourraient ne pas être confidentiels

Des remarques sur le texte sont demandées avant fin mai et doivent être envoyées à Annette Borowiak.

On peut se demander s'il ne serait pas judicieux de mettre en avant l'intérêt des campagnes de mesures faites sur site sur effluents réels et permettant de mettre en œuvre l'ensemble de la méthode de mesure y compris le prélèvement, sur des échantillons à matrice réelle et sur un domaine de concentration complet grâce au système de dopage mis au point dernièrement.

En raison de son expérience le LCSQA pourrait prétendre à l'organisation de ces essais complémentaires aux essais très académiques organisés par ERLAP et WHO. L'intérêt serait la confrontation des expériences sur le terrain et le suivi de la qualité de mise en œuvre des méthodes de référence à travers les intervalles de confiance de reproductibilité.

Action envisagée: préparer sur la base du document du JRC un argumentaire sur l'intérêt des essais français. F.Mathé, Fabrice Marlière pour la partie technique d'organisation et J.Poulleau.

### **5) Stage sur l'incertitude de mesure (M. GERBOLES)**

M.Gerboles propose une demi-journée de sensibilisation au calcul d'incertitude lors des exercices interlaboratoires, la question primordiale étant de savoir à quel public s'adresse ce type de formation

P.Woods souhaiterait que l'on soit plus ambitieux (voire rapide dans la diffusion de l'information) en proposant des formations sur le calcul d'incertitude de mesure. Un papier de positionnement est demandé au JRC.

Un Workshop pourrait être organisé sur le sujet. Anton Van der Meulen animera un petit groupe de travail définissant les objectifs de ce workshop (participation de Tatiana Macé).

### **6) Tests interlabos pour les tubes à diffusion NO<sub>2</sub> (par Michel Gerboles)**

Les tubes à diffusion sont à priori reconnus comme « méthode indicative » (FWD : articles 4.3, 5, 6.3, 8 & 9. 1<sup>ère</sup> DD : article 7.3)

Différents tests ont été réalisés sur le terrain par le JRC avec la collaboration de plusieurs AASQA et de l'EMD): résultats satisfaisants avec un écart-type de référence imposé de 25%. Sur les matériaux de référence et sur les tubes dopés 50% des participants respectent un écart-type de 5%.

Les allemands affirment avoir également une bonne expérience sur les tubes NO<sub>2</sub> (exposition 14 jours)

## **7) Harmonisation du rendu des résultats donnés par les réseaux nationaux puis par les états membres au niveau européen (J. FIALA de l'AEE).**

Un fort besoin d'information émane de l'Agence Européenne concernant le processus de récupération/validation/envoi des données de la part des Etats Membres.

Ken Stevenson (AEA – UK) et Jarovslav Fiala (EEA) sont en charge de récupérer les informations. Concernant la France, l'ADEME (Joëlle Colosio) sera contactée par les participants français à AQUILA pour détailler le mode de traitement des résultats issus des réseaux (Problème d'arrondissement, des valeurs négatives, données sur les incertitudes ?)

## **8) PM 10 activity for JRC (par Luisa Marelli du JRC)**

La première partie de la campagne de validation vient de se terminer à Ispra (20 mesures en parallèle sur site rural). 2 préleveurs séquentiels avec 2 appareils de référence ont été utilisés ainsi que des TEOM FDMS. La 2<sup>ème</sup> partie sera réalisée sur Milan (sur site urbain de fond) . Une fois l'équivalence démontrée, la phase pilote sera lancée en Espagne et au Portugal (septembre/octobre). La France demande à ce que la phase pilote intègre un pays du nord de l'Europe en période hivernale (plus propice aux espèces semivolatiles). En fonction de la phase pilote, le JRC étudiera la faisabilité de la proposition française.

Le NPL est à mi-parcours de ses exercices de démonstration d'équivalence du FDMS. Il est payé pour faire cette opération, ce qui ne permet pas de répondre favorablement à la demande de partage des travaux avec les Français. Ils ont cependant favorable à un échange d'informations à l'issue des travaux.

La France demande qu'un retour des expériences des pays s'étant engagé dans ce travail de comparaison fasse l'objet d'une présentation à la prochaine réunion d'Aquila. Il est à noter que la Slovaquie (C. BURDA) possède 18 FDMS. Un retour d'expérience d'utilisateur serait le bienvenu

Les suisses d'EMPA (Robert Gehrig avec le FDMS), les belges de l'ISSEP (Marie Gohy avec la jauge bêta) et le RIVM (Ton Van der Meulen avec le FDMS) seraient assez favorables à une collaboration avec les français. L'enthousiasme du JRC pour collaborer est moins évidente mais il conviendrait de les tester en les invitant à une réunion avec les autres dont l'initiative revient à Olivier Le Bihan et François Mathé.

## **9) Essais Interlaboratoires COV (Emile de Saeger d'ERLAP)**

Emile de Saeger indique qu'une campagne benzène sur les échantillons passifs pourrait être réalisée à partir d'une des chambres d'exposition qui existe au NPL, à l'INERIS, au NMI, ou au VITO. Se pose la question de la durée d'exposition qui serait entre 1 et 5 jours (donc assez éloignée de la durée usuelle)

Une campagne BTX à Ispra sera réalisée en Octobre (échantillonnage passif ou actif).

Une circulation de mélanges de VOC en bouteilles/canisters pourrait aussi être organisée (le JRC et le NPL doivent avoir un échange au sujet du nombre de composés et du type d'emballage à utiliser)

Il est demandé à Emile de Saeger de rédiger assez rapidement un protocole d'essais et de proposer des dates.

## 10) Points divers

Un rapide résumé des exercices d'intercomparaison internationaux CCQM K26 (SO<sub>2</sub>, NO) impliquant les laboratoires nationaux de métrologie est effectué (12 participants, écart < 1% pour le NO à 720 ppb, écart de -1,5% à + 5% pour SO<sub>2</sub> à 280 ppb)

Les résultats ont montré :

- une décroissance de la concentration des mélanges gazeux au cours du temps, la valeur de cette décroissance dépendant des bouteilles,
- une dispersion des concentrations,
- une dispersion en terme de valeurs d'incertitude entre les participants

Deux thématiques ont été abordées pour un éventuel workshop :

- Incertitude de mesure,
- Accréditation.

La date de la prochaine réunion est fixée à la semaine 46 (du 14 au 18/11, sous réserve)

**Extrait de l'annexe technique de la convention avec le  
MEDD relative aux travaux LCSQA 2005**

## REGLEMENTATION ET NORMALISATION

(Etude conjointe INERIS-EMD-LNE)

### CONTEXTE ET OBJECTIFS

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.

Enfin, en 2005, le LCSQA s'impliquera, dans l'expertise des Programmes de Surveillance de la Qualité de l'Air, élaborés par les AASQA, en lien avec le MEDD et l'ADEME.

### TRAVAUX PROPOSES POUR 2005

Au plan de la normalisation :

#### **Suivi des travaux du CEN TC 264 Qualité de l'air :**

- Représentation française au Comité Technique (3 experts)
- Participation au Groupes de travail : WG 15 (PM 2.5, WG 18 (méthodes à long trajets optiques), WG 20 HAP, WG 21 (retombées) et WG 22 (certification). Ces WG concernent 6 experts au plan LCSQA. Ils ont un caractère stratégique, notamment le WG22, qui a pour objectif d'établir les règles du futur système européen de certification des analyseurs de la qualité de l'air ainsi qu'à l'émission.

***Dans le cadre du WG sur les HAP, le LCSQA continuera à participer aux essais organisés par le WG. En 2005, la campagne d'essai « été » d'intercomparaison des systèmes de prélèvements, comprenant l'étude de l'interférence de l'ozone, sera organisée par la France (LCSQA/INERIS), sur un site en région parisienne (accueil prévu à AIRPARIF). Les travaux vont également s'intéresser aux dépôts, dont la mesure est demandée par la 4ème Directive fille.***

Un nouveau WG concernant le mercure (cf 4ème Directive fille) doit également commencer ces travaux en 2005. Il sera suivi par un expert.

Suivi des travaux de l'ISO TC 146, et notamment des sous comités SC 3 (air ambiant) et SC4 (aspects généraux).

Animation et suivi des travaux au plan français :

- Présidences des commissions françaises X43D - Air Ambient (+3 experts) et X43E - Aspects Généraux (+3 experts).
- Participation à la commission X43A - Commission générale (3 experts)
- Animation du GT Ad Hoc AFNOR « Etalonnage » (1 animateur + 3 experts)
- Animation des GT Ad Hoc AFNOR « Retombées sèches » & « Pesticides » (1 animateur + 1 expert)

Les normes CEN concernant les méthodes de référence pour la mesure du SO<sub>2</sub>, de NO/NO<sub>2</sub>, de l'ozone et du CO ont suscité beaucoup de travail et de discussions au plan AFNOR en 2004. L'essentiel du travail est maintenant terminé et il reste à valider les traductions et à mettre en cohérence les applications au niveau des AASQA. On actualisera début 2005 l'estimation de l'impact financier de la mise en application de ces textes (cf note rédigée en 2002).

Participation à AQUILA

Comme indiqué plus haut, cette participation (trois experts LCSQA) à l'association des laboratoires de référence est politiquement importante. Rappelons qu'AQUILA a été créée à l'instigation du JRC Ispra, et que le MEDD a désigné le LCSQA comme participant. AQUILA permet des échanges d'informations et se propose de fournir un appui technique à la Commission. En dehors des réunions (1 à 2 par an), les contacts se poursuivent par correspondance.

Animation de l'ACIME

La marque NF Instrumentation pour l'Environnement, créée fin 2003 à l'instigation de l'INERIS, du LNE et bien entendu d'Afnor Certification, doit continuer à se développer et évoluer : certification de constructeurs étrangers, extension aux appareils de mesure de poussières et aux générateurs étalons d'ozone, recherche de partenariat avec d'autres systèmes (TÜV, Mcerts).

### **Expertise des PSQA**

***Les Programmes de Surveillance de Qualité de l'Air (PSQA) établissant les modalités de surveillance et de rapportage d'une information normalisée relative à l'évolution spatiale et temporelle des concentrations des polluants atmosphériques réglementés sont élaborés par chaque AASQA. Ils sont basés sur la mise en oeuvre de différentes méthodes d'analyse, métrologiques et numériques, dont l'usage doit être correctement justifié sur les zones géographiques considérées.***

***Le LCSQA propose de mener en 2006, une évaluation de ces travaux, à partir d'une grille de lecture définie au préalable, à partir :***

- ***des objectifs des PSQA (par exemple par rapport aux modalités de surveillance et de reportage de l'information, ou aux contraintes sur l'incertitude...)***
- ***du document de cadrage de l'ADEME***
- ***des outils disponibles pour l'évaluation de la qualité de l'air : inventaires d'émissions, mesures fixes, campagnes, modélisation...***
- ***des synergies possibles entre ces méthodes***

**COLLABORATIONS**

INERIS, LNE  
AASQA, ADEME, JRC Ispra