



INSTITUT NATIONAL DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL ET DES RISQUES

## **Certification et accréditation du laboratoire d'évaluation**

Laboratoire Central de Surveillance  
de la Qualité de l'Air

**Convention 41/2000**

*Olivier LE BIHAN*

*Unité Qualité de l'air  
Direction des Risques Chroniques*

DECEMBRE 2001

# Certification et accréditation du laboratoire d'évaluation

Laboratoire Central de Surveillance  
de la Qualité de l'Air

Convention 41/2000

## PERSONNES AYANT PARTICIPE A L'ETUDE

Olivier Le Bihan – Hervé Pernin – Yves Godet – Catherine Gondcaille

Ce document comporte 9 pages (hors couverture et annexes).

|         | Rédaction                                | Vérification                               | Approbation       |
|---------|------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------|
| NOM     | Olivier LE BIHAN                         | Rémi PERRET                                | Martine RAMEL     |
| Qualité | Ingénieur de l'Unité Qualité<br>de l'Air | Responsable de l'Unité<br>Qualité de l'Air | Responsable LCSQA |
| Visa    |                                          |                                            |                   |

## **TABLE DES MATIERES**

|                                                                                                |          |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| <b>1. INTRODUCTION .....</b>                                                                   | <b>3</b> |
| <b>2. CERTIFICATION DES ANALYSEURS (PARTIE AIR AMBIANT) .....</b>                              | <b>3</b> |
| 2.1 Contexte européen.....                                                                     | 3        |
| 2.2 Liste de spécifications françaises .....                                                   | 4        |
| 2.3 Valorisation des évaluations françaises .....                                              | 6        |
| 2.4 Analyseurs de poussières : évaluation et possibilités de certification .....               | 6        |
| <b>3. ACCREDITATION DU LABORATOIRE D’EVALUATION, REDACTION<br/>DES MODES OPERATOIRES .....</b> | <b>8</b> |
| <b>4. LISTE DES ANNEXES .....</b>                                                              | <b>9</b> |

## 1. INTRODUCTION

---

Deux axes de travail ont été suivis en 2001 :

- La mise en place d'un système de certification des analyseurs : un double objectif sous-tend ces travaux : l'élaboration d'un référentiel d'appui aux procédures d'achat et de gestion du matériel pour les réseaux, selon une philosophie proche de celle élaborée au sein du GT9 du TC 264, et la maîtrise des incertitudes.
- La préparation à l'accréditation du laboratoire d'évaluation avec, en particulier, la rédaction des modes opératoires.

## 2. CERTIFICATION DES ANALYSEURS (PARTIE AIR AMBIANT)

---

### 2.1 CONTEXTE EUROPEEN

Le groupe de travail nouvellement créé « certification schème » (CEN TC 264 WG 22) s'est réuni pour la première fois les 18 et 19 octobre à Londres. La France était représentée par les trois partenaires du LCSQA (EMD, LNE, INERIS) et par Env. SA.

Cette première réunion a été consacrée notamment à confirmer les conclusions du GT ad hoc dont les travaux préparatoires avaient conduit à la création du WG 22, puis à préciser les objectifs et les modalités de fonctionnement du WG.

Il a été acté que le WG devrait rédiger une norme générique, définissant les exigences d'un système de certification européen des systèmes de mesure automatiques de la qualité de l'air.

La norme devrait couvrir les aspects suivants, avec une approche commune pour l'air ambiant et les émissions à l'atmosphère :

- 1) les exigences de performances minimales pour les systèmes automatiques (en détaillant les aspects spécifiques aux substances, aux process impliqués et à la vérification périodique du matériel sur site, donc un grand nombre de cas de figure devraient être couverts),
- 2) les exigences générales minimales pour les procédures et rapports d'évaluation (en laboratoire + sur site aboutissant à la certification) et au contrôle des appareils sur site (incluant notamment les contrôles qualité),
- 3) les exigences minimales pour les procédures de certification du matériel,
- 4) les exigences minimales pour l'accréditation des laboratoires d'évaluation et des organismes de certification, selon respectivement les référentiels ISO EN 17025 et EN 45011.

Le WG s'est fixé l'objectif de soumettre au Comité Technique 264 un texte dans un délai de trois ans, délai qui peut paraître important mais est de toute évidence justifié par la nécessité d'harmoniser les approches des différents pays, y compris au niveau des détails techniques (définitions, référentiels d'essais), comme le montrent les discussions en cours pour le rapprochement des systèmes allemand et britannique.

## 2.2 LISTE DE SPECIFICATIONS FRANÇAISES

Il s'agissait d'amender et de valider les premières propositions de spécifications techniques établies par l'INERIS.

En effet, une première liste de spécifications avait été établie par l'INERIS en mai 2000, sur la base des évaluations d'analyseurs utilisés pour la surveillance de la qualité de l'air (évaluations INERIS de 1991 à 2000, conformément à la norme NF X 20-300).

Un document a suivi à l'automne 2000, comparant des caractéristiques analogues fixées dans différents systèmes de certification pratiqués aux USA et en Allemagne, en négociation au Royaume-Uni, et en cours d'élaboration sur le plan européen. Les valeurs de spécifications proposées par l'INERIS étaient comparables aux valeurs utilisées dans les autres systèmes.

Le groupe de travail AFNOR " Qualité de l'air - Certification " a été créé à l'initiative de la commission X43 A. Il est composé de représentants du MATE, de l'ADEME, du LCSQA, des AASQA, et des constructeurs, et est animé par Hervé Pernin. Au cours de sa réunion du 4 Avril 2001, les spécifications proposées par l'INERIS ont été discutées en tenant compte des normes existantes ou en projet (en particulier prEN), et des systèmes de certification ou d'agrément déjà existants au niveau européen (Mcert au Royaume Uni, agréments TÜV-UBA en Allemagne).

Le groupe de travail a donc proposé une liste de caractéristiques à retenir. Pour certaines, des spécifications et des valeurs limites ont été fixées.

Rappel des normes en vigueur en matière d'évaluation :

- ISO 9169 : 1994, " Qualité de l'air – Détermination des caractéristiques de performance des méthodes de mesurage "
- NF X 20-300 : 1994, " Qualité de l'air – Evaluation des caractéristiques des analyseurs de gaz sur banc d'essai "

Sur le plan français, c'est la norme X 20-300 qui fait référence, et ce jusqu'à ce que l'ISO 9169 (en cours de révision) soit disponible. A l'issue des réflexions du groupe de travail " Qualité de l'Air – Certification ", il a été décidé que, pendant cette période transitoire, un système intermédiaire serait appliqué.

Dans ce cadre, une liste de spécifications et de valeurs limites, transitoires, ont été retenues (réunion AFNOR du 4 avril 2001) :

|                                   | SO <sub>2</sub> | O <sub>3</sub> | CO         | NO <sub>2</sub> /NO | BTX   | COVM /NM                        |
|-----------------------------------|-----------------|----------------|------------|---------------------|-------|---------------------------------|
| Étendue d'échelle( ppb)           | 0-1000          | 0-1000         | 0-100 ppm  | 0-1000 ppb          | 0-60  | 0-10 ppm                        |
| Limite de quantification (ppb)    | 5               | 2              | 0,2 ppm    | 5                   | 0,5   | 0,2                             |
| Temps de réponse (secondes)       | 220             | 220            | 220        | 220                 | N/A   | 220                             |
| Répétabilité (ppb)                | 5               | 2,5            | 0,2 ppm    | 5                   | 0,5   | 0,2 ppm                         |
| Linéarité (%)                     | 5               | 5              | 5          | 5                   | 5     | 5 % voie méthane<br>10% voie NM |
| Étendue de (ppb)                  | 20-1000         | 20-1000        | 20-100 ppm | 20-1000             | 10-60 | 1-10 ppm                        |
| Dérive de zéro (ppb/j)            | 2               | 2              | 0,2 ppm/j  | 2                   | N/A   | 0,2 ppm/j                       |
| Dérive d'échelle (%/j)            | 1               | 1              | 1          | 1                   | 1     | 1                               |
| Effet de la pression (%/kPa)      |                 | 1              | 1          | 1                   | N/A   | 1                               |
| Influence de la température (%/K) | 0,3             | 0,3            | 0,3        | 0,3                 | 0,3   | 0,3                             |

N/A : non applicable

Le 4 avril 2001, ce groupe de travail a également retenu des caractéristiques dont les spécifications et les valeurs limites sont encore à fixer. Elles seront appliquées dans le futur système de certification français.

On trouvera, ci-après, la liste de ces caractéristiques :

|                           | Méthode de référence                                                                                                                                                                                                                                                       |
|---------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Exigences générales       | NF X 20-300 en attendant la révision de l'ISO 9169                                                                                                                                                                                                                         |
| Principe de mesure        | Décret du MATE fixant les méthodes normalisées à utiliser                                                                                                                                                                                                                  |
| Caractéristiques          | Mesures à effectuer                                                                                                                                                                                                                                                        |
| Plage de fonctionnement   | Étendue de mesure<br>Limite de quantification                                                                                                                                                                                                                              |
| Temps de réponse          | Temps de réponse                                                                                                                                                                                                                                                           |
| Fidélité                  | Répétabilité en laboratoire<br>Répétabilité sur site avec 2 appareils (pr EN GT 12)                                                                                                                                                                                        |
| Justesse                  | Linéarité                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Constance                 | Dérive à court terme (24 h) en laboratoire<br>Dérive à long terme (3 mois) sur site<br>Intervalle entre 2 interventions (revendication de constructeurs)                                                                                                                   |
| Influences extérieures    | Pression de l'échantillon<br>Température ambiante<br>Température de l'échantillon<br>Tension de l'alimentation électrique<br>Hygrométrie de l'échantillon (intégrer H <sub>2</sub> O aux interférents en g/m <sup>3</sup> )<br>Interférents (en appui sur les travaux CEN) |
| Caractéristiques diverses | Efficacité du convertisseur NO <sub>2</sub> /NO<br>Temps de calibrage (sur site, indicatif)<br>Temps de chauffe (informatif)                                                                                                                                               |
| Incertitude globale       | Calcul selon ISO 14956 (informatif)                                                                                                                                                                                                                                        |

Pour ce qui concerne l'incertitude de mesure, la méthode de calcul est définie par la norme ISO 14 956, complétée par les exigences spécifiques des normes « méthodes de référence ». L'incertitude est calculée à partir des résultats de l'évaluation, selon le polluant et la technique analytique concernés. Dans le cadre du système transitoire mis en place par le GT AFNOR « Qualité de l'Air – Certification », cette méthode de calcul d'incertitude n'est pas applicable : le nombre de caractéristiques évaluées jusqu'à présent est trop limité.

Par ailleurs, toujours dans ce groupe de travail, des exigences complémentaires devraient être établies sur les performances et le calcul des incertitudes pour l'ensemble : prélèvement, analyseur et calibrage.

## 2.3 VALORISATION DES EVALUATIONS FRANÇAISES

Dans le système français, il n'existe à ce jour aucun document regroupant des exigences générales décrivant de façon précise le cadre formel des évaluations, et présentant les travaux réalisés. Il devient indispensable de proposer un document, à l'image de l'ouvrage de synthèse réalisé en Allemagne en 1992 (" Determination and evaluation of ambient air quality. Manual of ambient air quality control in Germany ". Pr Dr E. Lahmann, 1992. Federal Minister for the Environnement, Nature, Conservation and Nuclear Safety).

Ce document est en cours de rédaction à l'INERIS et devrait être disponible fin janvier 2002 en version française. Une version en langue anglaise est prévue pour juin 2002.

Ce document est composé de deux parties :

- La première présente :
  - Le contexte législatif et normatif des évaluations d'appareils de mesure
  - Les principes généraux de mesures des polluants (NO<sub>x</sub>, O<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, CO, COV M/NM, BTX)
  - Les spécifications retenues (cf. tableau ci-dessus) et la méthode de mesurage, en accord avec le GT AFNOR " Qualité de l'Air - Certification "
- La seconde partie, sous forme de fiches, présente les appareils évalués à l'INERIS depuis 1991 :
  - Photographie de l'appareil, schéma fluidique de montage
  - Caractéristiques et domaine d'application
  - Fonctionnement
  - Résultats des mesures d'évaluation (selon la norme NF X 20-300), pour les spécifications transitoires retenues par le GT AFNOR " Qualité de l'Air - Certification "

## 2.4 ANALYSEURS DE POUSSIÈRES : EVALUATION ET POSSIBILITES DE CERTIFICATION

Il s'agissait ici de faire un état des lieux des systèmes d'évaluation des analyseurs de poussières, et des systèmes de certification associés.

Quatre systèmes ont été identifiés : Etats-Unis, Grande Bretagne, Allemagne, et Europe.

### 2.4.1 Le système EPA

Le Ministère de l'Environnement des Etats-Unis a réalisé en 1997 une révision de sa législation sur la qualité de l'air.

Il dispose désormais d'un référentiel de certification extrêmement précis portant sur la détermination des fractions PM 10 et PM 2,5 de particules en suspension.

La méthode de référence choisie est la méthode gravimétrique (prélèvement sur filtre/pesée). Les essais portant sur des méthodes « candidates » comportent une phase laboratoire, et une phase terrain. Ils sont extrêmement détaillés dans le cas de méthodes sur filtre proches de la méthode de référence. La situation est différente en ce qui concerne les méthodes dites « prospectives » (microbalance, jauge  $\beta$ , etc.) : il a été décidé que les essais soient définis au cas par cas par l'EPA. Le texte législatif ne contient donc aucun descriptif à leur sujet.

On peut penser que ce choix s'explique par un retour d'expérience ; en effet, des campagnes d'intercomparaison ont été réalisées avec pour objectif l'utilisation conjointe de la méthode de référence, et de méthodes très répandues telles que la microbalance et la jauge  $\beta$ . De nombreux biais sont apparus, dus non pas au manque de qualité des appareils, mais plutôt à leur différence de comportement vis à vis du caractère très changeant de l'aérosol.

Il convient de noter également, l'exigence d'un référentiel qualité au niveau de la production des appareils.

### 2.4.2 Niveau européen

La situation au niveau européen est en pleine évolution.

Après publication d'une norme sur la détermination de la fraction PM10 [prélèvement sur filtre/pesée - EN 12341], les travaux CEN portent actuellement d'une part sur des intercomparaisons terrain de matériels (WG 264 GT 15 « PM 2,5 » - J.L. Houdret, EMD) et d'autre part sur un référentiel général de certification (WG 264 GT 22 « Certification »).

### 2.4.3 Le système allemand

Ce système est opérationnel depuis longtemps, mais est actuellement en cours d'actualisation. Les documents correspondants nous seront prochainement envoyés en version anglaise, et feront l'objet d'une synthèse.

### 2.4.4 Le cas britannique

Le Royaume-Uni développe depuis 1998 un système de certification basé sur les normes internationales et européennes, MCERTS. L'effort a porté tout d'abord sur les mesures à l'émission.

Au niveau de la qualité de l'air, existent d'une part, un document de travail très détaillé (spécifications nombreuses, procédures de test), et d'autre part un texte officiel assez succinct, paru en novembre 2000.

Ce dernier se présente sous la forme de spécifications sur les appareils. La partie « mesure des particules » concerne les aspects PM10 / 2.5 ; la norme EN 12341 est prise en référence ; les spécifications sont divisées en deux groupes : tests en laboratoire, et tests sur le terrain.

La démarche britannique semble donc originale par le fait d'avoir produit rapidement un texte général, et de poursuivre par ailleurs ses travaux afin de préciser ultérieurement son référentiel, et tout particulièrement les procédures.

#### **2.4.5 Conclusion**

Qu'il s'agisse de systèmes établis ou en cours d'élaboration, la certification des systèmes de mesure des particules se heurte actuellement à des problèmes de métrologie, dus principalement à l'hétérogénéité et à la variabilité de l'aérosol.

Il est difficile de mettre en place une méthode « absolue », à la fois en ce qui concerne la mesure mais aussi la production d'aérosols. Cette complexité empêche de suivre la démarche adoptée pour les gaz. La notion de méthode de référence devient délicate, et par-là même la notion de méthode équivalente.

Par ailleurs, des éléments intéressants sont à noter : l'importance des essais terrains (tous systèmes), l'introduction d'exigences qualité sur le site de production (EPA).

Des contacts ont été mis en place afin de suivre au plus près ces développements.

### **3. ACCREDITATION DU LABORATOIRE D'EVALUATION, REDACTION DES MODES OPERATOIRES**

---

Il est clair que, à moyen terme, les différents systèmes de certification nationaux prendront en compte les résultats d'évaluation obtenus par différents laboratoires ; à condition que les compétences de ces derniers soient reconnues. C'est la raison pour laquelle l'INERIS a entrepris les travaux en vue d'obtenir son accréditation par le COFRAC.

L'évaluation des analyseurs est basée sur un tronc commun (normes générales ISO 9169 et NFX 20-300), complété par des normes (ou projets) européennes ou françaises, spécifiques à la mesure de certains composés.

Dans l'optique d'une accréditation, ce cadre normatif doit être complété par des documents plus précis, dont la rédaction est en cours à l'INERIS.

Les documents rédigés à ce jour, et en cours d'approbation interne sont les suivants :

- Plan qualité
- Rédaction d'un cahier des charges pour l'évaluation des analyseurs de gaz (voir projet IM0951AA joint en annexe)
- Programme d'évaluation des analyseurs de pollution atmosphérique
- Validation d'un banc d'évaluation d'analyseurs de gaz
- Incertitudes sur les caractéristiques déterminées au cours de l'évaluation d'analyseurs de pollution atmosphérique (voir projet DI0469 AA joint en annexe)

Le dépôt d'un dossier d'accréditation au COFRAC a été différé, en raison du départ de Hervé Pernin qui était en charge de ce dossier, et de son remplacement par Olivier Le Bihan, qui n'est intervenu qu'en septembre 2001.

## 4. LISTE DES ANNEXES

[illegible]

## **A N N E X E A**

**« Rédaction d'un cahier pour l'évaluation  
des analyseurs de gaz »**

## **ANNEXE B**

**« Incertitudes sur les caractéristiques déterminées au cours de l'évaluation d'analyseurs de pollution atmosphérique »**