



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Surveillance de la qualité de l'air : Description du système français d'assurance qualité

NOVEMBRE 2010

*Tatiana Macé (LNE)
François Mathé (EMD)
Eva Léoz-Garziandia (INERIS)*





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 Générale de l'énergie et du climat du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable, des Transports et du Logement (MEDDTL) 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.

**LABORATOIRE NATIONAL DE METROLOGIE
ET D'ESSAIS**

Pôle Chimie et Biologie

**Surveillance de la qualité de l'air : Description du
système français d'assurance qualité**

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**Surveillance de la qualité de l'air : Description du
système français d'assurance qualité**

**INSTITUT NATIONAL DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL
ET DES RISQUES**

DIRECTION DES RISQUES CHRONIQUES

Unités

**Chimie, métrologie, essais
et Sources et Emissions**

**Surveillance de la qualité de l'air : Description du
système français d'assurance qualité**

Eva LEOZ-GARZIANDIA

**Programme 2010
DRC-10-111565-11330A**

Novembre 2010

RESUME

Les enjeux de la pollution atmosphérique, que ce soit pour la prévention ou pour la protection de la santé et de l'environnement ont conduit le Ministère chargé de l'Environnement à structurer un dispositif national de surveillance dans le cadre de la loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie (LAURE).

Ainsi, dès le début des années 90, ***l'Ecole des Mines de Douai (EMD), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et l'Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS) se sont vus confiés des programmes de travaux annuels dans le cadre d'une nouvelle structure à savoir le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) et l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) a été chargée de la coordination technique des activités de surveillance au titre de la LAURE*** (coordination technique du LCSQA, gestion de diverses bases de données dont celle utilisée pour le reporting européen, soutien financier auprès des AASQA pour le déploiement de moyens de surveillance ...).

Localement, la surveillance de la qualité de l'air est confiée aux Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) dont les principales missions sont la mise en œuvre de la surveillance et de l'information sur la qualité de l'air, la diffusion des résultats et des prévisions, la transmission immédiate aux préfets et au public des informations relatives aux dépassements ou prévisions de dépassements des seuils d'alerte et de recommandations.

Les missions du LCSQA visent à :

- ü ***Appuyer le Ministère chargé de l'Environnement sur les aspects stratégiques, techniques et scientifiques dans sa politique de surveillance de la qualité de l'air y compris au niveau européen.***
- ü ***Contribuer à assurer la qualité des mesures et des informations relatives à la qualité de l'air, en transférant aux AASQA les technologies développées en son sein et en effectuant les actions nationales nécessaires.***

En 2010, la gouvernance nationale de la politique de l'air, sous l'autorité de l'état, a été redéfinie. La coordination nationale du dispositif de surveillance de la qualité de l'air a ainsi été confiée au LCSQA en étroite collaboration avec les AASQA tandis que l'ADEME assurera un appui technique auprès du Ministère chargé de l'Environnement pour le renforcement des programmes d'actions de prévention et de réduction des émissions de polluants dans l'air.

Dans cette nouvelle organisation, ***le réseau composé du LCSQA et des AASQA devient le pilier de la surveillance de la qualité de l'air en France, garantissant une expertise de haut niveau cohérente sur l'ensemble du territoire et valorisable au niveau européen.***

Dans ce contexte, ***le présent rapport fait le bilan et la synthèse du système français d'assurance qualité mis en place depuis la création du LCSQA.***

Ce système permet entre autres :

- ü De ***garantir la qualité, la justesse et la traçabilité des mesures*** par la mise en place de procédures de raccordement des mesures aux étalons de référence nationaux et par la participation du LCSQA et des AASQA à des exercices d'intercomparaison ;
- ü D'***estimer les incertitudes de mesure*** en s'appuyant sur différentes démarches (Approche intra-laboratoire en se basant sur la méthode décrite dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005:1999 (GUM) et sur les normes européennes de référence correspondantes ; approche inter-laboratoires en exploitant les résultats de mesures issus de comparaisons interlaboratoires).

La mise en place d'un tel système a permis d'acquérir une solide expérience et des compétences pointues dans le domaine des mesures de pollution atmosphérique au niveau français et d'obtenir ainsi une reconnaissance française au niveau européen comme par

exemple, l'obtention de la présidence de l'association AQUILA par le LCSQA-EMD à partir de mi-2011 et ceci pendant 3 ans.

L'avantage de ce système réside également dans le fait qu'il permet une amélioration constante des connaissances techniques et une optimisation métrologique des outils de mesure utilisés, ce qui peut être mis à profit pour :

- ü Une meilleure compréhension des mécanismes de formation des polluants qui sont les éléments clés dans le cadre de la modélisation,
- ü La recherche et le développement de nouveaux outils de mesure, de modélisation et de prévision (collaboration avec les constructeurs, les laboratoires universitaires...),
- ü La valorisation de l'expérience française par des publications, par la participation à des groupes de travail, à des séminaires, à des comités de normalisation...

En ce sens, ***cette synthèse a permis de mettre en évidence des axes de progrès, ou des voies d'amélioration non seulement du système d'assurance qualité lui-même, mais également sur la métrologie, afin d'une part d'améliorer la qualité des mesures mais également de continuer à apporter des éléments nécessaires à la compréhension des mécanismes de formation de polluants et/ou à la modélisation.***

Ainsi, en ce qui concerne le système d'assurance qualité, il conviendrait de :

- ü Poursuivre le développement d'étalons de référence pour les nouveaux polluants afin de pouvoir assurer leur traçabilité,
- ü Continuer à optimiser et à homogénéiser les pratiques mises en œuvre dans le dispositif de surveillance de la qualité de l'air,
- ü Mettre à jour les règles de validation des données mesurées dans les stations,
- ü Répondre à la demande européenne d'extension à de nouveaux types de polluants (par exemple carbone organique (OC), carbone élémentaire (EC), anions, cations...), en ayant le souci d'adapter les moyens de mesure aux gammes de concentration observées.

En parallèle, afin d'améliorer la qualité des mesures réalisées dans l'air ambiant, des actions devraient être engagées par exemple sur :

- ü Le développement de nouveaux outils de mesure (analyseur spécifique pour la mesure du NO₂, analyseur de particules),
- ü Le comportement des appareils dans des conditions "extrêmes" (implication des AASQA des DOM pour pouvoir réaliser des essais).

SOMMAIRE

1. CONTEXTE	1
2. OBJECTIFS	2
3. BIBLIOGRAPHIE	2
3.1 TEXTES REGLEMENTAIRES	2
3.2 TEXTES NORMATIFS	3
3.3 AUTRES TEXTES DE REFERENCE	4
4. CADRE REGLEMENTAIRE POUR LA SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR	4
4.1 AU NIVEAU EUROPEEN	4
4.2 AU NIVEAU FRANÇAIS	5
5. DISPOSITIF NATIONAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR : LES PRINCIPAUX ACTEURS	5
5.1 HISTORIQUE	5
5.2 MISSIONS DES PRINCIPAUX ACTEURS	6
6. DESCRIPTION DU SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE DES MESURES EFFECTUEES EN AIR AMBIANT	9
6.1 CONTEXTE	9
6.2 OBJECTIFS	9
6.3 MISE EN ŒUVRE D'APPAREILS DE MESURE HOMOLOGUES POUR LA MESURE DE LA QUALITE DE L'AIR AMBIANT (SITUATION FRANÇAISE EN 2010)	11
6.4 DECLINAISON DU SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE EN FRANCE	14
7. DESCRIPTION DES ETALONS DE REFERENCE	16
7.1 COMPOSES SO ₂ ET NO ₂	16
7.2 COMPOSES NO, CO ET BTX	17
7.3 COMPOSE O ₃	18
7.4 PERSPECTIVES	18
8. MISE EN PLACE DES CHAINES NATIONALES D'ETALONNAGE	20
8.1 CAS DES POLLUANTS GAZEUX : SO ₂ , NO/NO _x , O ₃ , CO ET BTX	20
8.2 CAS DES POLLUANTS PARTICULAIRES	25
8.3 CAS DES AUTRES POLLUANTS	26
8.4 ESTIMATION DES INCERTITUDES	26

9.	APPROCHE INTRA-LABORATOIRE : ESTIMATION DES INCERTITUDES SELON LE GUM	28
9.1	OBJECTIF	28
9.2	DESCRIPTION DE LA METHODE INTRA-LABORATOIRE D'ESTIMATION DES INCERTITUDES	29
9.3	ORGANISATION DE SESSIONS DE FORMATION A L'ESTIMATION DES INCERTITUDES POUR LES MESURAGES AUTOMATIQUES DE SO ₂ , NO, NO ₂ , NO _x , O ₃ ET CO	29
9.4	MISE A DISPOSITION D'UN DOCUMENT DE RECOMMANDATIONS TECHNIQUES POUR LA MISE EN ŒUVRE DU FASCICULE DE DOCUMENTATION FD X43-070-1	30
10.	APPROCHE INTER-LABORATOIRES : CONTROLE QUALITE DU DISPOSITIF ET ESTIMATION DES INCERTITUDES	31
10.1	OBJECTIFS DES CAMPAGNES D'INTERCOMPARAISON	31
10.2	DESCRIPTION DES DIFFERENTS TYPES DE CAMPAGNES D'INTERCOMPARAISON MENEES EN AIR AMBIANT	31
10.3	COMPARAISONS ORGANISEES DANS LE CADRE DU BIPM ET D'EURAMET	32
10.4	COMPARAISONS EUROPEENNES ORGANISEES PAR LE JOINT RESEARCH CENTER (JRC)	35
10.5	COMPARAISONS ORGANISEES PAR LES NIVEAUX 2	42
10.6	COMPARAISONS AU NIVEAU 3 ORGANISEES PAR LE LCSQA-LNE POUR LES COMPOSES GAZEUX	43
10.7	COMPARAISONS AU NIVEAU 3 ORGANISEES PAR LE LCSQA-INERIS POUR LA MESURE EN CONTINU DES COMPOSES GAZEUX ET DES PARTICULES	47
10.8	COMPARAISONS ORGANISEES PAR LE LCSQA AVEC LES LABORATOIRES D'ANALYSE PRESTATAIRES DES AASQA	57
11.	SYNTHESE DES STRATEGIES MENEES PAR D'AUTRES PAYS EN MATIERE D'ASSURANCE QUALITE	67
11.1	ASSURANCE QUALITE EN ANGLETERRE	68
11.2	ASSURANCE QUALITE EN HOLLANDE	69
11.3	ASSURANCE QUALITE EN AUTRICHE	70
11.4	ASSURANCE QUALITE EN ALLEMAGNE	71
11.5	ASSURANCE QUALITE EN ESPAGNE	72
12.	CONCLUSION GENERALE	72
13.	PERSPECTIVES	74
14.	ANNEXES	75
14.1	ANNEXE 1 : DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE	75
14.2	ANNEXE 2 : EXIGENCES REGLEMENTAIRES EUROPEENNES POUR LES POLLUANTS GAZEUX ET LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT	77
14.3	ANNEXE 3 : LISTE DES APPAREILS POUVANT ETRE UTILISES EN AASQA POUR LA SURVEILLANCE REGLEMENTAIRE DE LA QUALITE DE L'AIR	81
14.4	ANNEXE 4 : POSITION DU LNE AUX NIVEAUX NATIONAL ET INTERNATIONAL	84
14.5	ANNEXE 5 : PORTEE DETAILLEE DE L'ACCREDITATION DU LNE (ACCREDITATION N°2-54)	87

1. CONTEXTE

Créé en 1991 par le Ministère en charge de l'Environnement, à partir de compétences existantes au sein du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), de l'Ecole des Mines de Douai (EMD) et de l'Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques (INERIS), le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) a pour mission de définir et d'élaborer les meilleures techniques de surveillance de la qualité de l'air, servant de référence tant aux niveaux national qu'europpéen.

Afin de consolider son rôle d'appui aux autorités publiques, renforcer son influence au niveau européen et asseoir son action auprès des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), le LCSQA a été transformé en Groupement d'Intérêt Scientifique en décembre 2005. En 2007, le contrat d'objectif 2007-2011 a permis de mieux définir les priorités d'action ainsi que les grands axes de recherche du LCSQA.

Les missions générales du LCSQA sont :

- ü D'appuyer le Ministère en charge de l'Environnement sur les aspects stratégiques, techniques et scientifiques dans sa politique de surveillance de la qualité de l'air (selon les Directives européennes relatives à la qualité de l'air ambiant et la Loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie du 30 décembre 1996), y compris au niveau européen. A ce titre, il contribue également à la déclinaison au niveau local de la stratégie nationale.
- ü En tant qu'organisme de référence notifié par le Ministère en charge de l'Environnement en application de l'article 3 de la Directive 2008/50/CE concernant la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe, **de contribuer à assurer la qualité des mesures et des informations relatives à la qualité de l'air** des AASQA, en leur transférant les technologies développées en son sein et **en effectuant les actions nationales nécessaires**.

Dans ce contexte, les actions présentées dans ce rapport de synthèse, décrivent le système d'assurance qualité mis en place en France par le LCSQA en collaboration avec les AASQA.

Ce rapport concerne la métrologie des polluants atmosphériques (polluants réglementaires : gaz, particules, composés organiques volatils, métaux, HAP - ou considérés comme sensibles : pesticides, etc.), y compris l'élaboration et le maintien des matériaux de référence et des étalons primaires nationaux. L'implication du LCSQA sur la modélisation, le traitement des données pour l'élaboration de cartographies, de stratégies d'échantillonnage et d'outils de prévision, les aspects informatiques liés à la surveillance, et notamment la transmission fiabilisée des données de surveillance, bien que très importante, n'est pas traitée dans le présent document.

Ainsi, afin d'assurer la qualité métrologique des données des AASQA, le LCSQA réalise les activités permanentes essentielles au dispositif : mise en place et fonctionnement des chaînes nationales d'étalonnage; organisation de **comparaisons inter laboratoires**; estimation des **incertitudes** liées aux systèmes de mesure, campagnes de mesure ...

De plus, Le Ministère chargé de l'Environnement s'appuie sur le LCSQA pour assurer une représentation de la France dans les instances européennes relatives à la normalisation, à la réglementation sur la surveillance de la qualité de l'air et aux travaux techniques (CEN, AQUILA ...).

En 2010, la gouvernance nationale de la politique de l'air, sous l'autorité de l'état, a été redéfinie dans 2 arrêtés : celui du 29 juillet 2010 portant désignation d'un organisme chargé de la coordination technique de la surveillance de la qualité de l'air au titre du code de

l'environnement (livre II, titre II) et celui du 21 octobre 2010 relatif aux modalités de surveillance de la qualité de l'air et à l'information du public.

La coordination nationale du dispositif de surveillance de la qualité de l'air a ainsi été confiée au LCSQA en étroite collaboration avec les AASQA.

Dans cette nouvelle organisation, le réseau composé du LCSQA et des AASQA sera le pilier de la surveillance de la qualité de l'air en France, garantissant une expertise de haut niveau cohérente sur l'ensemble du territoire.

Cette synthèse concernant le dispositif français d'assurance qualité pourra servir de base pour définir des nouvelles orientations en terme de développement ou d'actions à mettre en place.

2. OBJECTIFS

L'objectif de ce document de synthèse est de réaliser un bilan du dispositif d'assurance qualité actuellement mis en œuvre sur le territoire français (fonctionnement des chaînes d'étalonnage, bilan des exercices d'intercomparaison...) pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

Ce document a été rédigé par le LCSQA-LNE en collaboration avec le LCSQA-INERIS et le LCSQA-EMD.

Les réseaux de mesure AIRPARIF, AIR PL, ASPA, ORAMIP, AIRFOBEP, ATMO Rhône Alpes (COPARLY) et AIR APS ont également participé à l'élaboration du document.

NOTE Le programme de travail défini initialement pour l'année 2010 est fourni en annexe 1.

3. BIBLIOGRAPHIE

3.1 TEXTES REGLEMENTAIRES

Directive européenne 96/62/CE du Conseil du 27 septembre 1996 concernant l'évaluation et la gestion de la qualité de l'air ambiant,

Décision européenne 97/101/CE du Conseil du 27 janvier 1997 établissant un échange réciproque d'informations et de données provenant des réseaux et des stations individuelles mesurant la pollution de l'air ambiant dans les Etats membres.

Directive européenne 1999/30/CE du Conseil du 22 avril 1999 relative à la fixation de valeurs limites pour l'anhydride sulfureux, le dioxyde d'azote et les oxydes d'azote, les particules et le plomb dans l'air ambiant

Directive européenne 2000/69/CE du Parlement Européen et du Conseil du 16 novembre 2000 concernant les valeurs limites pour le benzène et le monoxyde de carbone dans l'air ambiant

Directive européenne 2002/3/CE du Parlement Européen et du Conseil du 12 février 2002 relative à l'ozone dans l'air ambiant

Directive européenne 2004/107/CE du Parlement Européen et du Conseil du 15 décembre 2004 concernant l'arsenic, le cadmium, le mercure, le nickel et les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'air ambiant

Directive européenne 2008/50/CE du Parlement Européen et du Conseil du 21 mai 2008 concernant la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe

Arrêté du 29 juillet 2010 portant désignation d'un organisme chargé de la coordination technique de la surveillance de la qualité de l'air au titre du code de l'environnement (livre II, titre II)

Arrêté du 21 octobre 2010 relatif aux modalités de surveillance de la qualité de l'air et à l'information du public

3.2 TEXTES NORMATIFS

NF ENV 13005 : 1999, Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure

NF EN ISO/CEI 17025 : 2005, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais

NF EN 12341 : 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

NF EN 14211 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et monoxyde d'azote par chimiluminescence

NF EN 14212 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde de soufre par fluorescence UV

NF EN 14625 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en ozone par photométrie UV

NF EN 14626 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en monoxyde de carbone par la méthode à rayonnement infra-rouge non-dispersif

NF EN 14662-1 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène - Partie 1 : échantillonnage par pompage suivi d'une désorption thermique et d'une méthode chromatographie en phase gazeuse

NF EN 14662-4 : 2005, Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en benzène – Partie 4 : Echantillonnage par diffusion suivi d'une désorption thermique et d'une chromatographie gazeuse

NF EN 14902 : 2005, Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour la mesure du plomb, cadmium, de l'arsenic et du nickel dans la fraction MP10 de la matière particulaire en suspension

NF EN 14907 : 2006, Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la fraction massique MP 2,5 de matière particulaire en suspension

NF EN 15549 : 2008, Qualité de l'air - Méthode normalisée de mesure de la concentration du benzo[a]pyrène dans l'air ambiant

FD X43-070-1 : 2007, Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 1 : Généralités sur les incertitudes

FD X43-070-2 : 2007, Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 2 : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site

FD X43-070-3 : 2008, Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 3 : Estimation des

incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse

FD X43-070-4 : 2008, Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 4 : estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire

FD X43-070-5 : 2008, Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 5 : estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse

FD X43-070-6 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 6 : estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique (parution prévue en 2011)

FD X43-070-7 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 7 : estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM₁₀ (parution prévue en 2011)

FD X43-070-8 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 8 : estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM₁₀ (parution prévue en 2011)

3.3 AUTRES TEXTES DE REFERENCE

VADEMECUM (Surveillance de la qualité de l'air ambiant - Guide de lecture des directives européennes 2008/50/CE et 2004/107/CE (Octobre 2009) – Document ADEME n°6534 - ISBN 978-2-35838-028-7)

4. CADRE REGLEMENTAIRE POUR LA SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR

4.1 AU NIVEAU EUROPEEN

En 2008, dans un souci de clarté, de simplification et d'efficacité administrative, il a été décidé de remplacer les 5 directives européennes et décision en vigueur (96/62/CE, 1999/30/CE, 2000/69/CE, 2002/3/CE et 97/101/CE) par une seule et même directive 2008/50/CE de façon à prendre en considération les connaissances les plus récentes dans le domaine de la santé et de la science, ainsi que l'expérience des Etats membres. Cette directive intégrée réaffirme l'importance de l'information du public et des rapports destinés à la commission européenne, dans la mesure où elle intègre également la décision du Conseil 97/101/CE relative à l'échange d'informations.

La Directive 2004/107/CE concernant l'arsenic, le cadmium, le mercure, le nickel et les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'air ambiant complète le référentiel réglementaire européen en vigueur à ce jour.

Ces 2 directives constituent un outil cadre pour la surveillance et la gestion de la qualité de l'air en Europe et associent des objectifs de qualité de l'air, des seuils d'alerte et des valeurs limites à différentes échelles de temps aux différents polluants considérés.

L'annexe 2 résume ces exigences.

4.2 AU NIVEAU FRANÇAIS

Codifiée aux articles L220-1 et suivant du Code de l'Environnement, la loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie (LAURE), parue le 30 décembre 1996, vise à rationaliser l'utilisation de l'énergie et à définir une politique publique intégrant l'air en matière de développement urbain.

Cette loi qui était la transposition française des textes européens en vigueur à cette période a conduit en France à la mise en place de 3 outils spécifiques de planification : Plans Régionaux pour la Qualité de l'Air (PRQA), Plans de Protection de l'Atmosphère (PPA) et Plans de Déplacements Urbains (PDU).

5. DISPOSITIF NATIONAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR : LES PRINCIPAUX ACTEURS

5.1 HISTORIQUE

Les enjeux de la pollution atmosphérique, que ce soit pour la prévention ou pour la protection de la santé et de l'environnement ont conduit le Ministère chargé de l'Environnement à structurer un dispositif national de surveillance dans le cadre de la loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie (LAURE) et conformément à la directive européenne 96/62/CE du Conseil du 27 septembre 1996 concernant l'évaluation et la gestion de la qualité de l'air ambiant.

Afin d'assurer la qualité et la cohérence des données et des informations délivrées par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) et d'appuyer le Ministère chargé de l'Environnement sur les aspects techniques et scientifiques dans l'élaboration et l'application de sa politique sur le sujet, ce dernier a décidé de mettre en place un outil d'évaluation objective et pertinente de la qualité de l'air qui puisse être capable d'informer des situations critiques de pollution, de révéler les mécanismes qui les gouvernent, d'orienter et d'accompagner les actions de réduction.

Dès 1991, l'Ecole des Mines de Douai (EMD), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et l'Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS) se sont vus confiés des programmes de travaux annuels dans le cadre du Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA).

Dans ce dispositif, l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) était chargée de la coordination technique des activités de surveillance au titre de la LAURE. De ce fait, des concertations et des coopérations s'étaient établies entre le LCSQA et l'ADEME tout particulièrement sur les actions techniques en mesure de se répercuter sur la coordination qu'elle exerçait, la gestion de ses diverses bases de données et le déploiement de moyens de surveillance pouvant bénéficier de son concours financier auprès des AASQA.

En 2010, la gouvernance nationale de la politique de l'air, sous l'autorité de l'état, a été redéfinie dans 2 arrêtés : celui du 29 juillet 2010 portant désignation d'un organisme chargé de la coordination technique de la surveillance de la qualité de l'air au titre du code de l'environnement (livre II, titre II) et celui du 21 octobre 2010 relatif aux modalités de surveillance de la qualité de l'air et à l'information du public.

Cette redéfinition porte sur les missions respectives de l'ADEME et du LCSQA. En effet, le nouveau dispositif s'organisera dès le 1^{er} janvier 2011 de la façon suivante:

- ü L'ADEME assurera un appui technique auprès du Ministère chargé de l'Environnement pour le renforcement des programmes d'actions de prévention et de réduction des émissions de polluants dans l'air. Ainsi, l'ADEME assurera, par exemple, l'appui aux collectivités pour la mise en œuvre de l'appel à projets ZAPA (Zones d'Actions Prioritaires pour l'Air).
- ü Le LCSQA se voit confier la coordination nationale du dispositif de surveillance de la qualité de l'air en étroite collaboration avec les AASQA.

Dans cette nouvelle organisation, le réseau composé du LCSQA et des AASQA sera le pilier de la surveillance de la qualité de l'air en France, garantissant une expertise de haut niveau cohérente sur l'ensemble du territoire.

5.2 MISSIONS DES PRINCIPAUX ACTEURS

5.2.1 Le Ministère chargé de l'Environnement

Le Ministère chargé de l'Environnement assure, avec le concours des collectivités territoriales, la surveillance de la qualité de l'air et de ses effets sur la santé et est dans ce cadre, responsable de la définition et de la mise en œuvre de la politique nationale de surveillance, de prévention et d'information sur l'air.

Il contribue à l'élaboration, puis à l'application des politiques internationales notamment dans le cadre des directives de la Communauté européenne et des conventions de la Commission économique pour l'Europe des Nations Unies à Genève.

Il assure l'animation du dispositif français de surveillance de la qualité de l'air, comprenant notamment les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) et le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA).

5.2.2 Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA)

Créé en 1991 par le Ministère en charge de l'Environnement, le LCSQA (<http://www.lcsqa.org/>) s'appuie sur les compétences du Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), de l'Ecole des Mines de Douai (EMD) et de l'Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS).

La création du LCSQA a été officialisée par l'accord cadre du 9 octobre 1995 et le LCSQA est devenu Groupement d'Intérêt Scientifique (GIS LCSQA) le 13 décembre 2005.

Les missions générales du LCSQA sont :

- ü D'appuyer le Ministère en charge de l'Environnement sur les aspects techniques, scientifiques et stratégiques dans sa politique de surveillance de la qualité de l'air, y compris au niveau européen et de contribuer également à la déclinaison au niveau local de la stratégie nationale ;
- ü D'assurer une mission globale de laboratoire de référence auprès des AASQA, en leur transférant les technologies et les méthodes développées et en assurant la liaison entre la recherche et l'application sur le terrain.

Les compétences du LCSQA portent sur l'ensemble des domaines d'action du dispositif de surveillance de la qualité de l'air, et principalement sur :

- ü La métrologie des polluants atmosphériques (polluants réglementaires - particules, composés organiques volatils, métaux, HAP - ou considérés comme sensibles -

pesticides, etc.), y compris l'élaboration et le maintien des matériaux de référence et des étalons primaires nationaux,

- ü La modélisation et le traitement des données pour l'élaboration de cartographies, de stratégies d'échantillonnage et d'outils de prévision,
- ü Les aspects informatiques liés à la surveillance, et notamment la transmission fiabilisée des données de surveillance,
- ü Les problématiques autres en lien avec la surveillance de la qualité de l'air (exposition des personnes, air intérieur, caractérisation des odeurs, ...) pour lesquelles le LCSQA intervient en partenaire d'autres organismes et comme relais auprès des AASQA.

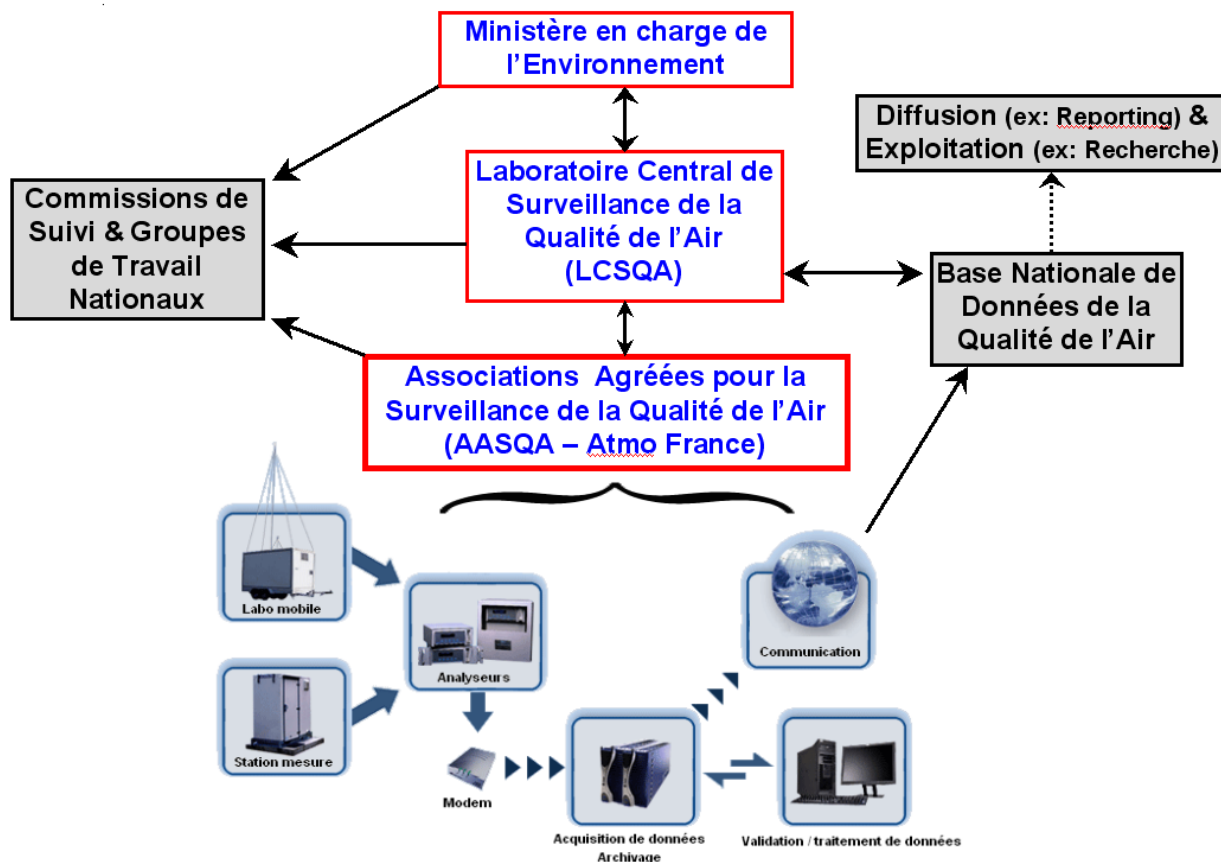


Figure 1 : Schéma de fonctionnement du dispositif national français

De plus, il s'est vu confié la coordination technique du dispositif national de surveillance de la qualité de l'air, à compter du 1^{er} janvier 2011. Cet élargissement du rôle du LCSQA et le renforcement de ses missions, seront à conduire en étroite collaboration avec les AASQA, pour constituer un socle d'expertise au niveau national, garantissant une surveillance de haut niveau, dans des conditions optimisées, sur l'ensemble du territoire.

5.2.3 Les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) – ATMO France

Localement, la surveillance de la qualité de l'air est confiée aux Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA).

Ces organismes fonctionnent en règle générale sur la base d'une association à but non lucratif régie par la loi de 1901 et sont agréés par le Ministère en charge de l'Environnement par décret ministériel.

ATMO France qui est la Fédération des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air représente l'ensemble des 34 AASQA (cf. figure 2).

Son site internet est : <http://www.atmo-france.org/fr/>

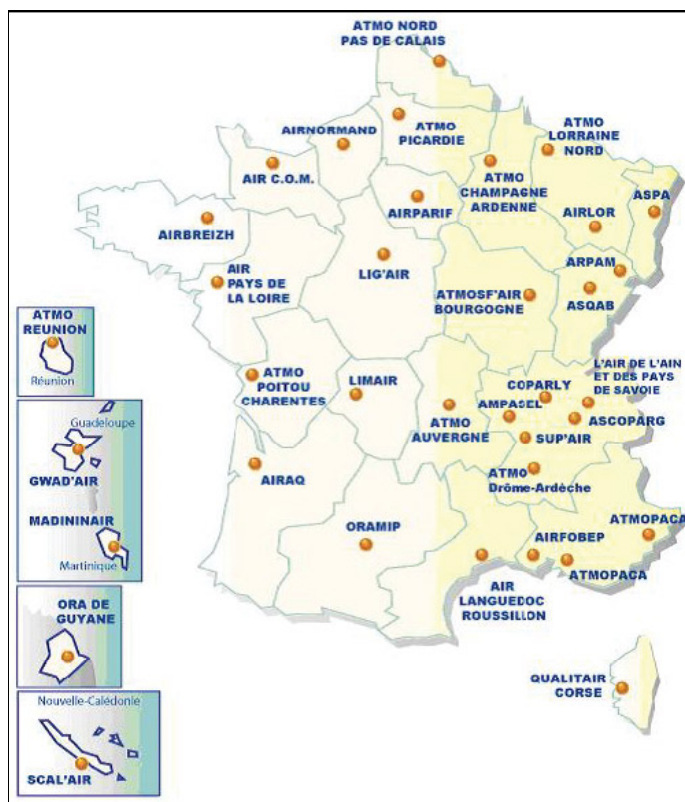


Figure 2 : Carte des AASQA

Conformément à la loi sur l'Air et sur l'Utilisation Rationnelle de l'Energie, les AASQA sont constituées de 4 collèges, qui sont équitablement représentés au sein des Conseils d'Administration afin de garantir la transparence de leurs actions :

- ü Des représentants des services de l'Etat tels que les DREAL, les ARS...
- ü Des représentants des collectivités locales et territoriales,
- ü Des représentants d'industriels contribuant à l'émission des substances surveillées,
- ü Des représentants d'associations de protection de l'environnement, des consommateurs et des personnalités qualifiées.

Les principales missions des AASQA sont :

- ü La mise en œuvre de la surveillance et de l'information sur la qualité de l'air,
- ü La diffusion des résultats et des prévisions,
- ü La transmission immédiate aux préfets et au public des informations relatives aux dépassements ou prévisions de dépassements des seuils d'alerte et de recommandations.

Chaque AASQA gère au quotidien des stations de mesure fixes équipées d'un ou de plusieurs analyseurs mesurant en continu et de manière automatique les polluants gazeux (NO, NO₂, SO₂, CO, O₃, CO, C₆H₆) et particulaires (PM10 et PM2.5).

Les AASQA réalisent également des mesures non automatiques de certains polluants (Benzo[a]Pyrène, benzène, métaux (plomb, arsenic, nickel et cadmium, mercure), anions, cations, carbone organique (OC), carbone élémentaire (EC) et composés organiques volatils (COV) précurseurs de l'ozone) (cf. annexe 2).

6. DESCRIPTION DU SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE DES MESURES EFFECTUEES EN AIR AMBIANT

6.1 CONTEXTE

L'adoption de la Loi sur l'Air et l'Utilisation Rationnelle de l'Energie le 30 décembre 1996 et la mise à disposition de crédits importants pour l'achat d'équipements de surveillance de la qualité de l'air se sont traduites par un accroissement exceptionnel du nombre de stations et d'équipements d'analyse en fonctionnement dans les AASQA.

Parallèlement, une prise de conscience de la qualité des mesures s'est manifestée, car :

- ü C'est sur la base de ces mesures que les services de l'état, les collectivités, les médias et le public sont informés de la qualité de l'air, notamment en cas de pics de pollution;
- ü C'est également à partir de ces mesures que peuvent être déclenchées des procédures réglementaires destinées à améliorer la qualité de l'air : réduction des émissions industrielles, limitation de vitesse ou circulation alternée...

Dès 1990, il a été mis en évidence que les méthodes utilisées pour mesurer la qualité de l'air devaient être améliorées. En effet, l'analyse de ces méthodes a très rapidement soulevé un certain nombre de problèmes directement liés à la réalisation des mesures avec les appareils dans les stations.

Par exemple, il a été constaté que le réglage des analyseurs de gaz des stations de mesure était effectué avec des mélanges gazeux du commerce dont la concentration était donnée avec une incertitude importante ($\pm 10\%$). De plus, cette concentration était souvent instable dans le temps : à l'époque, il était couramment constaté une décroissance de la concentration au cours du temps.

Par conséquent, le fait que les appareils n'étaient pas correctement réglés :

- ü A conduit à émettre des doutes sur la justesse et la fiabilité des mesures effectuées dans l'air ambiant;
- ü Rendait impossible l'estimation des incertitudes sur les concentrations mesurées;
- ü Rendait difficile la comparaison des mesures des AASQA dans l'espace et dans le temps.

Il convenait donc de prendre des dispositions afin que les nombreux appareils de mesure soient adéquatement maintenus et étalonnés.

6.2 OBJECTIFS

Les données de qualité de l'air sont largement exploitées au niveau national et international :

- ü Utilisation dans des études épidémiologiques,

- ü Evolution de la pollution atmosphérique au cours du temps,
- ü Détermination de spécificités régionales,
- ü Transmission et exploitation par la commission européenne...

Ces différentes utilisations des données montrent qu'il est nécessaire de fiabiliser le dispositif de surveillance dans le temps et dans l'espace afin de garantir la justesse des mesures et de la pérenniser dans le temps : de cette façon, la population, les pouvoirs publics, les instances européennes... peuvent s'appuyer et avoir confiance dans les données de qualité de l'air.

6.2.1 Assurer la traçabilité des mesures

Il est courant de dire que mesurer, c'est comparer une grandeur physique inconnue avec une grandeur de même nature prise comme référence à l'aide d'un instrument.

Il faut donc disposer de références dont la première caractéristique est d'être stable dans le temps pour assurer la comparabilité des mesures au cours du temps. Ceci est particulièrement important dans le domaine de l'environnement où l'on cherche à observer des évolutions sur le long terme. La deuxième caractéristique d'une référence est son universalité. En effet, les références utilisées dans les différents pays doivent être comparables si l'on veut pouvoir échanger des données.

Depuis le milieu du 19^{ème} siècle, toutes les grandes nations industrielles se sont engagées en matière de métrologie pour fiabiliser les résultats de mesure (au plus grand bénéfice du progrès industriel). La Convention du mètre (1875) a créé le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) et un réseau de laboratoires nationaux de métrologie (en France, le Laboratoire National de métrologie et d'Essais).

La métrologie a aussi pour but de rendre plus fiables les résultats de mesure et d'analyse, ce qui ne veut pas dire qu'elle recherche la précision ultime, mais plus simplement qu'elle doit permettre d'avoir une grande confiance dans les résultats et une incertitude adaptée aux besoins.

Pour ***réaliser des mesures de qualité de l'air justes et fiables***, il est donc nécessaire de rendre les ***mesures traçables au système international***.

La **traçabilité métrologique** des mesures est définie au paragraphe 2.41 du Vocabulaire International de la Métrologie (JCGM 2008) de la façon suivante :

Propriété d'un résultat de mesure selon laquelle ce résultat peut être relié à **une référence** par l'intermédiaire d'une **chaîne ininterrompue et documentée d'étalonnages** dont chacun contribue à **l'incertitude de mesure**

6.2.2 Maîtriser le processus de mesure

L'ISO 9001 est une référence internationale en matière de management de la qualité dans les relations inter-entreprises.

Cette norme décrit les exigences relatives à un système de management de la qualité (SMQ), qui est un outil de management permettant à tout organisme le mettant en oeuvre :

- ü De répondre aux exigences qualité de ses clients,
- ü De répondre aux exigences réglementaires applicables,
- ü D'améliorer la satisfaction du client,
- ü De réaliser une amélioration continue de ses performances.

Sa certification par une tierce partie en assure la reconnaissance.

Cependant, bien qu'étant effectivement un outil d'évaluation du management, l'ISO 9001 ne permet pas d'évaluer la compétence technique du laboratoire, c'est à dire que l'évaluation du laboratoire sur la base de l'ISO 9001 ne garantit pas que les résultats d'essais et d'étalonnage sont justes et fiables.

Par conséquent, un processus connu sous le nom de «processus d'accréditation des laboratoires» peut être mis en œuvre afin de garantir la qualité des mesures fournies par les laboratoires. Contrairement à la certification ISO 9001, l'accréditation d'un laboratoire est accordée selon des procédures et des critères qui ont été particulièrement développés pour déterminer la compétence technique.

Elle apporte la reconnaissance de la conformité du système qualité mis en œuvre à la norme ISO/CEI 17025 et atteste de la compétence du laboratoire pour la réalisation des étalonnages dans un périmètre clairement identifié et précisé dans la portée d'accréditation. Cette accréditation est confirmée par le COFRAC lors des audits de surveillance.

6.3 MISE EN ŒUVRE D'APPAREILS DE MESURE HOMOLOGUES POUR LA MESURE DE LA QUALITE DE L'AIR AMBIANT (SITUATION FRANÇAISE EN 2010)

6.3.1 Rappel du contexte

6.3.1.1 La réglementation

La Directive 2008/50/CE introduit la notion d'homologation de type (en anglais « type approval » le plus souvent traduit par « approbation de type ») dans l'annexe VI (relative aux méthodes de référence à mettre en œuvre), au point E (Reconnaissance mutuelle des données) :

« En effectuant l'homologation de type démontrant que les appareils satisfont aux exigences de performance des méthodes de référence énumérées dans la section A, les autorités et les organismes compétents désignés en application de l'article 3 acceptent les rapports d'essais délivrés dans d'autres États membres par des laboratoires accrédités selon la norme EN ISO 17025 pour effectuer ces essais. »

La définition de « l'homologation de type » (ou approbation de type) est donnée dans les normes européennes éditées par le CEN et désignées comme méthodes de référence dans la Directive:

« Décision d'un laboratoire désigné selon laquelle le modèle d'un analyseur est conforme aux exigences spécifiées dans la norme européenne correspondante » (comparable à « l'approbation de modèle » décrite par l'Organisation Internationale de Métrologie Légale).

La conformité est jugée sur la base des résultats obtenus lors d'« essais d'approbation de type » qui consistent en l':

« examen de deux ou plusieurs analyseurs du même modèle, soumis par un fabricant à un organisme désigné ; cet examen inclue les essais nécessaires à l'approbation de modèle » (comparable à « l'évaluation de modèle » décrite par l'Organisation Internationale de Métrologie Légale).

En toute rigueur, l'homologation de type s'applique à tous les appareillages qui sont utilisés dans le cadre de la mise en œuvre de la Directive, sous réserve de l'existence du cahier des charges que constitue la norme européenne choisie comme méthode de référence. Les référentiels normalisés actuels mentionnant un processus d'homologation de type ne concernent que des appareils automatiques commercialisés (dits « analyseurs ») dont la durée de vie dans le catalogue du constructeur dépasse rarement les 10 ans.

Toute modification de conception d'un appareil approuvé par type doit être signalée par le fabricant à l'autorité responsable, afin que soit jugée la pertinence de nouveaux essais. Ce processus, sommairement décrit dans les normes EN, est plus détaillé dans la récente norme EN 15267 « Qualité de l'air - Certification des systèmes de mesurage automatisés » dans la partie 2 « évaluation initiale du système de gestion de la qualité des fabricants de systèmes de mesure automatisés et surveillance après certification du procédé de fabrication ». Cette norme sera mentionnée dans la prochaine version révisée des normes EN (prévue pour la fin 2009).

Les organismes impliqués dans le processus d'homologation de type étaient définis à l'origine dans l'article 3 de la Directive 96/62/CE:

« ... les Etats Membres désignent aux niveaux appropriés les autorités compétentes et les organismes chargés de l'agrément des dispositifs de mesure (méthodes, appareils, réseaux, laboratoires) »

La Directive 2008/50/CE reprend le texte original dans son article 3 en ajoutant :

- ü la coopération avec les autres Etats Membres et la Commission,
- ü des recommandations sur le plan de l'assurance de la qualité (cf. annexe I « objectifs de qualité des données - point C » concernant l'assurance de la qualité pour l'évaluation de la qualité de l'air ambiant: validation des données) qui font référence à la norme EN ISO 17025 « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ».

L'une des conséquences de la coopération avec les autres Etats Membres est la « reconnaissance mutuelle des données » citée ci-dessus. Cette reconnaissance des processus d'homologation de type s'illustre d'ores et déjà avec l'accord entre l'UBA en Allemagne (où les tests d'approbation de type sont effectués par le TÜV ou le LUBW qui sont accrédités ISO 17025 pour ce type d'activités) et l'Agence de l'Environnement en Angleterre et Pays de Galles (Environment Agency of England and Wales) qui gère le système UK MCERTS (où les tests d'approbation de type sont effectués par le NPL ou la société AEA Technology).

Sur le plan du matériel, la Directive fixe un planning de mise en œuvre de la réglementation (cf. Annexe VI point D. Introduction de nouveaux appareils) :

« Tous les nouveaux appareils achetés pour la mise en œuvre de la présente directive doivent être conformes à la méthode de référence ou une méthode équivalente, au plus tard le 11 juin 2010.

Tous les appareils utilisés aux fins des mesures fixes doivent être conformes à la méthode de référence ou à une méthode équivalente, au plus tard le 11 juin 2013 »

6.3.1.2 Les normes CEN

Les normes CEN ayant le statut de méthode de référence dans la réglementation européenne et décrivant un processus d'approbation de type sont les suivantes : NF EN 14211, NF EN 14212, NF EN 14624, NF EN 14625 et NF EN 14662 Partie 3 (cf. Paragraphe 3.2).

Il convient de noter que :

- ü Les 5 normes sont en cours de révision mais le texte relatif à l'approbation de type n'est pas (ou peu) concerné.
- ü Certains paramètres déterminés lors des tests d'approbation de type doivent être repris par l'utilisateur dans le calcul d'incertitude demandé par la Directive dans le cadre des Objectifs de Qualité des Données.

- ü Les autres méthodes de référence mentionnées dans la Directive 2008/50/CE sont manuelles et n'imposent rien en matière d'approbation de type. Il est à noter que dans le cadre de la Directive 2004/107/CE, la norme EN 15852 (en cours d'élaboration) « Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour la détermination du mercure gazeux total » décrira un processus d'approbation de type. De même, la norme décrivant la méthode normalisée pour le mesurage de la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant intégrera l'approbation de type ¹.
- ü Dans les normes CEN, l'accréditation d'un laboratoire conformément à l'EN ISO 17025 pour effectuer des essais d'approbation de type est une recommandation et non une exigence.
- ü Lorsqu'une méthode de référence n'est pas utilisée par un Etat Membre, le recours à une méthode dite « équivalente » est possible, sous couvert des recommandations données par la Directive (cf. Annexe VI point B « démonstration de l'équivalence »).

6.3.2 Situation française

L'autorité compétente est le Ministère en charge de l'Environnement et le LCSQA est désigné comme Laboratoire National de Référence.

6.3.2.1 Rappel

Créée en 2003 par AFNOR Certification, le LNE et l'INERIS, l'ACIME (Association pour la Certification des Instruments de Mesure de l'Environnement) était jusqu'en 2010 un organisme de certification spécialisé dans le domaine de l'instrumentation pour l'environnement. Il était mandaté pour l'attribution de la marque « NF Instrumentation pour l'Environnement » aux appareils de mesure à l'émission et dans l'air ambiant. Cependant, en tant qu'organisme de certification, l'ACIME n'effectuait pas de tests d'approbation de type mais pouvait avoir recours à un laboratoire, si possible ayant l'accréditation ISO 17025 pour la conduite de tels essais.

L'ACIME a par le passé délivré une certification pour des analyseurs de la qualité de l'air ambiant (analyseurs de CO, SO₂, O₃, NO_x, BTX), réalisées sur la base d'un nombre plus limité de caractéristiques de performances que celles prises en compte dans les normes européennes parues en 2005 et selon des modes opératoires différents. Cela avait entraîné une non-reconnaissance de la part des Etats Membres. Pour des raisons stratégiques, les constructeurs se sont alors tournés vers les systèmes plus reconnus (tel que le système allemand UBA - TÜV). Ceci a eu pour conséquence d'avoir une seule marque avec deux types d'appareils pour l'analyse de l'air ambiant ayant la marque « NF Instrumentation pour l'environnement » alors que le parc instrumental français comportait d'ores et déjà en 2007 quatre marques d'analyseurs bénéficiant de rapports d'approbation de type ou ayant le statut d'appareils homologués dans d'autres Etats Membres. Ceci a d'ailleurs amené les AASQA à reprendre les caractéristiques de performance déterminées lors des essais d'approbation de type dans le calcul d'incertitude, conformément aux règles émises au niveau national par le LCSQA ².

L'ACIME a été dissoute en mars 2010. Sous réserve de certification selon le référentiel NF EN 45011 (« Exigences générales relatives aux organismes procédant à la certification de produits - Mai 1998 »), le LNE devrait continuer à pouvoir délivrer des certificats « Marque NF Instrumentation pour l'Environnement - NFIE » en qualité d'organisme mandaté par AFNOR Certification, en s'appuyant sur les prestations d'audits d'organismes choisis et sur les prestations d'essais de laboratoire accrédité (français ou étranger).

¹ NF EN 15852 (2010) « Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour la détermination du mercure gazeux total »

² Fascicule de Documentation AFNOR FD X43-070-2 (Avril 2007) « Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 2 : estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site »

A ce jour, seuls 2 appareils d'un seul fabricant (TEI 42i et 49i de Thermo) sont couverts par le label NFIE, avec une date de fin de validité au 31/12/2010³.

6.3.2.2 Contexte en 2010

Compte tenu de la situation (cf. 6.3.1.1) et du délai imposé par la Directive, il a été décidé de baser l'homologation française sur le processus suivant :

1. Existence et mise à disposition des rapports d'approbation de type montrant la conformité à la méthode de référence réglementaire, sur la base d'essais effectués par un laboratoire accrédité ISO 17025 pour ce type d'activités,
2. Démonstration de l'équivalence par rapport à la méthode de référence d'un appareil, avec existence et mise à disposition du rapport d'essais,
3. Expertise technique des rapports (avec le cas échéant, prise en compte du retour d'expérience sur le terrain),
4. Le cas échéant, validation par un Comité d'Expertise (ex : Reconnaissance du statut de « méthode équivalente » par la Commission de Suivi « Particules en suspension »),
5. Etablissement par le LCSQA d'une liste de référence des appareils pouvant être utilisés dans le cadre de la surveillance de la qualité de l'air ambiant,
6. Mise à jour périodique de cette liste par le LCSQA (sur la base d'une mise à disposition de rapports d'approbation de type (cf. points 1 à 3)).

La liste des appareils homologués pour les mesures réglementaires dans le cadre du Dispositif National de Surveillance de la Qualité de l'Air est consultable sur le site web du LCSQA (<http://www.lcsqa.org/>) (cf. annexe 3).

6.4 DECLINAISON DU SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE EN FRANCE

Les principes énoncés au paragraphe 6.2 ont été appliqués au cas de la mesure de la pollution atmosphérique (cf. figure 3).

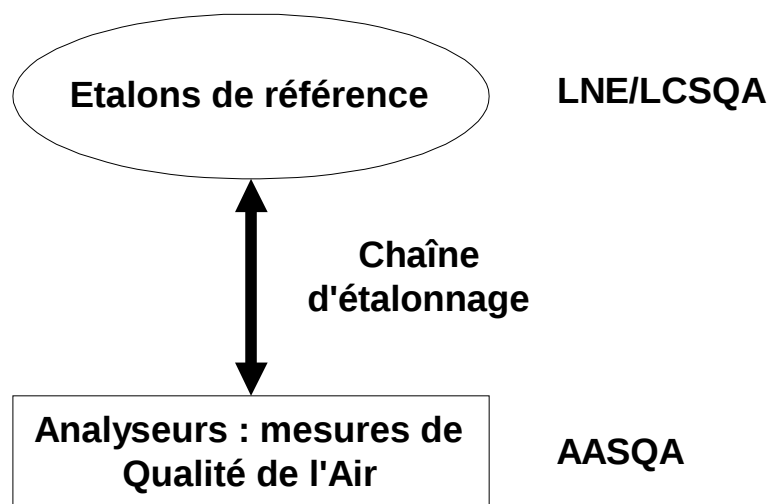


Figure 3 : Traçabilité des mesures de qualité de l'air

³ Certificat ACIME n° 12097 révision 1 du 15/01/2008

Pour assurer la traçabilité des mesures de qualité de l'air, la première étape a porté sur le développement d'étalons de référence spécifiques à la mesure de la pollution atmosphérique par le LCSQA-LNE pour un certain nombre de composés (cf. paragraphe 7.).

La seconde étape a consisté à raccorder les mesures effectuées dans les stations de mesure à ces étalons de référence (cf. paragraphe 8).

Pour les polluants gazeux (SO_2 , NO/NO_x , CO , O_3 et BTX), une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux (LCSQA-LNE, Laboratoires d'étalonnage inter-régionaux et stations de mesure) a été mise en place : il est cependant à noter que pour l'ozone et les BTX, cette chaîne a dû être adaptée et présente donc des particularités.

Pour les particules, un contrôle qualité a été mis en place pour s'assurer de la fiabilité des mesures : en effet, à ce jour et dans l'état actuel des connaissances, il n'est pas encore possible de mettre en place une chaîne d'étalonnage pour ce polluant.

Pour répondre aux exigences des directives européennes, la troisième étape a conduit le LCSQA en collaboration avec des AASQA à estimer les incertitudes de mesure pour l'ensemble des polluants réglementés en se basant sur le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005 :1999 (GUM) (cf. paragraphe 9).

Pour les polluants cités ci-dessus et les autres polluants réglementés par les directives européennes, les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air participent à des exercices d'intercomparaison, ce qui permet de vérifier le bon fonctionnement du système qualité mis en place ainsi que d'estimer les incertitudes de mesure et de les comparer à celles calculées selon le GUM (cf. paragraphe 10).

Enfin, il est à noter que certaines AASQA sont certifiées selon le référentiel ISO 9001 (cf. figure 4) et que les 7 laboratoires d'étalonnage de niveau 2 ainsi que certains niveaux 3 sont accrédités par le COFRAC (cf. figure 4).

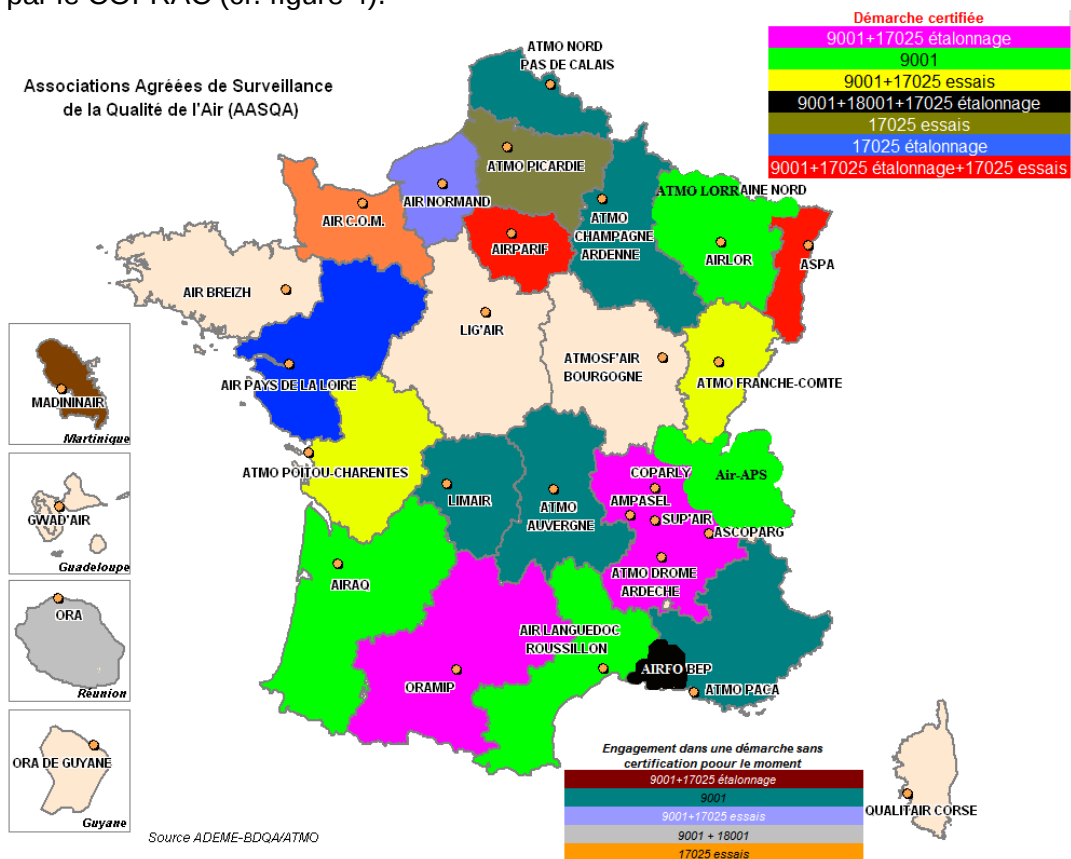


Figure 4 : Accréditation et certification des AASQA

7. DESCRIPTION DES ETALONS DE REFERENCE

La métrologie s'organise en France par la création en 1969 du Bureau National de Métrologie (BNM) ayant pour mission "d'animer et de coordonner les actions entreprises par les différents départements ministériels dans le domaine de la métrologie". Pour consolider son action et diversifier son activité, une réforme structurelle est entreprise en 1994.

Le BNM, par arrêté interministériel du 22 décembre 1994 s'est, en effet, constitué en groupement d'intérêt public (GIP) dont la mission est de préparer et de mettre en oeuvre la politique nationale de métrologie. L'un des objectifs de la métrologie est d'assurer la cohérence nationale et internationale des mesures effectuées dans les entreprises mais aussi à l'occasion d'activités plus traditionnelles.

Le programme national de métrologie et la mise en oeuvre des étalons nationaux repose principalement sur les compétences des cinq laboratoires nationaux de métrologie qui détiennent les étalons des grandeurs fondamentales, de leurs multiples et sous-multiples et la plupart des unités dérivées dont faisait partie le LNE (à l'époque Laboratoire National d'Essais).

Suite au décret du 25 janvier 2005, la responsabilité de la métrologie française a été confiée au LNE, en remplacement du BNM. A cette occasion, il a été rebaptisé Laboratoire National de métrologie et d'Essais (cf. annexe 4).

Par conséquent, en tant que Laboratoire de Métrologie, le LNE a été mandaté dès 1991 par le Ministère chargé de l'Environnement de développer des étalons de référence pour les polluants atmosphériques dans le cadre du LCSQA.

Le LNE est accrédité pour la fabrication de ses étalons de référence (mélanges gazeux de référence gravimétriques) et pour l'étalonnage des mélanges gazeux depuis 2001 (Programme 0703 – accréditation n°2-54). La portée détaillée de cette accréditation est donnée en annexe 5.

Dans le cadre de cette accréditation, le LNE est régulièrement audité par des homologues étrangers appartenant à d'autres laboratoires nationaux de métrologie et participe à des comparaisons organisées aux niveaux européen et international (cf. paragraphe 10.3).

Les étalons de référence développés par le LNE sont décrits dans les paragraphes ci-après.

7.1 COMPOSES SO₂ ET NO₂

7.1.1 Description des étalons de référence nationaux

Les étalons de référence nationaux développés par le LNE dans le cadre du LCSQA pour le dioxyde de soufre (SO₂) et le dioxyde d'azote (NO₂) sont des tubes à perméation de SO₂ et de NO₂ stockés soit dans un bain d'eau régulé à 30°C, soit dans un four thermostaté à 30°C : leur principe de fonctionnement est basé sur la méthode de perméation en phase gazeuse.

Le LCSQA-LNE dispose également de 2 tubes à perméation de NO₂ placés chacun dans un système appelé « Balance à suspension électromagnétique », permettant de peser les tubes à perméation en continu.

Les tubes à perméation de SO₂ et de NO₂ stockés dans un bain d'eau régulé à 30°C ou dans un four thermostaté à 30°C sont sortis respectivement du bain d'eau et du four chaque mois et sont pesés à l'aide d'une balance de précision pour déterminer leurs débits de perméation.

7.1.2 Principe de la méthode de détermination de la concentration de SO₂ et de NO₂ d'un mélange gazeux à titrer

Des mélanges gazeux de référence de SO₂ et de NO₂ sont générés de façon dynamique en balayant les tubes à perméation avec un gaz de dilution (air ou azote) dont le débit est mesuré de façon très précise avec un débitmètre Molbloc.

Connaissant le débit du tube à perméation et le débit du gaz de dilution, on en déduit la concentration molaire en SO₂ ou en NO₂ du mélange gazeux de référence dynamique.

Le mélange gazeux à titrer est ensuite injecté dans un analyseur basé soit sur le principe de la fluorescence UV pour le SO₂, soit sur le principe de la chimiluminescence pour le NO₂ étalonné au préalable avec un mélange gazeux de référence dynamique : la concentration en NO₂ ou en SO₂ du mélange gazeux à titrer est égale à la réponse en SO₂ ou en NO₂ donnée par l'analyseur.

7.2 COMPOSES NO, CO ET BTX

7.2.1 Description des étalons de référence nationaux

Les étalons de référence pour le monoxyde d'azote (NO), le monoxyde de carbone (CO) et le benzène, toluène et o-xylène (BTX) sont des mélanges gazeux de référence "haute concentration" préparés au LCSQA-LNE en mettant en œuvre la méthode gravimétrique.

La préparation des mélanges gazeux de référence gravimétriques consiste à peser des masses de composés sous forme gazeuse ou liquide qui sont ensuite introduites dans une bouteille préalablement mise sous vide et pesée.

Les masses des composés et du gaz de dilution sont déterminées à partir des différentes pesées effectuées.

La concentration molaire gravimétrique C_A du composé A dans le mélange gazeux de référence est calculée à partir des masses pesées et des masses molaires des différents constituants.

7.2.2 Principe de la méthode de détermination de la concentration de NO, de CO et de BTX d'un mélange gazeux à titrer

Les mélanges gazeux de référence "haute concentration" gravimétriques sont ensuite dilués de façon dynamique avec un gaz de dilution (air ou azote) dont le débit est mesuré de façon très précise avec un débitmètre Molbloc pour générer des mélanges gazeux de référence "basse concentration" de NO, de CO et de BTX.

Connaissant les débits du mélange gazeux de référence gravimétrique et du gaz de dilution, on en déduit la concentration molaire en NO, BTX ou CO du mélange gazeux de référence dynamique.

Le mélange gazeux à titrer est ensuite injecté dans un analyseur basé soit sur le principe de l'absorption infra-rouge pour le CO, soit sur le principe de la chimiluminescence pour le NO, soit sur le principe de la chromatographie en phase gazeuse pour le BTX, étalonné au préalable avec un mélange gazeux de référence dynamique.

La concentration en CO et en NO du mélange gazeux à titrer est égale à la réponse en CO et en NO donnée par l'analyseur.

La concentration en BTX est obtenue à partir des surfaces des pics chromatographiques et de la concentration du mélange gazeux de référence dynamique.

7.3 COMPOSE O₃

7.3.1 Description des étalons de référence nationaux

Pour l'ozone (O₃), des mélanges gazeux de référence statiques ne peuvent pas être préparés, puisque l'ozone est instable.

Par conséquent, on utilise comme référence une méthode analytique qui est la photométrie UV.

Le LCSQA-LNE dispose de 2 photomètres de référence (SRP-24 et SRP-40) développés par le laboratoire national de métrologie américain (National Institute of Standards and Technology - NIST).

7.3.2 Principe de la méthode d'étalonnage des mélanges gazeux d'ozone

La méthode d'étalonnage consiste à mesurer avec le photomètre NIST les concentrations en ozone délivrées par les générateurs d'ozone des AASQA réglés à différentes consignes.

7.4 PERSPECTIVES

7.4.1 Pour les HAP et les métaux

7.4.1.1 Développement de Matériaux de Référence Certifiés (MRC) par le LCSQA-LNE

Pour d'autres polluants tels que les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) et les métaux (Cadmium, Plomb, Arsenic et Nickel), le LCSQA-LNE a entrepris une étude dont l'objectif final est de mettre à disposition des laboratoires d'analyses, des matériaux de référence certifiés (MRC) pour ces composés afin qu'ils puissent améliorer la qualité de leurs analyses dans les particules effectuées pour les AASQA en garantissant leur traçabilité aux étalons de référence.

Le développement de ces Matériaux de Référence Certifiés (MRC) est essentiellement composé de 2 étapes :

- ü Dopage de particules avec les HAP ou les 4 métaux réglementés ;
- ü Impaction de ces particules dopées sur un filtre.

En conclusion, ces MRC se présenteront sous la forme de particules dopées avec des HAP ou des métaux déposées sur des filtres.

7.4.1.2 Participation du LCSQA à des comparaisons européennes organisées par l'IRMM

Dans le cadre du groupe de discussion AQUILA, il est apparu que les matériaux de référence certifiés (MRC) pour l'analyse des métaux et HAP qui sont à surveiller dans l'air ambiant dans le cadre de la directive 2004/107/CE étaient peu nombreux et peu adaptés à la validation des protocoles analytiques appliqués aux PM₁₀. En effet, le standard américain NIST 1648 (poussières urbaines) évoqué dans la norme EN 14902 a longtemps été en rupture de stock (un nouveau lot désigné NIST 1648a est à nouveau disponible) alors que le standard japonais NIES 8 (particules de pots d'échappement) se révèle très chargé en matière organique. De plus, ces MRC ne sont pas certifiés au niveau de leur granulométrie qui peut donc dépasser les 10 µm.

L'IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) qui est l'un des 7 laboratoires (dont le JRC) de la Commission Européenne s'est donc proposé pour produire un nouveau matériau de référence certifié de granulométrie PM₁₀ pour les métaux réglementés et les HAP sous forme particulaire.

L'objectif de la comparaison organisée par l'IRMM était de faire analyser des MRC déjà existants et des nouveaux prélèvements de différents types de matériaux par plusieurs laboratoires européens afin de déterminer le matériau le plus adéquate susceptible de répondre au critère de taille (granulométrie) et de concentrations généralement rencontrées dans l'air ambiant.

a) Principe de l'étude de faisabilité d'un MRC pour les métaux et HAP dans les PM10

Après avoir effectué un sondage auprès de laboratoires européens sur leurs desiderata concernant le futur MRC, l'IRMM a sélectionné les 5 matériaux suivants : deux sont des matériaux de référence certifiés pour d'autres substances :

- ü Le BCR-605 (poussières urbaines certifiées pour le triméthylplomb Pb(Me)₃)
- ü Le BCR-723 (poussières de route certifiées pour le palladium, le platine et le rhodium)
- ü

Et trois sont des particules collectées spécialement pour cette campagne :

- ü Poussières de tunnel, prélevées sur les murs d'un tunnel routier,
- ü Poussières collectées sur un filtre en hiver,
- ü Poussières collectées sur un filtre en été.

Les composés étudiés sont :

- ü Pour les HAP
 - o Benzo[a]pyrène, Benzo[g,h,i]pérylène, Fluoranthène, Indeno[1,2,3,c-d]pyrène, Dibenzo[a,h]anthracène, Benzo[a]anthracène, Benzo[k]fluoranthène, Phénanthrène
- ü Pour les métaux
 - o Arsenic, Cadmium, Nickel, Plomb, Cobalt, Chrome, Cuivre, Fer, Manganèse, Vanadium et Zinc

Le LCSQA-EMD a participé à l'essai d'intercomparaison pour les métaux et le LCSQA-LNE à celui sur les HAP.

b) Conclusion

Cette étude a permis de démontrer que la poussière de tunnel était un bon candidat pour un MRC sur les métaux et également pour les HAP.

L'étude d'homogénéité suggère une masse de 50 mg pour atteindre une incertitude de 2%.

Le matériel de référence proposé reflète bien les teneurs naturelles mais présente une forte variabilité des teneurs pour chaque élément induisant des facteurs de dilution très différents.

Une étude de stabilité à court terme a été entreprise pour les poussières de tunnel et sur filtres, démontrant que pour les éléments traces, le futur MRC peut être conservé à température ambiante pendant 4 semaines.

Une étude de stabilité à long terme est en cours.

Cette comparaison a fait l'objet d'un rapport en 2008⁴.

⁴ Development of particulate matter certified reference materials PM₁₀ CRMs, Final report, EUR 23244 EN - 2008

La participation du LCSQA à ce type de comparaisons est indispensable, car elle permet au LCSQA de se positionner au niveau européen en tant que laboratoire de référence français (cf. AQUILA), d'être impliqué dans le développement de matériaux de référence, de valider ses compétences scientifiques ou d'en acquérir de nouvelles...

7.4.2 Pour les autres polluants

Des étalons de référence devront être développés dans le futur pour les polluants émergents tels que les pesticides, le formaldéhyde...

8. MISE EN PLACE DES CHAINES NATIONALES D'ETALONNAGE

8.1 CAS DES POLLUANTS GAZEUX : SO₂, NO/NO_x, O₃, CO ET BTX

La mise en place d'une chaîne nationale d'étalonnage a permis de répondre à ces exigences en assurant la cohérence des mesures de qualité de l'air sur le long terme pour les principaux polluants atmosphériques gazeux.

Les objectifs de la chaîne d'étalonnage sont les suivants :

- ü Le raccordement des mesures effectuées en station aux étalons de référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons, ce qui permet d'assurer la traçabilité des mesures aux étalons de référence,
- ü La maîtrise des moyens de mesure mis en œuvre par les AASQA,
- ü L'estimation des incertitudes de mesure à chaque étape.

8.1.1 Structure et fonctionnement de la chaîne d'étalonnage

En 1996, sous l'impulsion du Ministère chargé de l'Environnement et de l'ADEME, un dispositif appelé « chaîne nationale d'étalonnage » a été conçu et mis en place afin d'assurer un raccordement fiable et pérenne des mesures effectuées par les analyseurs de station aux étalons de référence nationaux gérés par le LCSQA-LNE.

Compte tenu du nombre élevé d'AASQA, il était peu raisonnable d'envisager un raccordement direct de l'ensemble des analyseurs de gaz des stations de mesure aux étalons de référence nationaux, malgré les avantages métrologiques évident de cette procédure.

Pour pallier cette difficulté, il a été décidé de mettre en place des procédures de raccordement intermédiaires gérées par un nombre restreint de laboratoires d'étalonnage régionaux ou pluri-régionaux choisis parmi les acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA et LCSQA-EMD).

Pour cette raison, il a été créé une **chaîne nationale d'étalonnage** (cf. figure 5) constituée de **3 niveaux** :

- ü Le **LCSQA-LNE** en tant que Niveau 1,
- ü **Des laboratoires d'étalonnage inter-régionaux (au nombre de 7)** en tant que Niveau 2,
- ü **Des stations de mesures** en tant que Niveau 3.

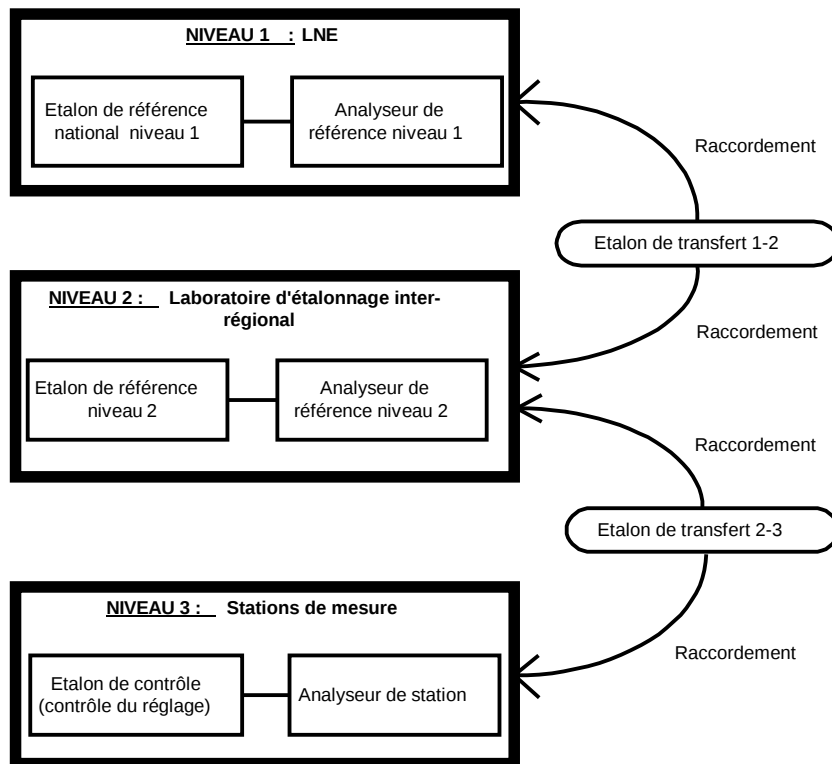


Figure 5 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

Le niveau 1 est le LCSQA-LNE. Son rôle est d'étalonner les étalons de transfert 1-2 circulant entre les niveaux 1 et 2 tous les 3 mois à partir des étalons de référence nationaux.

Les niveaux 2 sont des laboratoires inter-régionaux (au nombre de 7), tous sous accréditation NF EN ISO 17025 dont le rôle est de :

- ü Maintenir les étalons de référence du niveau 2,
- ü Raccorder les étalons de référence du niveau 2 avec les étalons de transfert 1-2 et les analyseurs de référence du niveau 2,
- ü Raccorder les étalons de transfert 2-3 des niveaux 3 avec les étalons et les analyseurs de référence du niveau 2.

Les niveaux 3 sont les stations de mesure et leur rôle est de :

- ü Régler les analyseurs de station avec les étalons de transfert 2-3,
- ü Raccorder les étalons de contrôle des stations avec les étalons de transfert 2-3 : ces étalons de contrôle dont la concentration doit être stable au cours du temps sont utilisés à intervalles de temps régulier pour vérifier que l'analyseur de station fonctionne correctement. La procédure consiste à injecter l'étalon de contrôle dans l'analyseur et à vérifier que la concentration lue reste dans un intervalle de concentration fixé; si c'est le cas, il est considéré que l'analyseur fonctionne correctement ; dans le cas contraire, il convient de rechercher les causes de l'anomalie.

Les périodicités de raccordement ont été fixées à 3 mois maximum pour chaque maillon de la chaîne nationale d'étalonnage.

8.1.2 Couverture géographique de la chaîne d'étalonnage

7 zones géographiques ont été créées et couvrent actuellement l'ensemble du territoire français (cf. figure 6), à savoir :

ü **la région Ouest :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage d'Air Pays de la Loire,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'Air Pays de la Loire, d'AIR BREIZH et d'Air COM.

ü **la région Est :**

- § Niveau 2 : le laboratoire interrégional de métrologie à l'ASPA,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure de l'ASPA, d'ATMO Lorraine Nord, d'AIRLOR et d'ATMO Champagne Ardennes.

ü **la région Bassin Parisien :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage d'AIRPARIF,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'AIRPARIF, d'AIR NORMAND, d'ATMOSF'AIR, de LIG'AIR et d'ATMO PICARDIE.

ü **la région Grand Sud-Ouest :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage d'ORAMIP,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'ORAMIP, d'AIRAQ, d'ATMO Poitou Charente, d'ATMO AUVERGNE et de LIMAIR.

ü **la région Nord :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage de l'Ecole des Mines de Douai,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'ATMO Nord Pas de Calais.

ü **la région Sud :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage d'AIRFOBEP,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'AIRFOBEP, d'ATMO PACA, d'AIR LR et de QUALITAIR Corse.

ü **la région Centre :**

- § Niveau 2 : le laboratoire d'étalonnage de COPARLY,
- § Niveaux 3 : les stations de mesure d'ATMO Rhône-Alpes (COPARLY, AIR APS, AMPASEL, ASCOPARG, ATMO Drôme Ardèche et SUP'Air).

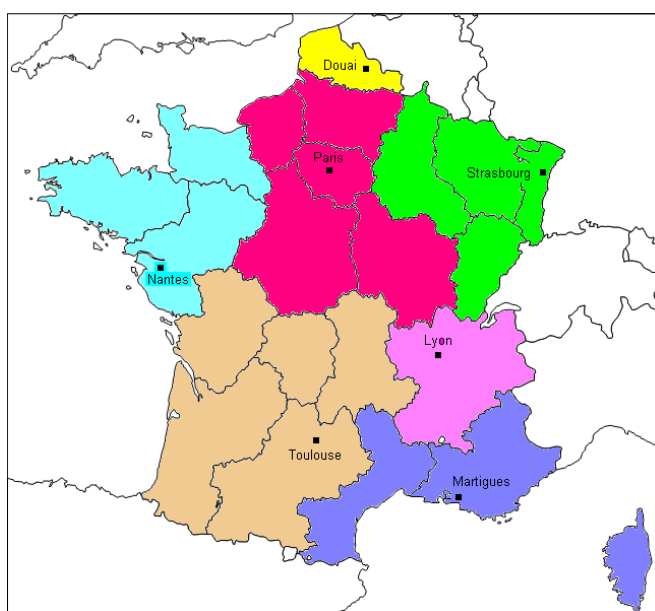


Figure 6 : Représentation des 7 zones géographiques mises en place pour couvrir l'ensemble du territoire français

S'agissant des territoires d'Outre-Mer, le LCSQA-LNE raccorde directement la Réunion (Observatoire Réunionnais de l'Air – ORA) et la zone « Caraïbes » (la Guadeloupe avec Gwad'air, la Guyane avec l'Observatoire Régional de l'Air de Guyane et la Martinique avec Madinainair, ce réseau assurant le rôle de niveau 2).

En effet, dès 2003, le **réseau de mesure ORA** s'est posé la question du raccordement des mesures de pollution atmosphérique qu'il réalisait et a décidé de s'équiper d'étalons de référence pour effectuer le raccordement de ses analyseurs de mesure : ces étalons de référence sont des mélanges gazeux en bouteilles basse concentration pour le NO, le CO et le SO₂ et un générateur pour l'ozone.

Après raccordement par le LCSQA-LNE, ces étalons de référence sont mis en oeuvre pour étalonner d'autres mélanges gazeux utilisés ensuite pour raccorder les analyseurs des stations de mesure d'ORA.

Fin 2003, **le réseau de mesure Madinainair** a décidé de s'équiper de 2 systèmes portables de génération de mélanges gazeux pour le NO, le CO et le SO₂, ainsi que d'un générateur d'ozone 49CPS (TEI).

Ces systèmes, qui sont raccordés chaque année par le LCSQA-LNE, sont mis en œuvre par Madinainair pour étalonner leurs mélanges gazeux, mais également ceux d'ORA Guyane et GWADAIR qui sont ensuite utilisés pour raccorder les analyseurs.

8.1.3 Application aux polluants gazeux

Ces chaînes nationales d'étalonnage s'appliquent aux polluants atmosphériques gazeux (SO₂, NO/NO_x, O₃, CO et BTX).

Cependant, la chaîne d'étalonnage à 3 niveaux décrite précédemment a dû être adaptée pour certains de ces polluants.

8.1.3.1 Pour les composés SO₂, NO/NO_x et CO

Le raccordement des polluants gazeux SO₂, NO/NO_x, O₃ et CO est réalisé en suivant strictement la chaîne d'étalonnage décrite ci-dessus (cf. figure 5).

8.1.3.2 Pour le composé O₃

Au vu du matériel existant, l'étalon de transfert 1-2 et l'étalon de référence du niveau 2 auraient été identiques. Par conséquent, il a été décidé avec l'ensemble des niveaux 2 qu'il ne serait pas mis en oeuvre d'étalon de transfert 1-2 et que le LNE raccorderait directement l'étalon de référence du niveau 2, ce qui conduit à la chaîne d'étalonnage représentée sur la figure 7 pour l'ozone.

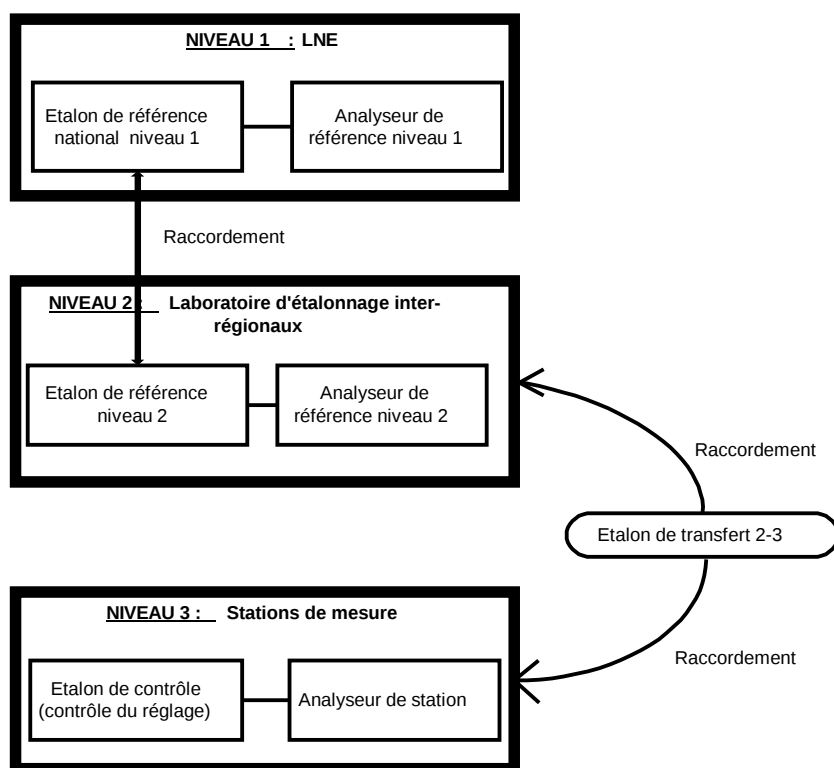


Figure 7 : Déclinaison de la chaîne d'étalonnage pour l'ozone

8.1.3.3 Pour les composés BTX

Concernant les BTX, compte-tenu du nombre restreint d'analyseurs automatiques dans les stations de mesure, le LCSQA-LNE raccorde directement les mélanges gazeux de BTX utilisés ensuite pour étalonner les analyseurs des stations.

Par conséquent, pour les BTX, le niveau 3 est directement raccordé au niveau 1 sans intervention de niveau 2 comme indiqué sur la figure 8.

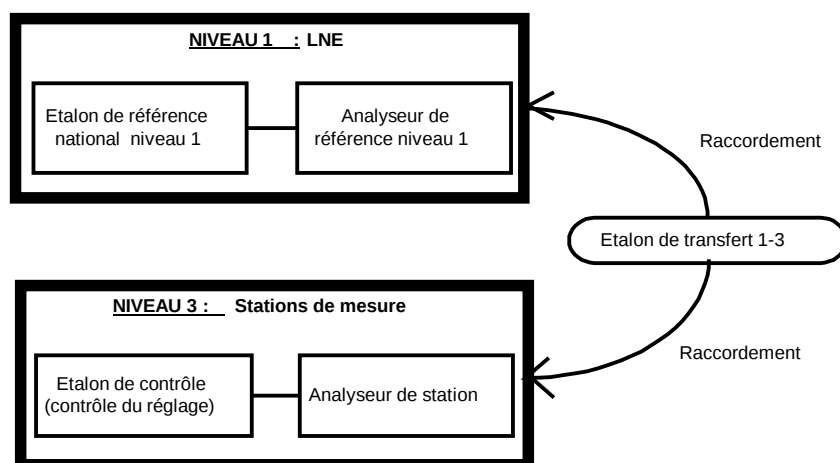


Figure 8 : Déclinaison de la chaîne d'étalonnage pour les BTX

8.1.4 Bilan global du nombre de raccordements effectués depuis 2006 par le LCSQA-LNE

Le LCSQA-LNE raccorde les mélanges gazeux faisant l'objet des chaînes nationales d'étalonnage, mais également d'autres gaz tels que le dioxyde d'azote (NO₂) pour la détermination du rendement des fours de conversion et l'air zéro en bouteille nécessaire au réglage des appareils ou à la génération de mélanges gazeux dynamiques.

Le tableau ci-après fait le point sur les étalonnages effectués par le LCSQA-LNE pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA- INERIS et LCSQA-EMD), tous polluants confondus (NO/NOx, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTX et Air zéro) depuis 2006.

	Nombre				
	2006	2007	2008	2009	2010
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	146	180	180	180	180
Raccordements BTX	38	42	37	40	38
Raccordements LCSQA- INERIS	12	21	18	20	36
Raccordements ORA	0	8	6	6	5
Raccordements MADININAIR	16	24	13	25	19
Raccordements « Air zéro » (AIRPARIF, ORAMIP, ORA)	4	4	4	7	6
Somme totale des raccordements	216	279	258	278	284

Tableau 1 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA-LNE de 2006 à 2010

L'écart entre le nombre de raccordements Niveau 1/ Niveaux 2 de 2006 et de 2007 provient du fait que le nombre de raccordements de 2006 n'intégraient pas les raccordements effectués pour le composé NO₂.

Le tableau 1 montre que globalement le LCSQA-LNE effectue 280 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA-INERIS et LCSQA-EMD), tous polluants confondus (NO/NOx, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTX et Air zéro) depuis 2006.

8.2 CAS DES POLLUANTS PARTICULAIRES

A ce jour, il n'existe pas d'étalon de référence national pour les polluants particuliers similaire à ceux pour les gaz. En conséquence, dans l'attente de l'intégration des polluants PM₁₀ et PM_{2,5} dans la chaîne, une mise à disposition directe à chaque AASQA volontaire de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs sur site est assurée.

Les objectifs de la mise à disposition par le LCSQA-EMD de moyens d'intercomparaison de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants:

- ü Fournir aux AASQA un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, la constante d'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- ü Vérifier la conformité du débit d'aspiration de l'appareil par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesure au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvement ne sont pas pris en compte dans cette étude),
- ü Tester la linéarité de la microbalance dans les conditions les plus réalistes possibles, à savoir dans une gamme de masses correspondant à l'empoussièrement usuel observé sur un site de mesure.

Cette approche permet aux AASQA de raccorder leur instrumentation au système international. En effet, dans la mesure où les moyens de contrôle de débit utilisés en AASQA et les moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules sont raccordés à un étalon national, cette mise à disposition constitue la seule preuve de traçabilité de ces mesures particulières. Toutefois, elle ne prend pas en compte le système de prélèvement en amont de la mesure de la masse et son influence potentielle sur le résultat de mesure.

Le comportement de cette « chaîne de contrôle pour la mesure des particules » mise en place par le LCSQA peut être qualifié de satisfaisant ⁵.

Les résultats obtenus sont des éléments probants de l'Assurance Qualité / Contrôle Qualité (QA/QC) appliquée aux analyseurs automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant et sont des sources d'information nécessaires dans le cadre du calcul de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil.

8.3 CAS DES AUTRES POLLUANTS

Pour les autres polluants (métaux, HAP, pesticides...), il n'existe pas de chaînes d'étalonnage puisque les étalons de référence ne sont pas développés ou sont en cours de développement ^{6 7}.

Comme dit précédemment, pour ces polluants, le choix a été fait de réaliser des essais inter-laboratoire pour vérifier la fiabilité des mesures.

8.4 ESTIMATION DES INCERTITUDES

8.4.1 Contexte

Au niveau réglementaire, les directives européennes relatives à la surveillance de la qualité de l'air fixent des seuils d'incertitude sur les concentrations mesurées par les AASQA « au voisinage de la valeur limite appropriée ».

⁵ Rapport LCSQA « Maintien et amélioration des chaînes nationales d'étalonnage », Novembre 2007, Novembre 2008, Novembre 2009 et Novembre 2010

⁶ Rapport LCSQA « Développement de matériaux de référence pour les HAP », Novembre 2007, Novembre 2008, Novembre 2009 et Novembre 2010

⁷ Rapport LCSQA « Développement de matériaux de référence pour les métaux (Arsenic, Cadmium, Plomb et Nickel) », Novembre 2010

En marge de ces directives, plusieurs normes décrivant des procédures d'estimation des incertitudes associées aux mesurages ont été répertoriées dans le domaine spécifique de la qualité de l'air. Une lecture attentive de ces normes montre qu'elles ne sont pas très faciles d'application et qu'elles peuvent être interprétées de diverses façons, ce qui peut conduire à des résultats très différents.

Par conséquent, pour répondre aux exigences des directives et pour permettre d'harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes au sein des AASQA, le LCSQA a été mandaté pour aider les AASQA à estimer leurs incertitudes sur les mesures effectuées à l'air ambiant.

8.4.2 Définitions de l'incertitude et du mesurande

Un résultat de mesure est une information technique qui est utilisée habituellement pour prendre une décision. Il est essentiel que tout utilisateur d'un résultat de mesure ait une appréciation de la fiabilité et de la qualité de l'information qu'il va utiliser.

Les spécialistes du mesurage et de la métrologie ont défini un terme spécifique pour quantifier la fiabilité ou la qualité d'un résultat de mesure : l'**incertitude**. Ce terme à connotation plutôt négative montre le degré d'ignorance et de doute attaché au résultat, mais c'est en fait un précieux outil pour caractériser la qualité du résultat de mesure et plus généralement de l'information supportée par ces résultats.

Ce terme fait l'objet d'un consensus international au niveau de sa définition. Celle-ci figure dans le VIM, Vocabulaire International des termes fondamentaux et généraux de Métrologie publiée en 2007 (ISO/IEC GUIDE 99:2007) :

Paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un **mesurande**, à partir des informations utilisées

Dans le vocabulaire des métrologues, le mesurande désigne la grandeur que l'opérateur cherche à mesurer. Cette définition permet de représenter le résultat d'une mesure, non pas comme une valeur unique, mais comme un ensemble de valeurs numériques pas toujours toutes également probables.

Il est donc nécessaire de définir comment rendre compte du résultat, et comment caractériser l'ensemble des valeurs qui pourraient être attribuées au mesurande.

Deux paramètres sont classiquement employés par les statisticiens pour caractériser un ensemble de données, à savoir un paramètre de position et un paramètre de dispersion (Cf. figure 9) :

- ü Le paramètre de position est l'espérance mathématique $E(Y)$ de la variable aléatoire « résultat de mesure », qui n'est pas autre chose que la valeur annoncée du résultat ; c'est la valeur à laquelle il est donné la plus grande confiance.
- ü Le paramètre de dispersion est l'écart-type $u(Y)$, également appelé incertitude-type ; il représente la dispersion des valeurs attribuables au mesurande.

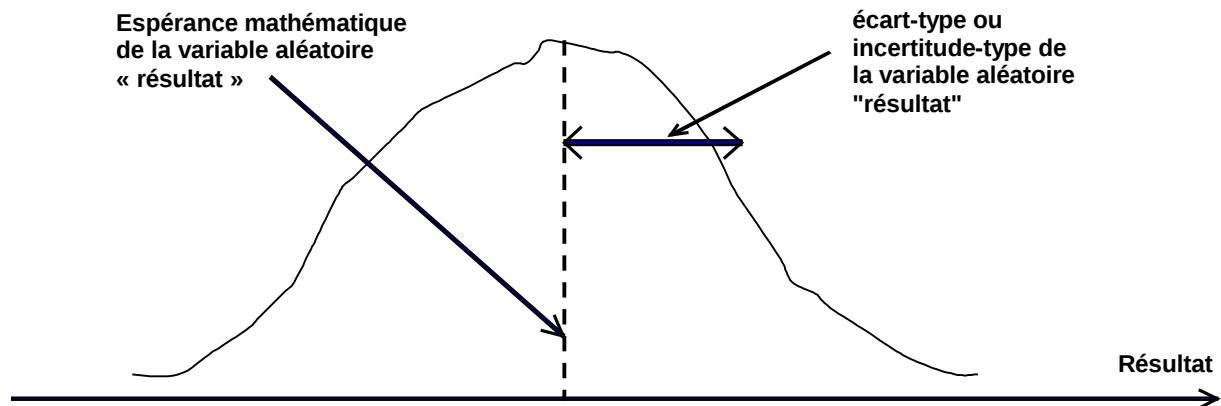


Figure 9 : Expression du résultat de mesure par un paramètre de position et un paramètre de dispersion

Le résultat de mesure est donc caractérisé par un paramètre de position, la valeur annoncée et un paramètre de dispersion, l'incertitude.

8.4.3 Méthodes d'estimation de l'incertitude de mesure

Il existe deux grandes approches possibles pour estimer l'incertitude de mesure :

- ü L'approche intra-laboratoire consiste à exploiter les résultats de mesure obtenus uniquement au sein du laboratoire et à estimer l'incertitude de mesure en se basant sur la méthode décrite dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005 :1999 (GUM) (cf. paragraphe 9),
- ü L'approche inter-laboratoires consiste à exploiter les résultats de mesure issus de comparaisons interlaboratoires en utilisant des référentiels tels que la norme ISO 5725 - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure en 5 parties (cf. paragraphe 10).

9. APPROCHE INTRA-LABORATOIRE : ESTIMATION DES INCERTITUDES SELON LE GUM

9.1 OBJECTIF

Des guides pratiques pour l'estimation des incertitudes associées aux différents types de mesures effectuées dans l'air ambiant ont été élaborés par le LCSQA et ont été validés dans le cadre d'un groupe de travail GT « Incertitudes » animé par le LCSQA-LNE et composé du LCSQA-INERIS, du LCSQA-EMD et de 11 AASQA.

Ils ont été ensuite publiés par l'Association Française de NORMALISATION (AFNOR) sous forme de fascicules de documentation (FD X43-070-1 à FD X43-070-8) après validation par la Commission de normalisation X43D « Air ambiant » (cf. paragraphe 3.2).

Les calculs d'incertitude dans l'ensemble des AASQA sont effectués à partir de ces guides.

9.2 DESCRIPTION DE LA METHODE INTRA-LABORATOIRE D'ESTIMATION DES INCERTITUDES

La méthode intra-laboratoire d'estimation des incertitudes est basée sur les normes et documents existants, et en particulier sur la méthode de calcul décrite dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005 :1999 (GUM) et celles proposées dans les normes européennes relatives au SO₂, NO/NO₂, CO, O₃ et C₆H₆ (cf. paragraphe 3.2).

Elle consiste en :

- ü La détermination des différents facteurs qui participent à l'incertitude de mesure comme par exemple, les mélanges de gaz pour étalonnage, les dérives d'appareil, les grandeurs d'influence etc.,
- ü La combinaison des incertitudes associées à chacun de ces facteurs pour estimer l'incertitude globale.

9.3 ORGANISATION DE SESSIONS DE FORMATION A L'ESTIMATION DES INCERTITUDES POUR LES MESURAGES AUTOMATIQUES DE SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ ET CO

A la demande des AASQA, le LCSQA a organisé des sessions de formation à l'estimation des incertitudes pour :

- ü Aider les AASQA à mettre en application les différentes parties du guide,
- ü Harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes au sein des AASQA.

Il a été décidé que cette formation ne porterait que sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site. En effet, cette partie concerne toutes les AASQA, alors que d'autres parties (ex : analyse des tubes passifs pour le benzène et le dioxyde d'azote) sont susceptibles de n'intéresser qu'un nombre limité d'AASQA.

Cette formation comportait 3 volets, à savoir :

- ü Une première partie portant sur la traçabilité des mesurages effectués dans le cadre de la surveillance de la Qualité de l'Air,
- ü Un second volet portant sur la présentation générale des différentes parties du guide et développant de façon concrète la démarche d'estimation des incertitudes mise en œuvre dans le domaine de la Qualité de l'Air,
- ü Une troisième partie portant sur l'estimation des incertitudes sur un cas concret, à savoir sur les mesurages d'ozone dans l'air ambiant (avec des applications numériques).

Les points développés étaient les suivants :

- La modélisation du processus de mesure,
- La détermination des incertitudes-types prises en compte,
- La prise en compte des données manquantes pour le calcul des concentrations moyennes,
- L'expression du résultat de mesure,
- Le cas particulier du mesurage du NO₂,
- La comparaison entre les approches par calcul (méthode GUM) et par essais interlaboratoires.

Un membre d'une AASQA ayant participé au GT « incertitudes » présentait en outre une synthèse des calculs d'incertitude réalisés pour les mesurages automatiques au sein de différentes AASQA en appliquant la partie 2 du guide, les difficultés rencontrées et les

questions qui se posaient sur la détermination des caractéristiques de performance des appareils.

Cinq sessions de formation ont été organisées en 2008 et 2009, et se sont déroulées soit dans une AASQA, soit dans les locaux du LNE au choix des participants :

- ü En 2008, deux sessions de formation ont été organisées : les 7 et 8 octobre 2008 à Bordeaux dans les locaux d'AIRAQ pour les AASQA du grand Sud-Ouest, puis le 4 novembre 2008 à Strasbourg dans les locaux de l'ASPA pour les AASQA du Grand Nord-Est.
- ü En 2009, trois sessions de formation ont été organisées : la première les 19 et 20 janvier 2009 à Montpellier dans les locaux d'AIR Languedoc Roussillon pour les AASQA du Sud-Est, les deux autres les 16-17 et 18-19 mars 2009 au LNE (Paris).

Le support de formation (transparents distribués aux participants) est disponible sur le site INTERNET du LCSQA.

9.4 MISE A DISPOSITION D'UN DOCUMENT DE RECOMMANDATIONS TECHNIQUES POUR LA MISE EN ŒUVRE DU FASCICULE DE DOCUMENTATION FD X43-070-1

L'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site fait l'objet du fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 (cf. paragraphe 3.2).

La démarche décrite dans ce document et qui est basée sur les préconisations du GUM a permis d'identifier les différentes contributions d'incertitude qu'il convient de combiner pour pouvoir estimer l'incertitude sur les mesurages de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO dans les stations de mesure des AASQA. Ces contributions d'incertitude sont détaillées selon les 4 axes suivants :

- ü Prélèvement,
- ü Chaîne d'étalonnage,
- ü Caractéristiques métrologiques des analyseurs de station,
- ü Traitement et acquisition des données.

Cependant, un retour d'expérience des AASQA et les sessions de formation organisées en 2008 et 2009 (cf. paragraphe 9.3) ont montré que certains points n'étaient pas suffisamment explicites et que d'autres pouvaient être sujets à interprétation, ce qui posait des difficultés de mise en œuvre de la procédure d'estimation de l'incertitude et d'harmonisation des pratiques entre AASQA

Un guide de recommandations techniques pour la mise en œuvre du fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 a donc été rédigé en 2009 par un sous-groupe de travail du GT "Incertain" composé d'AIRPARIF, d'ATMO Franche Comté, d'ATMO Poitou Charentes et du LCSQA.

Les objectifs de ce document ⁸ sont d'apporter des recommandations basées sur le retour d'expérience relatives :

- ü aux essais à effectuer pour obtenir les données nécessaires à l'estimation de l'incertitude des différentes contributions (modes opératoires),
- ü au traitement statistique des données associées,

⁸ Rapport LCSQA « Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitudes et formation des AASQA - Recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes portant sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site », Novembre 2010

- ü aux données à utiliser concernant les caractéristiques métrologiques des analyseurs ayant fait l'objet de certification (valeurs tirées des rapports d'approbation de type disponibles) ; une des difficultés est que les résultats des tests d'évaluations pour déterminer les caractéristiques de performance des appareils ne sont pas toujours exploités ni présentés de la même façon d'un rapport d'approbation de type à l'autre (par exemple dans certains cas il est présenté un tableau récapitulatif pour chacun des deux appareils testés, dans d'autres un seul tableau dont on ne sait pas toujours s'il s'agit de résultats moyens ou du résultat le plus élevé entre les deux appareils testés) ; il convenait donc de récapituler les caractéristiques de performance de chaque modèle d'appareil sur une base identique d'exploitation des résultats, afin de faciliter l'établissement des budgets d'incertitude et de permettre la comparaison entre les modèles d'appareils,
- ü aux plages de variation des paramètres d'influence sur la mesure pouvant être appliquées par défaut (par exemple : pour la tension électrique d'alimentation).

Ces recommandations techniques seront incluses dans le fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 lors de sa prochaine révision.

10. APPROCHE INTER-LABORATOIRES : CONTROLE QUALITE DU DISPOSITIF ET ESTIMATION DES INCERTITUDES

10.1 OBJECTIFS DES CAMPAGNES D'INTERCOMPARAISON

Des campagnes d'intercomparaison sont organisées périodiquement à tous les niveaux de la chaîne nationale d'étalonnage, car c'est un moyen fiable et performant pour attester du bon fonctionnement du dispositif de surveillance de la qualité de l'air mis en place en France.

Les objectifs typiques de ces campagnes d'intercomparaison sont les suivants :

- ü Vérifier la justesse et la reproductibilité des résultats d'étalonnages et d'essais produits à chaque niveau de la chaîne d'étalonnage, tant au niveau national qu'international, ce qui garantit la qualité des résultats de mesure.
- ü Déterminer les performances d'analyse de chaque intervenant (LCSQA, AASQA, laboratoires d'étalonnage ou d'analyse...) en le positionnant par rapport aux autres participants ; identifier des écarts significatifs pour lesquels des investigations devront être menées afin de proposer des actions correctives ; suivre l'évolution de ces performances au cours du temps.
- ü Etablir l'efficacité et la comparabilité de nouvelles méthodes d'essai ou de mesure ; surveiller les méthodes établies.
- ü S'assurer de la traçabilité des résultats de mesure lorsque le raccordement aux étalons nationaux ou internationaux des équipements d'analyse, d'essais ou d'étalonnage est difficilement réalisable pour des raisons techniques (exemple : mesures des concentrations massiques des particules) ou sont de coût irréaliste.
- ü Evaluer les incertitudes de mesure en faisant varier tous les facteurs (changement de lieu, de méthode, de conditions, d'instrument, ...) et les comparer avec celles obtenues lors de l'estimation des incertitudes en se basant sur le GUM.

10.2 DESCRIPTION DES DIFFERENTS TYPES DE CAMPAGNES D'INTERCOMPARAISON MENEES EN AIR AMBIANT

Les différents types de campagnes d'intercomparaison menées en air ambiant sont récapitulés sur la figure 10.

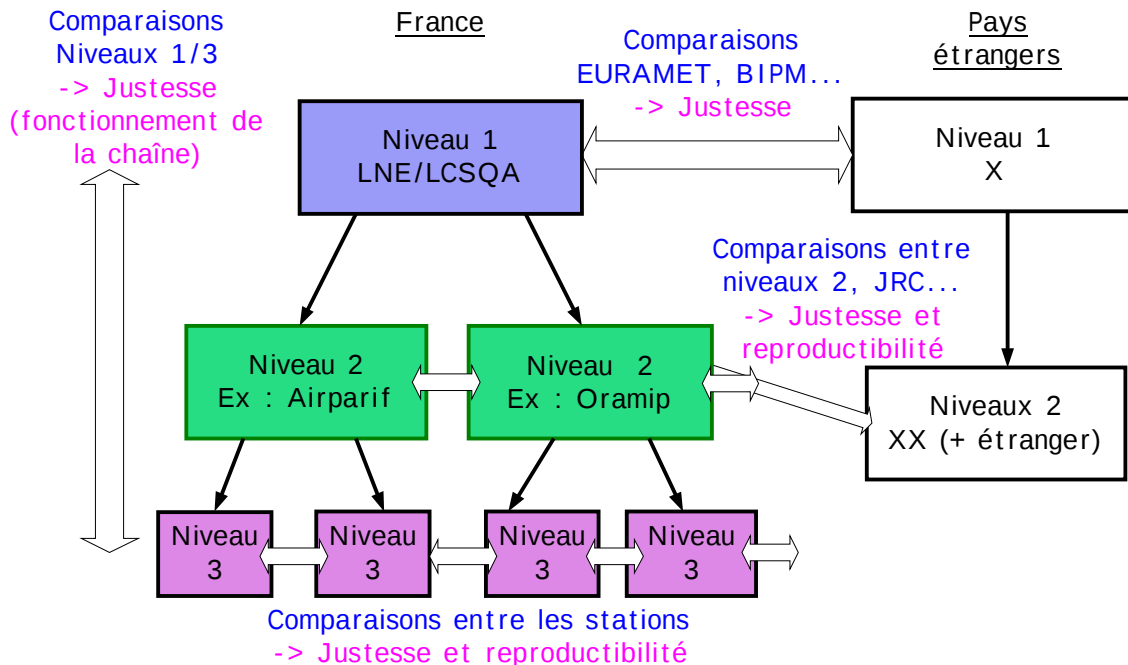


Figure 10 : Différents types de campagnes d'intercomparaison menées en air ambiant

En parallèle des mesures automatiques, la surveillance de certains composés tels que les BTEX (Benzène, Toluène, Ethylbenzène et Xylènes), les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP), les pesticides et les métaux (arsenic, cadmium, plomb et nickel) en air ambiant peut être effectuée par les AASQA par prélèvement d'air ambiant passif ou actif sur des tubes contenant un adsorbant. Cette méthode est constituée de deux parties :

- ü Le prélèvement d'air sur des échantillonneurs par les AASQA,
- ü L'analyse de ces prélèvements par des laboratoires d'analyse prestataires des AASQA ou pouvant être les AASQA elles-mêmes.

Des exercices d'intercomparaison sont organisés régulièrement avec ces laboratoires pour tester leurs capacités d'analyse dans le temps et dans l'espace.

10.3 COMPARAISONS ORGANISEES DANS LE CADRE DU BIPM ET D'EURAMET

Les laboratoires nationaux de métrologie collaborent et effectuent des comparaisons internationales de leurs étalons de référence nationaux depuis plus de 100 ans

Ces comparaisons peuvent être organisées soit dans le cadre du Comité Consultatif de la Quantité de Matière (CCQM) du Comité International des Poids et Mesures (CIPM), soit par l'organisation européenne EURAMET, organisation qui rassemble l'ensemble des laboratoires nationaux de métrologie des pays de l'Europe.

La participation du LNE à ces comparaisons est financée par la Métrologie Française.

Ces comparaisons sont primordiales, car elles permettent :

- ü D'établir les degrés d'équivalence des étalons de référence nationaux conservés par les laboratoires nationaux de métrologie et d'avoir une reconnaissance mutuelle des certificats d'étalonnage et de mesurage émis par ces laboratoires.

- ü De s'assurer de la justesse des étalons de référence d'une façon pérenne, étape essentielle dans le cadre de la dissémination des valeurs de référence via les chaînes d'étalonnage.

Pour les polluants gazeux, ces comparaisons consistent :

- ü Soit à tester la capacité d'analyse des mélanges gazeux des laboratoires nationaux de métrologie :
 - o Le laboratoire pilote fait circuler des mélanges gazeux en bouteille dans les laboratoires participants ; ces laboratoires déterminent la concentration analytique et l'incertitude associée ; l'ensemble des concentrations et incertitudes analytiques sont ensuite exploitées par le laboratoire pilote afin de déterminer les degrés d'équivalence entre les laboratoires participants;
- ü Soit à tester la capacité de préparation des mélanges gazeux des laboratoires nationaux de métrologie :
 - o Les laboratoires participants préparent des mélanges gazeux par la méthode gravimétrique dont ils calculent les concentrations gravimétriques et les incertitudes associées ; ces mélanges gazeux sont ensuite analysés par un même laboratoire pilote qui compare les concentrations gravimétriques et analytiques pour chaque mélange gazeux afin de déterminer les degrés d'équivalence entre les laboratoires participants.

L'ensemble des comparaisons auxquelles a participé le LNE dans le domaine des gaz au niveau européen et international est donné dans le tableau ci-après.

Nom	Laboratoire pilote	Date	Composé	Concentration	Méthode
CCQM-K1a (BIPM)	VSL	1994 – 1995	CO dans N ₂	6.10 ⁻² mol/mol 1.10 ⁻³ mol/mol 1.10 ⁻⁴ mol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K1c (BIPM)	VSL	1995 – 1996	NO dans N ₂	1.10 ⁻³ mol/mol 1.10 ⁻⁴ mol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K1d (BIPM)	VSL	1996 – 1997	SO ₂ dans N ₂	1.10 ⁻³ mol/mol 1.10 ⁻⁴ mol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K3 (BIPM)	VSL	1998 - 1999	CO CO ₂ Propane Dans N ₂	32 mmol/mol 135 mmol/mol 2,05 mmol/mol	Analyse de mélange de gaz
EUROMET Project 430	NPL	1997 - 2000	CO dans l'air NO dans N ₂ NO ₂ dans N ₂ SO ₂ dans l'air Benzène dans N ₂	20 µmol/mol 200 nmol/mol 200 nmol/mol 200 nmol/mol 20 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K7 (BIPM)	NIST	1999	Benzène Toluène Ethylbenzène m-Xylène o-Xylène Dans N ₂	60 nmol/mol 80 nmol/mol 70 nmol/mol 90 nmol/mol 60 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz

Tableau 2 : Bilan des campagnes d'intercomparaisons européennes et internationales auxquelles a participé le LNE pour la problématique de la qualité de l'air

Nom	Laboratoire pilote	Date	Composé	Concentration	Méthode
CCQM-K10 (BIPM)	NIST	2001	Benzène Toluène o-Xylène Dans N ₂	4,5 nmol/mol 8,2 nmol/mol 6,2 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-P23 (BIPM)	VSL	2000	CO dans N ₂	50 000 µmol/mol 1 000 µmol/mol 10 µmol/mol	Fabrication de mélange de gaz
EUROMET.QM-K1c EUROMET Project 638	VSL	2001-2003	NO dans N ₂	500 µmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-P28 (BIPM)	BIPM	2003-2006	Ozone	0 à 500 nmol/mol	Analyse
CCQM-K26a (BIPM)	NPL	2004	NO dans N ₂	600 à 850 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K26b (BIPM)	NPL	2004 - 2005	SO ₂ dans l'air	240 à 320 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz
BIPM.QM-K1 (BIPM)	BIPM	2007	O ₃ dans l'air	0 à 500 nmol/mol	Analyse
CCQM-K51 (BIPM)	NMISA	2008	CO dans l'air	5 µmol/mol	Analyse de mélange de gaz
EURAMET Project 867	LNE	2007-2009	CO CO ₂ CH ₄ O ₂ Dans l'azote	400 nmol/mol 400 nmol/mol 400 nmol/mol 600 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-P110 (BIPM)	BIPM	2009 (en cours)	NO ₂ dans l'azote	10 µmol/mol	Analyse de mélange de gaz
CCQM-K76 (BIPM)	NIST	2010 (en cours)	SO ₂ dans l'azote	100 µmol/mol	Analyse de mélange de gaz
EURAMET Project 937	VSL	2009 (en cours)	Analyse de l'azote pur		
EURAMET Project 1084	LNE /NPL	2010 (en cours)	NO dans l'azote NO ₂ dans l'air CO dans l'air SO ₂ dans l'air	200 nmol/mol 200 nmol/mol 10 µmol/mol 250 nmol/mol	Analyse de mélange de gaz

Tableau 2 (suite) : Bilan des campagnes d'intercomparaisons européennes et internationales auxquelles a participé le LNE pour la problématique de la qualité de l'air

Les rapports de ces différentes comparaisons sont disponibles sur le site du BIPM pour les comparaisons internationales (<http://kcdb.bipm.org/>) et sur le site d'EURAMET pour les comparaisons européennes (<http://www.euramet.org/>).

10.4 COMPARAISONS EUROPEENNES ORGANISEES PAR LE JOINT RESEARCH CENTER (JRC)

10.4.1 Polluants gazeux

Le Joint Research Center (JRC) ou Centre Commun de Recherche (CCR) est le laboratoire de recherche scientifique et technique de l'Union européenne. Cette Direction Générale de la Commission européenne a été créée dans le but d'apporter les conseils scientifiques et le savoir-faire technique nécessaires pour soutenir les orientations politiques choisies par l'UE.

La mission du JRC est de fournir un soutien scientifique et technique à la conception, à l'élaboration, à la mise en oeuvre et au suivi des politiques communautaires en répondant aux demandes de celles-ci. En tant que service de la Commission européenne, le JRC joue pour l'Union le rôle de centre de référence en matière de science et de technologie. Proche du processus d'élaboration des politiques, il sert l'intérêt commun des États membres tout en étant indépendant des intérêts particuliers, privés ou nationaux.

Les comparaisons organisées par le JRC dans le domaine des gaz ont pour objectifs de vérifier la reproductibilité des mesures réalisées par les laboratoires de l'UE.

Le JRC organise les comparaisons de la façon suivante :

- ü Génération de mélanges gazeux dynamiques à partir de mélanges gazeux "haute concentration" (ajout d'interférents tels que la vapeur d'eau...),
- ü Détermination en simultané des concentrations des mélanges gazeux dynamiques par les participants européens en utilisant leurs propres analyseurs et étalons de référence/transfert,
- ü Traitement statistique des données de l'ensemble des participants européens.

Ces comparaisons ont lieu en général 2 fois par an : une fois au JRC à ISPRA (Italie) et une fois à l'Office d'Etat pour la nature, l'environnement et la protection des consommateurs (LANUVNRW) à ESSEN (Allemagne).

Des niveaux 2 mandatés par le Ministère en charge de l'Environnement ou des membres du LCSQA participent à ces comparaisons (cf. tableau ci-après).

5

Laboratoire / AASQA	Année	Composés analysés
AIRPARIF	1999 (ISPRA - Italie)	SO ₂ , NO, NO ₂ , O ₃ , CO
LCSQA-EMD (*)	2003 (ISPRA – Italie)	SO ₂ , NO, NO ₂ , CO
AIRPARIF	2005 (ISPRA - Italie)	SO ₂ , NO, NO ₂ , CO
AIRPARIF	2007 (ESSEN - Allemagne)	SO ₂ , NO, NO ₂ , O ₃ , CO

Tableau 3 : Campagnes d'intercomparaison organisées par le JRC ou LANUVNRW

(*) Les effets d'interférents ont également été étudiés :

- H₂O (<10% RH, 50% RH, 80% RH) pour tous les composés,
- BTX à 5 nmol/mol sur le zéro et au point d'échelle pour NO, NO₂, SO₂ et CO,
- NO à 500 nmol/mol sur le zéro et au point d'échelle pour SO₂ et CO,
- NO₂ à 200 nmol/mol sur le zéro et au point d'échelle pour SO₂ et CO
- CO₂ à 350 µmol/mol sur le zéro et au point d'échelle pour SO₂ et CO.

NOTE Les laboratoires nationaux de métrologie sont également susceptibles de participer à ces comparaisons.

10.4.2 Métaux

10.4.2.1 Objectif

Le JRC-ISPRA a proposé en 2007 à 14 laboratoires de référence européens de participer à un exercice d'intercomparaison pour l'analyse des métaux lourds sur des particules PM₁₀ en vrac (poudres), des filtres impactés de particules et des solutions synthétiques ou issues de minéralisations de particules atmosphériques.

L'objectif de cette comparaison était d'estimer la reproductibilité des mesures de métaux obtenues par différents protocoles analytiques mis en œuvre par les laboratoires européens selon des méthodes normalisées (ICP-MS, GFAAS) ou non (voltampérométrie, PIXE, ICP-AES, EDXRF) et au regard des critères de qualité établis par les Directives 2008/50/CE et 2004/107/CE.

Le LCSQA-EMD a représenté la France dans cette intercomparaison.

10.4.2.2 Organisation des essais

Les échantillons fournis par le JRC et devant être analysés selon un protocole spécifique préalablement défini étaient les suivants :

- ü S1 : solution certifiée de référence devant être analysée six fois (6 réplicats) au cours de trois sessions d'analyse différentes (trois étalonnages indépendants).
- ü S2 : une solution correspondant à des poussières certifiées de référence minéralisées et devant être analysée six fois (6 réplicats) au cours d'une seule session d'analyse.
- ü S3 : une petite quantité de poussières (MRC) devant être minéralisée puis analysée six fois (6 réplicats) au cours d'une seule session d'analyse.
- ü S4 : une solution préparée par minéralisation d'un filtre exposé (impacté de particules) devant être analysée six fois (6 réplicats) au cours d'une seule session d'analyse.
- ü S5 : un filtre blanc et un filtre exposé devant être analysés six fois (6 réplicats) au cours de trois sessions d'analyse différentes (trois étalonnages indépendants).

Les analyses devaient être effectuées pour l'Arsenic, Cadmium, Nickel et Plomb (mesures obligatoires pour ces éléments réglementés) ainsi que pour le Zinc, Cuivre, Chrome, Manganèse, Cobalt, Vanadium, Fer et Aluminium (facultatifs). Seuls l'Aluminium et le Fer n'ont pas été mesurés par le LCSQA-EMD lors de cet exercice, la méthode d'analyse ICP-MS utilisée ne s'y prêtant pas.

Il était également demandé de calculer l'incertitude combinée et l'incertitude élargie de chaque échantillon analysé. Ces incertitudes ont été évaluées sur la base de résultats (répétabilité des mesures des échantillons, des contrôles qualité (QC) et des analyses des matériaux de référence certifiés) obtenus lors des sessions d'analyses.

Les mesures ont été effectuées selon la norme EN14902 après minéralisation au four micro-ondes en milieu $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ (8 ml : 2 ml) des poussières et des filtres puis analyse par ICP-MS pour les minéralisats et les solutions fournies.

Les échantillons ont été préalablement dilués de 25 à 200 fois selon les gammes de concentrations considérées puis un standard interne mixte (In/Ga) a été ajouté, pour corriger notamment des effets de matrice.

Les résultats de ces différentes analyses ont fait l'objet d'un rapport par le JRC-ISPRA⁹.

10.4.2.3 Résultats du LCSQA-EMD

De façon générale, il ressort sur la base des Z-scores calculés par le JRC à partir de l'ensemble des résultats des laboratoires de référence et par rapport aux critères de qualité que :

- ü Les valeurs fournies par le LCSQA-EMD sont très satisfaisantes (Z-scores compris entre -0,5 et +0,5 pour Cadmium et Nickel et entre -1 et +1 pour Arsenic et Plomb) quels que soient les échantillons analysés.
- ü Il n'apparaît pas de biais systématique des données selon la méthode d'analyse mise en œuvre par notre laboratoire.
- ü Les incertitudes de mesures sont très inférieures aux critères de qualité recommandés par la directive européenne et ont été correctement évaluées.

	Solution			Minéralisat	
	US1	US2	US3	US4	US5
Cd (%)	7,5	6,3	7,2	14,6	14,3
As (%)	10,0	8,1	7,7	15,7	15,2
Ni (%)	7,0	6,5	6,4	14,2	12,2
Pb (%)	6,3	6,0	6,1	11,7	11,7

Tableau 4 : Incertitudes élargies calculées par le LCSQA-EMD pour les 5 échantillons analysés

10.4.2.4 Conclusion

Au niveau de l'inter-comparaison globale, pour 89% de l'ensemble des échantillons, les critères de qualité des directives ont été respectés.

Les meilleurs résultats ont été obtenus sur le matériel de référence certifié (reproductibilité de 96%) alors que les résultats sur filtres impactés étaient moins bons (reproductibilité de 76%) suggérant que l'utilisation de MRC (pourtant recommandée par la norme EN14902) ne permettait pas d'estimer dans sa globalité, l'incertitude de mesure des laboratoires.

Dans l'ensemble, il apparaît que les difficultés des laboratoires présentant des résultats non satisfaisants provenaient plutôt de la partie minéralisation (explosion de réacteurs, contamination) que de l'étape analytique proprement dite (étalonnage). Cependant, au niveau analytique, des différences d'acidité entre les échantillons et d'étalons ont été responsables de dépassement des objectifs de qualité.

L'Arsenic semblait être l'élément le plus difficile à maîtriser pour les laboratoires participants.

⁹ M. Gerboles and D. Buzica in collaboration with : A. Hanus-Ilmar, M. Salfinger, E. Adriaenssens, N. Claeys, J. Vercauteren, K. Sega, S. Rychlik, E. Rabinak, G. Tanet, R. Passarella, V. Pedroni, V. Karlsson, L. Alleman, U. Pfeffer, D. Gladtko, A. Olschewski, B. O'Leary, D. Pockeviciute, J. Biel-Cwikowska, J. Tursic, R. Yardley (2008). Intercomparison exercise for heavy metals in PM10. EUR 23219 EN, ISSN 1018-5593, ISBN 978-92-79-08206-1, DOI 10.2788/63349

Concernant des méthodes non préconisées par la norme EN 14902, il semblait que l'ED-XRF (Fluorescence X à Energie Dispersive) présentait des limites de détection trop faibles pour l'Arsenic et une reproductibilité très élevée pour le Cadmium (jusqu'à 60%). La voltampérométrie a montré de très fortes interférences pour le Cadmium et s'avérait particulièrement longue à mettre en œuvre pour l'Arsenic.

La participation du LCSQA à ce type de comparaisons est indispensable, car elle permet au LCSQA de se positionner au niveau européen en tant que laboratoire de référence français, de comparer ses méthodes de mesure avec celles des autres laboratoires européens, de valider ses compétences scientifiques ou d'en acquérir de nouvelles...

10.4.3 Particules

Un des objectifs des directives européennes est d' « évaluer la qualité de l'air ambiant dans les Etats Membres sur la base de méthodes et critères communs ». Les directives européennes 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 :

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

Enfin, une information sur les concentrations dans l'air ambiant de polluants réglementés doit être systématiquement mise à la disposition du public, avec une mise à jour a minima quotidienne et, lorsque cela est réalisable, toutes les heures.

Ces contraintes en matière d'information du public sont une des raisons pour laquelle les méthodes de mesure mises en œuvre en France sont automatiques (microbalance TEOM, jauge radiométrique) et donc différentes des méthodes de référence gravimétriques manuelles (EN 12341, EN 14907).

10.4.3.1 Démonstration d'équivalence

Les directives offrent cependant aux Etats Membres 2 possibilités :

- ü Utiliser toute autre méthode dont ils peuvent prouver qu'elle donne des résultats équivalents à ceux de la méthode de référence » ;
- ü Utiliser toute autre méthode dont l'Etat 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.

La France n'a pas souhaité appliquer aux résultats de mesure issus des méthodes automatiques un facteur de correction constant différent de 1. En effet, un tel facteur n'est pas justifié scientifiquement (les écarts entre les méthodes sont variables dans le temps et l'espace) et son application n'est pas sans conséquence (surestimation de la moyenne annuelle, et risque de création de faux dépassements des valeurs limites journalières sans que tous les vrais dépassements soient identifiés). Dans ce contexte, la France a privilégié la recherche d'une solution instrumentale dont les résultats soient équivalents à ceux qui seraient obtenus avec la méthode de référence.

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 européen¹⁰ 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, où:

- ü Il est précisé le principe général pour les particules (comparaison entre appareils sur site);
- ü Il est fourni un ensemble de caractéristiques (nombre de sites, caractéristiques, nombre d'échantillons);
- ü Une procédure de calcul statistique est détaillée;
- ü Sont définis les paramètres à considérer et les seuils associés à respecter (dispersion intra- et inter-méthodes, incertitude).

Les travaux réalisés par le LCSQA ont permis d'identifier une telle solution : elle consiste en un module qui, adapté à l'appareil de mesure des particules, permet d'avoir un résultat équivalent à la méthode de référence^{11,12}.

10.4.3.2 Exercice d'intercomparaison européen

Dans le cadre de l'application de la Directive 1999/30/CE concernant la qualité de l'air ambiant (reprise depuis 2008 par la Directive 2008/50/CE), la Commission Européenne a souhaité disposer de données permettant de comparer la manière avec laquelle les différents pays membres assurent la surveillance quotidienne des niveaux de PM₁₀ et ainsi de juger la qualité des mesures. Dans cette optique, la DG Environnement, l'organisation AQUILA (association européenne des laboratoires nationaux de référence dans le domaine de la qualité de l'air) et le Joint Research Center (JRC) d'Ispira (Italie), ont exprimé en 2004 la nécessité d'une campagne européenne "QA/QC PM₁₀" basée sur un exercice d'intercomparaison dans chaque Etat Membre afin de fournir de nouvelles informations sur la comparabilité des mesures PM₁₀ et le cas échéant l'état de mise en œuvre de facteurs de correction pour le suivi en continu des concentrations, comme le permet la Directive européenne.

Le principe de l'exercice est de comparer les méthodes mises en œuvre par les états membres (au niveau local et au niveau du laboratoire national de référence) avec la méthode de référence européenne EN12341 mise en œuvre par le JRC. Il ne s'agit donc ni d'une évaluation des pratiques par pays, ni d'une vérification des démonstrations d'équivalence, mais d'un état des lieux des méthodes utilisées pour la mesure des PM₁₀, et d'une évaluation de ces méthodes.

¹⁰ « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » - Report by an EC Working group on Guidance for the Demonstration of Equivalence (January 2010). Document téléchargeable sur <http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/equivalence.pdf>

¹¹ Rapport LCSQA « 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 » (Novembre 2006)

¹² Rapport LCSQA « Procédure d'équivalence: TEOM FDMS PM₁₀ & PM_{2.5} - Campagne de Marseille » (Décembre 2006)

Le JRC et AQUILA ont donc proposé à la France une campagne d'intercomparaison de deux semaines visant à fournir des informations sur :

- ü La comparabilité des techniques de mesures PM_{10} mises en œuvre par le laboratoire national de référence avec le JRC;
- ü La comparabilité des mesures des PM_{10} effectuées en routine dans les stations des AASQA avec le JRC;
- ü L'état de mise en œuvre et l'utilisation de facteurs de correction pour les mesures automatiques dans les réseaux, contrôlant ainsi la qualité des résultats destinés à être transmis aux instances européennes conformément à la Directive.

Cet exercice a été mené en mars 2008, impliquant d'une part le JRC, et d'autre part à la fois un représentant local du pays d'accueil (ici, AIRPARIF, réseau de surveillance de la qualité de l'air en Ile de France) et le Laboratoire de Référence (ici le LCSQA-INERIS et le LCSQA-EMD). Il est à noter que la France n'est pas concernée par la mise en œuvre de facteurs de correction, dans la mesure où elle utilise des méthodes équivalentes ne nécessitant pas de correction.

La campagne a eu lieu à la station de Bobigny (AIRPARIF), du 13 au 27 mars 2008. C'est une station urbaine de fond, située au nord-est de Paris à proximité du LCSQA-INERIS qui dispose depuis plusieurs années d'une salle de pesée répondant aux critères environnementaux de la norme EN 12341.

Le tableau suivant résume les moyens de mesure mis en œuvre.

Gestionnaire	Polluant mesuré	Technique
JRC	PM_{10}	Préleveur séquentiel type Leckel SEQ 47/50 à 2,3 m ³ /h (tête européenne) et filtre Téflon 47mm (appareil dupliqué)
	$PM_{2.5}$	Préleveur séquentiel type Leckel SEQ 47/50 à 2,3 m ³ /h et filtre Téflon 47mm
AIRPARIF	PM_{10}	TEOM-FDMS version C à 1 m ³ /h (tête américaine)
	$PM_{2.5}$	TEOM-FDMS version C à 1 m ³ /h (tête américaine)
LCSQA	PM_{10}	Préleveur séquentiel type Partisol Plus à 1 m ³ /h (tête américaine) + filtre Téflon 47mm
	PM_{10}	TEOM-FDMS version C à 1 m ³ /h (tête américaine) (appareil dupliqué)
	PM_{10}	Jauge Bêta MP101M RST à 1 m ³ /h (tête américaine)

Tableau 5 : Techniques mises en oeuvre

La figure 11 représente l'évolution temporelle de l'ensemble des valeurs journalières validées. On constate a priori une bonne co-évolution, exceptée pour les données de TEOM-FDMS mis en œuvre par le JRC. Les concentrations se répartissent entre 10 et 30 $\mu\text{g.m}^{-3}$, généralement en dessous de 20 $\mu\text{g.m}^{-3}$, ce qui constitue une gamme de concentration relativement faible, à rapprocher des conditions perturbées, voir pluvieuses, lors de la campagne.

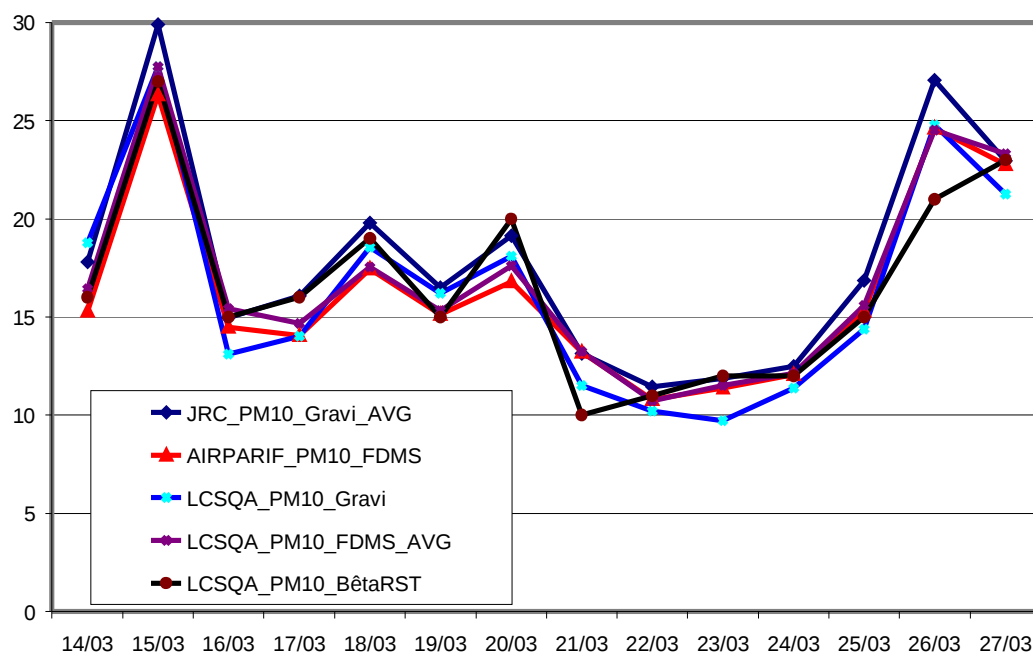


Figure 11 : Suivi temporel des mesures PM₁₀ par gravimétrie (LCSQA et JRC), TEOM-FDMS (JRC, LCSQA et AIRPARIF) et de la jauge Bêta (LCSQA)

Suite du rapport page suivante

La campagne de mesure des PM₁₀ s'est révélée satisfaisante sur la majorité des techniques mises en œuvre par les trois intervenants. Les cinq appareils de mesure des PM₁₀ affichent une forte corrélation avec les résultats gravimétriques du JRC pris comme référence (coefficients directeurs compris entre 0,87 et 0,98 ; ordonnées à l'origine allant de -1,11 à 1,28). Les coefficients de détermination R² ne sont pas inférieurs à 0,89. Les résultats sont détaillés dans les rapports LCSQA^{13,14}.

De la même façon, les mesures des PM_{2,5} effectuées d'une part par gravimétrie (JRC) et d'autre part par TEOM-FDMS (AIRPARIF) présentent une bonne concordance.

Les résultats de cet exercice confirment la validité des mesures de PM₁₀ des méthodes de mesures équivalentes choisies par la France dans le cadre réglementaire de la surveillance de la qualité de l'air, sur un site périurbain comparativement à la méthode gravimétrique normalisée sur la période de mesure considérée.

10.5 COMPARAISONS ORGANISEES PAR LES NIVEAUX 2

Les niveaux 2 organisent ou participent à des comparaisons qui leur permettent de vérifier la justesse et la reproductibilité de leurs mesures.

Ces comparaisons sont organisées pour les composés gazeux (CO, NO/NO_x, SO₂, NO₂, O₃ et BTX).

Tous les ans, chaque niveau 2 organise, à tour de rôle, une comparaison à laquelle est convié l'ensemble des niveaux 2. Dans la mesure du possible, au moins un homologue étranger (réseau étranger) est invité à participer à cette comparaison.

Le niveau 2 organisateur de la comparaison génère des mélanges gazeux dynamiques à partir de mélanges gazeux "haute concentration".

Les participants utilisent leurs propres analyseurs et étalons de référence/transfert pour déterminer en simultané les concentrations des mélanges gazeux dynamiques.

Puis, les données de l'ensemble des niveaux 2 sont traitées statistiquement.

Cette comparaison permet de :

- ü Vérifier la reproductibilité des mesures réalisées par l'ensemble des niveaux 2, c'est à dire qu'il n'y a pas de différence significative entre les mesures des niveaux 2 en tenant compte des incertitudes de mesure.
- ü Vérifier la justesse des mesures françaises par rapport à celles des homologues étrangers, à savoir la présence/absence de biais systématique entre les mesures françaises et étrangères.

L'ensemble des comparaisons organisées par les niveaux 2 est donné dans le tableau ci-après.

¹³ Rapport LCSQA «Métrologie des particules PM₁₀ et PM_{2,5} - accompagnement au déploiement des modules FDMS » (Décembre 2008)

¹⁴ Rapport LCSQA «Utilisation de la méthode par absorption de rayonnement bêta pour la mesure des particules en suspension » (Novembre 2008)

5

Organisateur de la comparaison	Année	Composés analysés	Concentration des composés
ASPA	2000	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Monopoint
AIRPARIF	2002	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints
ASPA	2003	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Monopoint
EMD	2004	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Monopoint
COPARLY, AIR PL	2005	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints
ORAMIP	2006	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Monopoint
AIRFOBEP	2007	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints
AIRPARIF	2008	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints
ASPA	2009	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints
EMD	2010	SO ₂ , NO/NO ₂ , O ₃ , CO, Air zéro	Multipoints

Tableau 6 : Campagnes d'intercomparaison organisées entre les niveaux 2

10.6 COMPARAISONS AU NIVEAU 3 ORGANISEES PAR LE LCSQA-LNE POUR LES COMPOSES GAZEUX

10.6.1 Objectif

L'objectif est d'effectuer des comparaisons interlaboratoires entre le niveau national (LCSQA-LNE) et les stations de mesure pour s'assurer du bon fonctionnement de la chaîne nationale d'étalonnage en :

- ü Vérifiant la justesse des mesures des niveaux 3, c'est à dire qu'il n'y a pas de différence significative entre les valeurs de référence du LCSQA-LNE et les mesures des niveaux 3 dans le temps et dans l'espace;
- ü Détectant des anomalies auxquelles il conviendra d'apporter des actions correctives.

10.6.2 Pour NO/NO_x, CO, NO₂ et SO₂

Le LCSQA-LNE titre des mélanges gazeux de NO/NO_x de l'ordre de 200 nmol/mol, de CO de l'ordre de 9 µmol/mol, de SO₂ de l'ordre de 100 nmol/mol et de NO₂ de l'ordre de 200 nmol/mol et les fait circuler dans les niveaux 3.

Les niveaux 3 déterminent la concentration de ces mélanges gazeux avant et après réglage de l'analyseur de station avec l'étalon de transfert 2-3, puis les renvoient au LCSQA-LNE qui les titre de nouveau.

Le LCSQA-LNE détermine ensuite les écarts relatifs entre les valeurs de référence et les mesures des niveaux 3.

L'ensemble des écarts obtenus lors des campagnes d'intercomparaison a conduit à définir des intervalles maximum dans lesquels doivent se trouver les écarts relatifs entre les valeurs de référence du LCSQA-LNE et les mesures des niveaux 3 après élimination des valeurs jugées aberrantes.

Les valeurs de ces intervalles sont les suivantes :

- ü $\pm 7 \%$ avant et après réglage pour une concentration en SO_2 voisine de 100 nmol/mol ;
- ü $\pm 6 \%$ avant et après réglage pour des concentrations en NO/NO_x voisines de 200 nmol/mol ;
- ü $\pm 6 \%$ avant réglage et $\pm 4 \%$ après réglage pour des concentrations en CO voisines de 9 $\mu\text{mol/mol}$.

NOTE Les comparaisons pour NO_2 ayant commencé en 2010, il n'existe pas pour l'instant d'intervalle pour ce polluant.

Ces comparaisons ont commencé à être organisées à partir de 2002.

Puis, à partir de 2007, les campagnes ont été planifiées sur 2 ans afin de pouvoir tester l'ensemble des AASQA sur 2 ans.

Les participations des AASQA à ces comparaisons sont résumées dans le tableau ci-après.

Les résultats des comparaisons sont disponibles dans les différents rapports LCSQA¹⁵ consultables sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

Suite du rapport page suivante

¹⁵ Rapport LCSQA « Développement des méthodes et des moyens permettant aux réseaux de surveillance de la qualité de l'air d'exercer leur propre mission ». Décembre 2002

Rapport LCSQA « Organisation de comparaisons interlaboratoires ». Décembre 2003

Rapport LCSQA « Organisation de comparaisons interlaboratoires ». Novembre 2004

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2005

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2006

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2007

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2008

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2009

Rapport LCSQA « Contrôle Qualité de la chaîne nationale d'étalonnage ». Novembre 2010

Noms des AASQA	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010
AIRPARIF						X		X	
ATMOSF'AIR BOURGOGNE			X	X	X		X		X
AIR NORMAND	X				X		X		X
ATMO PICARDIE			X			X		X	
LIG'AIR				X	X		X		X
COPARLY			X			X		X	
ASCOPARG		X				X		X	
AMPASEL	X			X		X		X	
ATMO DROME ARDECHE		X		X	X		X		X
SUP'AIR						X		X	
AAPS	X	X	X	X		X		X	
ATMO CA		X			X		X		X
ATMO LORRAINE NORD		X	X	X	X	X	X		X
ATMO FRANCHE-COMTE	X	X	X	X	X	X	X	X	X
AIRLOR	X		X	X		X		X	
ORA - LA REUNION			X	X		X		X	
ASPA					X		X		X
AIR PAYS DE LA LOIRE	X			X		X		X	
AIR BREIZH	X				X		X		X
AIR COM		X	X		X		X		X
AIRFOBEP	X		X	X		X		X	
AIR LANGUEDOC ROUSSILLON	X		X			X		X	
ATMO PACA		X		X	X		X		X
QUALITAIR CORSE						X		X	
ATMO NORD - PAS DE CALAIS				X		X		X	
ORAMIP				X	X		X		X
AIRAQ				X	X		X		X
ATMO AUVERGNE		X	X		X		X		X
ATMO PC	X				X		X		X
LIMAIR				X	X		X		X
MADININ'AIR				X		X		X	
ORA - GUYANE						X		X	
GWAD'AIR					X		X		X
SCAL'AIR									

Tableau 7 : Campagnes d'intercomparaison organisées au niveau 3 par le LCSQA-LNE pour les polluants NO/NO_x, CO, NO₂ et SO₂

10.6.3 Pour l'ozone (O₃)

Le LCSQA-LNE fait circuler, dans les niveaux 3, un générateur d'ozone portable délivrant un mélange gazeux à une concentration voisine de 100 nmol/mol. Puis, il détermine les écarts relatifs entre la valeur de référence et les mesures des niveaux 3.

Les comparaisons ont débuté en 2007 : il est par conséquent trop tôt pour pouvoir définir des intervalles.

Toutefois, l'ensemble des résultats montre que les écarts relatifs se situent dans un intervalle de $\pm 8 \%$ après avoir éliminé les valeurs aberrantes (cf. rapports LCSQA cités au paragraphe 10.6.2).

Les participations des AASQA à ces comparaisons sont résumées dans le tableau ci-après.

Noms des AASQA	2007	2008	2009	2010
AIRPARIF				X
ATMOSF'AIR BOURGOGNE	X			
AIR NORMAND		X		
ATMO PICARDIE		X		
LIG'AIR	X			
COPARLY		X		
ASCOPARG				
AMPASEL				
ATMO DROME ARDECHE				
SUP'AIR				
AAPS				
ATMO CA		X		
ATMO LORRAINE NORD		X		
ATMO FRANCHE-COMTE				
AIRLOR	X			
ORA - LA REUNION				
ASPA			X	
AIR PAYS DE LA LOIRE				X
AIR BREIZH			X	
AIR COM				X
AIRFOBEP				X
AIR LANGUEDOC ROUSSILLON			X	
ATMO PACA	X		X	
QUALITAIR CORSE		X		
ATMO NORD - PAS DE CALAIS	X			X
ORAMIP	X		X	
AIRAQ				
ATMO AUVERGNE	X			X
ATMO PC		X		
LIMAIR			X	
MADININ'AIR				X
ORA - GUYANE				
GWAD'AIR			X	
SCAL'AIR				

Tableau 8 : Campagnes d'intercomparaison organisées au niveau 3 par le LCSQA-LNE pour l'ozone

10.7 COMPARAISONS AU NIVEAU 3 ORGANISEES PAR LE LCSQA-INERIS POUR LA MESURE EN CONTINU DES COMPOSES GAZEUX ET DES PARTICULES

10.7.1 Objectifs

Comme indiqué précédemment, la Directive 2008/50/CE appelle au respect de valeurs limites ou valeurs cibles pour le dioxyde de soufre, les oxydes d'azote, les particules en suspension (PM₁₀ et PM_{2.5}), l'ozone, le benzène et le monoxyde de carbone en leur associant une exigence en terme d'incertitude maximale sur la mesure.

Ainsi qu'il est défini dans le paragraphe 8.4.3. il existe deux grandes approches possibles pour estimer les incertitudes de mesure : l'approche intra-laboratoire (GUM) et l'approche inter-laboratoire (utilisation des valeurs robustes ou consensuelles des participants à une comparaison inter-laboratoires).

L'approche inter-laboratoire a été mise en place par le LCSQA-INERIS pour la mesure en continu des composés gazeux et des particules PM₁₀.

Cette approche permet de tester les appareils ainsi que les pratiques de chaque AASQA sur le terrain en conditions réelles de fonctionnement.

L'intérêt de la mise en place de ce type d'approche s'appuie également sur le fait que les AASQA sont tenues réglementairement de participer aux essais inter-laboratoires mis en place par le Ministère chargé de l'environnement, dans le cadre du LCSQA (Article 9 de l'arrêté du 17 mars 2003). De plus, la norme NF EN ISO/CEI 17025 de mai 2000 stipule que les laboratoires accrédités ou en cours d'accréditation doivent participer à des essais inter-laboratoires afin de s'assurer de la qualité de leurs essais.

Dans ce contexte, ce type d'exercice permet :

- ü De déterminer l'intervalle de confiance de reproductibilité associé aux mesures de l'ensemble des participants (comparable à une incertitude) et ceci à différents niveaux de concentration comme préconisé par la Directive 2008/50/CE,
- ü De confronter les équipes et les moyens mis en œuvre,
- ü D'améliorer la qualité des raccordements et du fonctionnement,
- ü De mettre en évidence des problèmes de dysfonctionnements non observés en l'absence de dopage et non décelés lors des maintenances préventives.

Afin de répondre aux objectifs décrits ci-dessus tout en tenant compte des contraintes techniques et logistiques (intégration de toute station de surveillance fixe française à cette démarche globale selon un principe de comparaison expérimentale) et afin de s'inscrire dans une démarche d'amélioration continue, le LCSQA-INERIS a défini trois types de comparaison inter-laboratoires différents :

- ü **Exercice inter-laboratoire multipolluants** : il s'agit d'une comparaison interlaboratoire des moyens mobiles des AASQA qui permet de vérifier le respect des exigences réglementaires de la Directive européenne pour chacun des polluants étudiés, par la détermination de l'intervalle de confiance relatif selon la norme ISO 5725-2 assimilable à l'incertitude de mesure collective, par polluant et par niveau de concentration. Le calcul de la répétabilité interne est intégré pour les participants équipés de doublon d'analyseurs. Cet exercice, réalisé sur des stations mobiles de surveillance à part entière, présente l'intérêt pour les participants de comparer leurs résultats sur l'ensemble de la chaîne de mesure (de la ligne de prélèvement à l'acquisition), y compris les procédures de contrôle.

- ü **Exercice de comparaison 2 à 2 "moyen mobile/station fixe"** : cet exercice permet d'assurer, en un temps très court, la comparaison entre un "moyen mobile de référence" et une station fixe, et ce pour des valeurs de concentration étendues, en incluant les valeurs limites réglementaires. Il s'agit d'intégrer les stations fixes et de les relier aux stations mobiles intercomparées et ainsi de vérifier le respect des exigences de la Directive et des normes européennes. L'intervalle de confiance externe déterminé pour chaque station de mesure peut être considéré comme une estimation de l'incertitude de mesure et donc être comparé à la valeur limite d'incertitude fixée par la Directive. Il ne s'agit que d'une estimation, car on suppose que le moyen mobile réalise des mesurages exempts de biais systématique, ce qui n'est rigoureusement pas exact. Cet exercice permet aussi de répondre à des demandes spécifiques d'AASQA au niveau d'une station donnée, et de réaliser des synthèses/bilans sur la base d'un échantillon représentatif de stations fixes étudiées.
- ü **Exercice interlaboratoire monopolluant** : cet exercice, dont les objectifs sont identiques, est réalisé en collaboration avec le réseau de mesure d'ATMO Picardie sur une station fixe dédiée (ATMO Picardie/Creil). Chaque essai se concentre sur un polluant et ne concerne que les appareils de mesure déplacés et mis en œuvre sur une station pour l'exercice. Il présente l'intérêt d'être plus léger de mise en œuvre pour les AASQA concernées, et se déroule sur une plus longue période. Cet exercice permet donc de reproduire les conditions de fonctionnement des analyseurs en station. Le doublement des appareils pour chaque participant permet, également, de déterminer la répétabilité intralaboratoire. De plus, lors de ce type d'essai, des tests plus poussés peuvent être réalisés pour des polluants pour lesquels des problèmes ont été identifiés lors de la réalisation des autres essais interlaboratoires.

10.7.2 Méthodologies développées par le LCSQA-INERIS

10.7.2.1 Système de dopage pour les composés gazeux

Les trois types de comparaisons inter-laboratoires décrits ci-dessus s'appuient sur l'utilisation d'un système de dopage ou système d'enrichissement de la matrice réelle tout en conservant les propriétés de celle-ci, notamment sur la question des interférents (vapeur d'eau, interférents, aérosols, ozone ambiant, etc).

Ceci permet de réaliser les comparaisons au niveau des valeurs limites réglementaires, d'assurer l'exploration d'un domaine étendu de concentrations et de déterminer une incertitude de mesure sur toute la plage de mesure.

La mise en œuvre d'un dispositif de ce type a nécessité le développement d'un système de génération de gaz constitué des éléments suivants :

- ü Gaz de dopage haute concentration,
- ü Unité de dilution,
- ü Boîtiers de distribution,
- ü Lignes de transfert.

Depuis 2003, différents types de dispositifs de dopage ont été développés et testés dans les essais inter-laboratoires. Une validation de tous les dispositifs mis en place a été effectuée à chaque nouveau développement afin de garantir une alimentation en gaz de caractéristiques identiques (même temps de séjour des gaz et même concentration) à partir de la matrice air ambiant naturelle enrichie par dopage. Cette validation comprenait entre autres la vérification :

- ü Du temps de résidence dans les lignes de prélèvement,
- ü De l'effet de l'ensoleillement sur les lignes de prélèvement,
- ü Des titres des gaz d'étalonnage par rapport à la chaîne nationale d'étalonnage,
- ü Du système de génération de gaz par dopage dans son ensemble.

Le dispositif de dopage actuel utilisé pour les essais inter-laboratoires « moyens mobiles », est constitué d'un système "pieuvre" à quatre branches conçues afin que chaque ligne et son boîtier de distribution associé puissent alimenter plusieurs laboratoires mobiles en étant positionné au plus court des trappes d'accès (cf. figure 12). Il garantit une distribution de gaz dopé homogène et stable pour l'ensemble des participants.

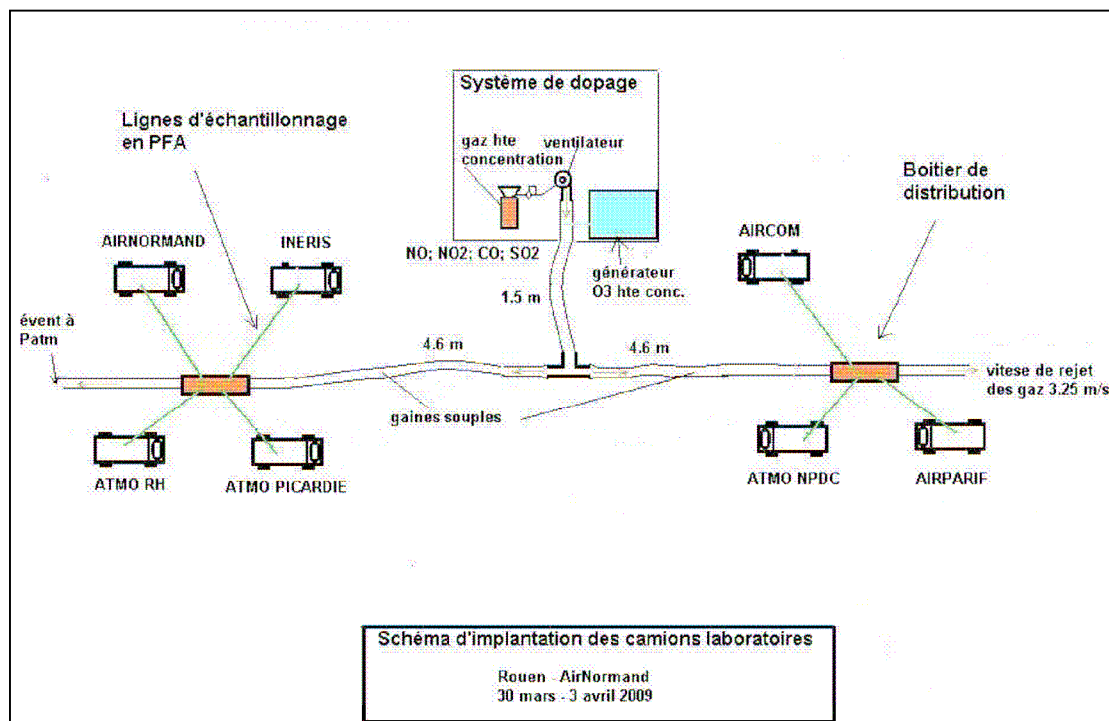


Figure 12 : Schéma d'implantation des camions laboratoires lors de l'essai réalisé en 2009

Préalablement à la réalisation de chaque essai de comparaison inter-laboratoires, les temps de résidence des gaz dans les lignes fluidiques reliant les différents boîtiers de distribution et les analyseurs sont déterminés. Pour ce faire, les longueurs des lignes en téflon et les débits de prélèvement des analyseurs sont mesurés.

Pour ce qui concerne les exercices de comparaison 2 à 2 moyen mobile/station fixe et monopolluant, le système de dopage a pour fonction de réaliser un enrichissement de la matrice air ambiant, en un ou plusieurs polluants, et de la distribuer de manière homogène vers les analyseurs (cf. figure 13). Pour ce faire :

- ü La tête de prélèvement de la station de mesure est placée au sein d'une enveloppe TEDLAR ;
- ü L'enveloppe souple "TEDLAR" est alimentée de manière continue en air ambiant à l'aide d'un ventilateur. Elle est munie d'une entrée et d'une sortie, permettant un travail à pression atmosphérique, en dynamique.
- ü La matrice "air ambiant" est dopée grâce à une unité de dilution alimentée par des composés issus de mélanges gazeux hautes concentrations en bouteilles pour NO/NO₂, CO, SO₂, ou d'un générateur haute concentration (LNI) pour l'ozone. Le niveau de concentration souhaité est ajustable manuellement.

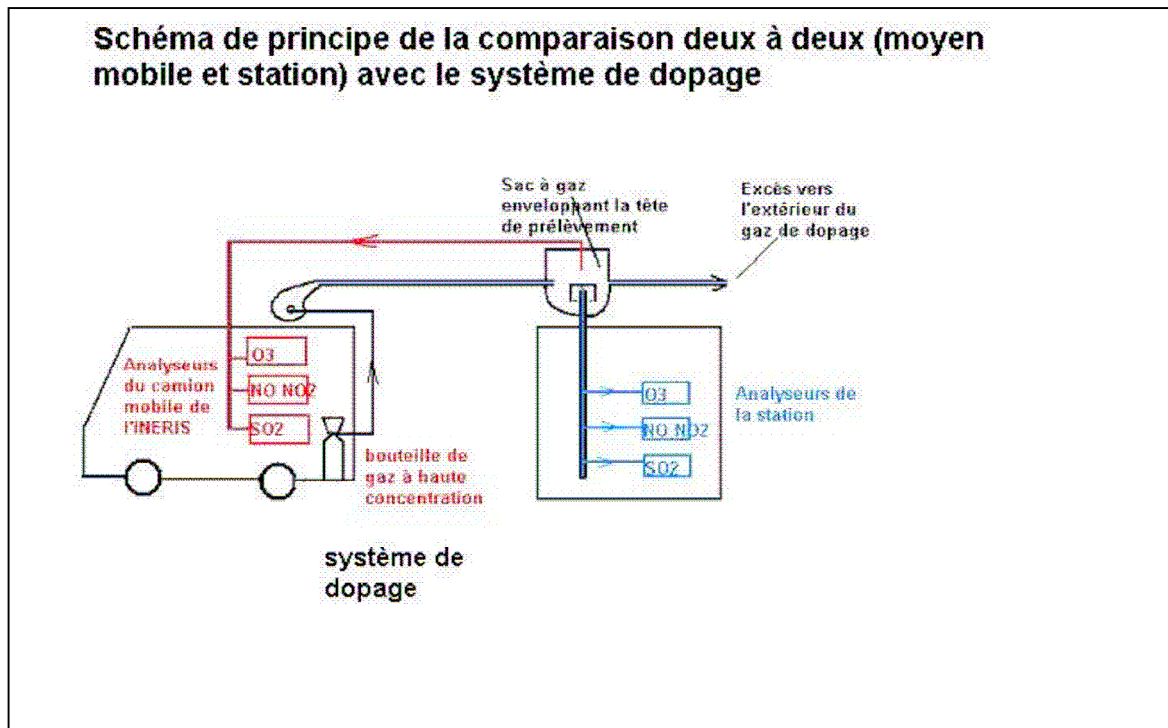


Figure 13 : Schéma de dopage pour les essais de comparaison 2 à 2

10.7.2.2 Système de dopage pour les particules

Depuis 2007, le LCSQA-INERIS a travaillé sur le développement d'un dispositif de génération et de dopage pour la réalisation des essais inter-laboratoires dans le cas de la mesure en continu des PM₁₀.

Le système actuel consiste en un brûleur à propane qui permet de générer des particules de taille granulométrique centrée autour de 2 µm sur des durées de plusieurs heures dans une gamme de concentration de 20 à 120 µg/m³. La matrice ainsi générée est homogène et stable.

Ce système permettant de comparer jusqu'à 6 TEOM en parallèle n'est actuellement opérationnel que sur la station d'ATMO Picardie à Creil.

Chaque tête de prélèvement du TEOM est coiffée par un élément cylindrique translucide (cf. figure 14) raccordé au dispositif d'enrichissement de la matrice ambiante. L'alimentation de ces coiffes s'effectue de manière symétrique grâce à un élément central disposant de 6 tubulures de sortie reliées aux raccords d'entrée des coiffes (cf. figure 15).



Figure 14 : Têtes PM₁₀ sous coiffe de dopage



Figure 15 : Système de distribution

10.7.3 Organisation des essais

10.7.3.1 Exercice inter-laboratoire moyens mobiles

Ces exercices font l'objet d'une planification sur plusieurs années qui intègre les contraintes géographiques, ce qui permet à chaque AASQA de programmer sa participation périodique. Ils sont réalisés sur le site d'une AASQA ayant manifesté le souhait d'accueillir un exercice. Un appel à participation est diffusé à l'ensemble des AASQA qui informent le LCSQA-INERIS de leurs intentions de participation.

Préalablement à cet exercice, le LCSQA-INERIS réalise les contrôles métrologiques des analyseurs destinés à l'essai. Les gaz étalons utilisés lors de ces contrôles ainsi que ceux mis en œuvre lors de la circulation de gaz de référence (voir ci-après) sont étalonnés par le LCSQA-LNE quelques semaines avant la réalisation de l'exercice de comparaison inter-laboratoire.

L'exercice se déroule sur deux semaines et est organisé de la façon suivante :

- ü Arrivée des participants le jeudi et vendredi de la semaine J : installation, branchements électriques, mise sous tension et mise en chauffe des analyseurs.
- ü Installation du système de dopage le vendredi de la semaine J : branchement fluidique de l'ensemble des analyseurs via les boîtiers de distribution de gaz mis en œuvre par le LCSQA-INERIS.
- ü Vérification des temps de résidence de chaque ligne fluidique le vendredi de la semaine J.
- ü Semaine J+1, lorsque tous les analyseurs sont stabilisés, chaque participant vérifie ses analyseurs en début de campagne à l'aide de ses propres étalons de transfert raccordés aux niveaux 2 respectifs de la chaîne nationale d'étalonnage. Une circulation de gaz de référence (O₃, SO₂, NO, NO₂ et CO) est effectuée les lundi/mardi de la semaine J+1, ce qui permet de vérifier en début d'exercice la cohérence des mesures entre les niveaux 2 et 3. A partir de ce moment, aucun réglage ni correction ne sont autorisés. En fin de campagne, un contrôle est également effectué pour observer d'éventuelles dérives.
- ü Réalisation de l'essai de comparaison durant 3 jours (du mardi au jeudi de la semaine J+1) suivant la séquence de dopages programmée.

10.7.3.2 Exercice inter-laboratoire 2 à 2

L'intercomparaison de station fixe consiste à comparer les résultats de mesures du laboratoire mobile du LCSQA-INERIS à ceux d'une station fixe désignée par l'AASQA qui sollicite la réalisation de cet exercice. La qualité des mesures de la station est vérifiée dans sa configuration habituelle de fonctionnement qui intègre les analyseurs et la ligne de prélèvement. Les analyseurs en place peuvent être doublés afin de déterminer la répétabilité interne de la station. Durant la durée de l'exercice, les mesures de la station fixe doivent être retirées du calcul de l'indice ATMO et déconnectées du système d'alerte.

L'exercice se déroule sur une semaine et comprend :

- ü Lundi : Mise en place du camion laboratoire du LCSQA-INERIS au plus proche de la station fixe ; raccordement électrique et mise en chauffe des analyseurs ; mise en place du coiffage de la tête de prélèvement ; calcul des temps de résidence pour chaque partie en présence,
- ü Mardi : Chaque participant procède à ses propres étalonnages en O₃, NO/NO₂, SO₂ et CO avec des gaz raccordés aux niveaux 1 ou 2 selon l'organisation de la chaîne nationale d'étalonnage ; contrôle des étalonnages de la station par lecture des étalons du LCSQA-INERIS avec identification éventuelle de dysfonctionnement d'analyseur ou dérive d'étalons utilisés pour le raccordement de la station ; début de la séquence de dopages programmée,
- ü Mercredi/Jeudi : Suite et fin de la séquence de dopages. ; examen des données de mesures,
- ü Vendredi : Démontage du coiffage de la tête de prélèvement de la station et du système de dopage.

10.7.3.3 Exercice inter-laboratoire monopolluant

Ces exercices font généralement suite à des dysfonctionnements observés par plusieurs AASQA sur la mesure d'un polluant spécifique. Ils se déroulent sur un laps de temps d'un minimum de 3 semaines hors installation.

La programmation de ces essais a recours à un appel à participation auprès des AASQA. Ils regroupent jusqu'à 6 participants et 12 analyseurs répartis sur 2 têtes de prélèvement coiffées chacune d'une enveloppe TEDLAR et alimentées en parallèle par le système de dopage mis en œuvre par le LCSQA-INERIS.

Chaque analyseur est alimenté par une ligne fluide individuelle reliée à l'une des têtes de prélèvement. Les longueurs des lignes fluidiques sont déterminées afin d'harmoniser les temps de résidence.

Durant l'exercice, des dopages sont réalisés suivant un programme de sollicitation des instruments intégrant les valeurs réglementaires convenues avec les participants. La durée de ces dopages est de l'ordre de 8 h. Ils sont en général répétés afin de mesurer la dérive des analyseurs sur la durée de l'exercice.

10.7.4 Participation des AASQA

Dans le tableau suivant sont présentés les différents essais interlaboratoires réalisées depuis 2004 (moyens mobiles (MM), deux à deux (2à2) et monopolluant (MP)), les polluants concernés par chaque essai, le nombre d'appareils de mesure mis en place, les AASQA et autres organismes ayant participé.

AASQA	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	Prév 2011
Polluants concernés MM	-	CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x , PM ₁₀ (sans dopage)	CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x (avec dopage)					
Nombre d 'analyseurs concernés MM	-	58	44	62 (française) 48 (européenne)	46	47	68	?
Polluants concernés 2à2	O ₃ , SO ₂ , NO _x			CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x	O ₃ , SO ₂ , NO _x			
Polluants concernés MP	O ₃	NO _x	SO ₂	O ₃	PM ₁₀ (TEOM 50 °C)	PM ₁₀ (TEOM 50 °C)	PM ₁₀ (TEOM 1405) et (TEOM FDMS)	NO _x
Nombre d 'analyseurs concernés MP	8	11	12	18	6	6	6	?
AIRPARIF	MP	MM + MP		MM	MM	MM		
ATMOSF'Air Bourgogne			MM	MM-A 2à2 (peri -urbaine)			MM	
AIR NORMAND	MP	MP	MP	MP (2)	MP	MM-A 2à2 (urbaine)		
ATMO PICARDIE	2à2 (2 urbaines) MP (2)	MP	MP	MM (européenne) MP (2)	MP	MM + MP	MP (TEOM 1405) (6)	
LIG'Air			MP	MP (2)	MM + MP			
ATMO Rhône -Alpes GIE (ASCOPARG , COPARLY, SUP'Air, AMPASEL, ATMO Drôme -Ardeche)						MM	MM	MM-A 2à2 (?)
AAPS		2à2 (urbaine)		MM-A (2)				
ATMO CA		MM		MM (européenne)			MM	
ATMO LORRAINE NORD					2à2 (rurale)		MM MP (TEOM FDMS)	
AIRLOR		MM	2à2 (urbaine)	MM			MM	
ATMO FRANCHE-COMTE		MM		MM			MM-A 2à2 (urbaine)	
ASPA		MM-A (2)		MM			MM	
AIR PAYS DE LA LOIRE					MM		MM	
AIR BREIZH		MM		MP (2)	MM			
AIR COM						MM		
AIRFOBEP								
ATMO PACA			MM					
AIR LANGUEDOC ROUSSILLON		MM	MM					
QUALITAIR CORSE					MP			
ATMO Nord Pas de Calais		MM + MP	MP	MM + MP (2)	MP	MM		
ORAMIP			MM-A 2à2 (urbaine)					
AIRAQ			MM		MM			
ATMO Auvergne				MM			MM MP (TEOM FDMS)	
ATMO PC			MM 2à2 (peri -urbaine)		MM-A			2à2 (?)
LIMAIR				MM				
MADININAIR								
GWADAIR								
ORA - Guyane								
ORA - La Réunion								
SCAL'Air								

Organismes Européens	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	Prév 2011
Polluants concernés MM	-	CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x , PM ₁₀ (sans dopage)	CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x (avec dopage)					
Nombre d 'analyseurs concernés MM	-	58	44	62 (française) 48 (européenne)	46	47	68	?
Polluants concernés 2à2	O ₃ , SO ₂ , NO _x			CO, O ₃ , SO ₂ , NO _x	O ₃ , SO ₂ , NO _x			
Polluants concernés MP	O ₃	NO _x	SO ₂	O ₃	PM ₁₀ (TEOM 50°C)	PM ₁₀ (TEOM 50°C)	PM ₁₀ (TEOM 1405) et (TEOM FDMS)	NO _x
Nombre d 'analyseurs concernés MP	8	11	12	18	6	6	6	?
ROPAG (Genève - Suisse)		MM						
Reseau de Neufchatel (Neufchatel - Suisse)							MM	
Département air ambiant de la Principauté d'Andorre (Andorre)			MM	MM (européenne)				
ISSEP (Liège – Belgique)	MP	MP	MP	MM (européenne) MP (2)		MP		
VMM (Anvers-Belgique)							MP (TEOM FDMS)	
GGD (Amsterdam – Hollande)				MM (européenne)				
DCMR (Rotterdam – Hollande)				MM (européenne)		MP		
AEA Technologies						MP	MP (TEOM FDMS)	
GENCAT (Barcelone - Espagne)				MM (européenne)				
Autres	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	Prév 2011
ENVITEC	MP							

Tableau 9 : Essais inter-laboratoires réalisés par le LCSQA-INERIS depuis 2004 et organismes ayant participé

Sont données (entre parenthèses) des informations sur la typologie du site pour les essais 2 à 2 ainsi que le nombre d'appareils ou des moyens mobiles mis en place pour les essais monopolluant et moyens mobiles. MM-A indique l'AASQA ayant accueilli et participé à l'essai.

On observe qu'à une exception près, toutes les AASQA de métropole ont participé au moins une fois à un type d'essai organisé par le LCSQA-INERIS.

En plus des essais organisés au niveau national, trois essais européens ont également été organisés :

- ü Un essai "moyens mobiles" en 2007,
- ü Un essai monopolluant sur les PM₁₀ (TEOM 50°C) en 2009,
- ü Un essai monopolluant sur les PM₁₀ (TEOM FDMS) en 2010.

10.7.5 Principaux résultats et enseignements

Le tableau suivant présente les résultats obtenus en terme d'intervalle de confiance de reproductibilité associés aux mesures de l'ensemble des participants (comparable à une incertitude).

Polluant	Incertitudes de mesure aux seuils de concentration de la Directive Européenne (%)			
	2006	2007	2008	2009
SO ₂	16,0	30,9	7,2	4,2
O ₃	14,7	8,7	5,0	4,8
CO	9,3	11,7	3,9	6,8
NO	8,9	13,8	7,8	7,2
NO ₂ sans NO	13,5	15,0	8,2	16,1
NO ₂ avec 400 nmol/mol de NO	-	13,7	5,9	19,4
NO ₂ avec 600 nmol/mol de NO	-	19,5	7,7	23,2

Tableau 10 : Incertitudes obtenues lors des essais inter-laboratoires "moyens mobiles"

On observe que l'incertitude exigée par la Directive 2008/50/CE pour ces composés sur des mesures fixes qui est de 15% est respectée dans la plupart des exercices. Une exception est à noter sur le SO₂ pour l'essai de 2007.

Le respect des incertitudes pour le NO₂ est assez variable et peut dépendre en grande partie de l'utilisation des sécheurs et de la façon d'effectuer les étalonnages (cf. paragraphes ci-après).

En plus de l'estimation des incertitudes de mesure, ce type d'exercice a permis de mettre en évidence un certain nombre de dysfonctionnements non décelés lors des maintenances préventives. A titre d'exemple quelques constats ou problèmes mis en évidence lors de la réalisation de certains essais inter-laboratoires sont listés ci-dessous :

- ü L'intérêt de plateformes d'échange et d'autoformation à l'intention des opérateurs, afin de maintenir et de tenir à jour dans la communauté, un certain nombre d'informations et de retours d'expérience,

- ü L'importance de réaliser un étalonnage du matériel après son transport,
- ü La mise en évidence d'une forte dispersion des mesures de NO_x en général. Ce constat est à rapprocher du fait que le parc actuel d'analyseurs est constitué d'appareils équipés ou non de sécheur en entrée de ligne, et que les étalons de transfert sont variables d'une AASQA à l'autre (air sec en bouteille ou air humide provenant d'une valise de perméation). On peut donc se retrouver par exemple avec des appareils sans sécheur étalonnés en air sec qui mesurent ensuite de l'air ambiant humide, ce qui conduit à des écarts systématiques de l'ordre de 5% sur la mesure du NO_x,
- ü L'influence de certains interférents (styrène) sur la réponse des analyseurs de NO_x,
- ü La sensibilité de certains analyseurs au changement de matrice (sèche/humide),
- ü La mise en évidence de dérive accidentelle d'étalon de transfert,
- ü Pour la mesure des PM, l'importance de la phase de stabilisation après le changement de filtre de collecte dans la continuité des mesures,
- ü Il apparaît essentiel d'introduire l'isolation thermique de la ligne de prélèvement dans la méthodologie de mesure des PM₁₀...

Les résultats des comparaisons sont disponibles dans les différents rapports LCSQA¹⁶ consultables sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

10.7.6 Perspectives

Ces différents types d'essais répondent aux besoins des AASQA tant par les éléments qu'ils leur apportent dans leur démarche qualité (audit) ou plus simplement d'amélioration, que par l'identification de problèmes liés à tel ou tel instrument ou principe de mesure et les réponses qui ont pu être apportées en terme de recommandations.

Les perspectives attendues sont à minima de maintenir ce niveau de prestation dans la réalisation de ces exercices ainsi que la participation de l'ensemble des AASQA mais également de faire évoluer les dispositifs mis en œuvre afin d'intégrer les nouveaux équipements tels que les jauges β , les analyseurs optiques, BTX et les nouvelles contraintes normatives (temps de résidence, influence du système de prélèvement,...).

¹⁶ Rapport LCSQA « Exercice d'intercomparaison Interreg-ASPA, mai 2003. Résultats individuels et analyse de cas particuliers ». Octobre 2004

Rapport LCSQA « Intercomparaison avec dopage à Nogent sur Oise et Creil ». Novembre 2004

Rapport LCSQA « Intercomparaison monopolluant ATMO PICARDIE, Ozone, Creil, août 2004 ». Novembre 2004

Rapport LCSQA « Intercomparaison de moyens de mesures mobiles (Exercice 2005). Novembre 2005

Rapport LCSQA « Intercomparaison de moyens mobiles (exercice 2005) suite : contrôle de deux systèmes de prélèvement de l'ASPA ». Novembre 2005

Rapport LCSQA « Intercomparaison 2 à 2 à la station de Saint-Jean de Maurienne ». Novembre 2005

Rapport LCSQA « Intercomparaison de moyens de mesures mobiles (exercice 2006) ». Décembre 2006

Rapport LCSQA « Intercomparaisons 2 à 2 de stations fixes ». Décembre 2006

Rapport LCSQA « Mise au point d'un système de dopage PM ». Décembre 2007

Rapport LCSQA « Intercomparaison monopolluant 2007 (ozone) à la station de Creil ». Décembre 2007

Rapport LCSQA « Intercomparaison 2 à 2 à la station de Champforgeuil (ATMOSF'Air Bourgogne Sud) ». Décembre 2007

Rapport LCSQA « Intercomparaison de moyens de mesures mobiles (exercice 2007) ». Décembre 2007

Rapport LCSQA « Intercomparaison des moyens de mesures mobiles européens ». Décembre 2007

Rapport LCSQA « Mise au point d'un système de dopage PM ». Décembre 2008

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures (1/2) : Intercomparaison des moyens mobiles nationaux ». Décembre 2008

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures (2/2) : Intercomparaison 2 à 2 à la station Schoeneck (Atmo Lorraine Nord) ». Décembre 2008

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Première intercomparaison européenne PM₁₀ ». Décembre 2009

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures (2/4) : Intercomparaison des moyens mobiles nationaux (ROUEN 2009) ». Décembre 2009

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures (3/4) : Intercomparaison de la station « CHS » d'AirNormand ». Décembre 2009

Rapport LCSQA « Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison PM₁₀ (1/4) ». Septembre 2009

10.8 COMPARAISONS ORGANISEES PAR LE LCSQA AVEC LES LABORATOIRES D'ANALYSE PRESTATAIRES DES AASQA

10.8.1 Comparaisons organisées par le LCSQA-INERIS pour les pesticides

10.8.1.1 Objectifs

La surveillance des pesticides n'étant pas réglementée dans l'air ambiant mais cette problématique étant importante pour certaines régions, ces essais sont effectués en vue du recensement des méthodes analytiques mises en œuvres par les différents laboratoires et dans le but d'observer les écarts ou équivalences des résultats et de connaître les capacités des laboratoires à répondre aux besoins de sous-traitance analytique des AASQA.

Les essais sont organisés par le LCSQA-INERIS dans le cadre des ses travaux pour le ministère chargé de l'environnement, et sont exclusivement adressés aux laboratoires sous-traitants habituels des AASQA ainsi que les laboratoires "de proximité" indiqués par les AASQA. De ce fait, aucun frais de participation n'est demandé aux laboratoires.

De taille relativement limitée compte-tenu de la préparation qu'il nécessite, cet essai implique généralement une douzaine de laboratoires répartis sur le territoire national.

Il s'agit de déterminer la validité et la reproductibilité de l'ensemble du traitement analytique (extraction, concentration, analyse) sur une matrice de mousses PUF (polyuréthane) utilisées lors des prélèvements par les AASQA.

Les résultats obtenus après traitement statistique sont diffusés et mis à disposition de l'ensemble de participants et des AASQA de façon anonyme.

Afin de connaître les résultats d'un laboratoire, les AASQA sont tenues de s'adresser à ce laboratoire.

10.8.1.2 Organisation des essais

Ces essais ont une périodicité de 2 à 3 ans. Les substances visées sont celles de la liste nationale des substances prioritaires mise à jour et complétée avec les nouvelles substances mises sur le marché.

- Echantillons envoyés aux laboratoires :

Des mousses en polyuréthane dopées avec des pesticides à des niveaux de concentrations différents sont envoyées aux laboratoires participants. Ces mousses PUF sont employées sur le terrain par les AASQA pour le prélèvement de la phase gazeuse des pesticides. Ce type de mousse a été retenu pour la réalisation des essais inter-laboratoires, car leur texture et leur géométrie nous permettent de réaliser facilement les dopages par injections de volumes connus de solutions étalons et ce dans de bonnes conditions de répétabilité.

Préparation des mousses PUF :

Après un conditionnement préalable, une partie des mousses PUF est placée dans un préleveur grand volume de type Digitel DA80. Des prélèvements d'air ambiant de trois heures chacun sont réalisés à l'aide de plusieurs préleveurs placés sur un site permettant de collecter particules et polluants susceptibles d'interférer dans l'analyse des échantillons, tout comme lors du traitement d'un échantillon réel.

Après cette étape, les mousses sont conditionnées individuellement dans du papier aluminium puis dans un sachet plastique hermétique par lot de trois. Ces mousses sont ensuite placées au congélateur à -18°C. Elles constituent le lot de mousse PUF "contaminées".

Avant l'envoi des échantillons aux laboratoires participants, les mousses « contaminées » sont dopées avec des solutions préparées par le LCSQA-INERIS de concentration différente. Chaque niveau de dopage est dupliqué afin de vérifier la répétabilité des mesures pour une concentration donnée, mais également de pallier les éventuelles pertes d'un échantillon lors d'erreurs de manipulation sur une mousse. En complément des mousses dopées, les laboratoires ont disposé de mousses vierges pour la réalisation de leurs blancs analytiques.

Les échantillons de mousses dopées sont emballés individuellement dans du papier aluminium préalablement calciné pour éliminer les traces de matière organique, et placés dans des sachets plastiques hermétiques pour éviter toute contamination croisée. Une identification est apposée sur l'échantillon afin d'indiquer la série à laquelle il appartient. Tous les échantillons sont ensuite placés au congélateur en attente d'expédition. Le temps de conservation des échantillons est identique pour une même série et n'excède pas 24 h sur l'ensemble des séries préparées.

Les conditions de stockage et d'expédition mises en œuvre sont conformes aux exigences méthodologiques du prélèvement de pesticides et permettent de s'affranchir d'un vieillissement des échantillons. De plus, un laboratoire dit "de référence" effectue la vérification de l'homogénéité des échantillons préparés.

Chaque laboratoire reçoit un minimum de dix mousses (mousses dopées et mousses vierges). Le laboratoire "de référence" reçoit cinq fois plus d'échantillons que les participants pour s'assurer de la fiabilité du dopage, soit cinquante mousses (10 fois chaque dopage et dix blancs).

- Déroulement de l'essai :

Les laboratoires participants sont informés de la liste des molécules à rechercher, ainsi que des gammes de concentration au préalable.

Chaque laboratoire met en œuvre sa propre méthode d'analyse suivant son expérience dans le domaine des pesticides et son équipement. Les résultats attendus comprennent pour chacune des substances analysées les dates des différents traitements (extraction, analyse) et les méthodes associées.

Les laboratoires qui n'ont pas la possibilité d'analyser rapidement les échantillons sont informés des conditions de stockage permettant de s'affranchir du vieillissement des échantillons.

Les laboratoires disposent d'environ un mois à compter de la réception du colis pour communiquer leurs résultats d'analyse.

Dans le tableau suivant sont présentés les laboratoires ayant participé aux essais inter-laboratoires réalisés à ce jour.

Laboratoire	2003	2005	2008
Institut Pasteur de Lille	X	X	X
CARSO	X	X	X
CEDRA	X		
Micropolluants Technologie	X	X	X
Cereco	X	X	
Léres	X		
Institut Européen de l'environnement de Bordeaux (LEEB)	X	X	
Laboratoire LARA	X	X	X
Laboratoire d'analyses de Brest Océan	X	X	X
IanESCO Chimie	X	X	X
Wolff Environnement	X	X	
Laboratoire Départemental Franck Duncombe		X	X
Laboratoire Départemental de Pau (EPLD)		X	
Trace Environnement		X	
Eurofins – Allemagne (Sofia)			X
Laboratoire de Rouen			X
Laboratoire des Pyrénées			X

Tableau 11 : Laboratoires ayant participé aux essais inter-laboratoires sur les pesticides

- Traitement statistique :

Le traitement statistique des résultats est effectué selon la norme NF ISO 5725-2. Ainsi, les valeurs assignées et les variances de répétabilité et de reproductibilité attribuées à l'essai sont calculées à partir des données passant les tests de recherche de résultats aberrants par les experts (Droite de Henry) et par traitement statistique (Test de Cochran, Test de Grubbs). Ensuite, des Z-scores sont également fournis pour chaque matrice et chaque laboratoire participant.

10.8.1.3 Principaux résultats et enseignements

Les résultats obtenus donnent en moyenne des coefficients de reproductibilité très élevés compris entre 80 et 100 % en 2005, et compris entre 60 et 80 % en 2008. Alors qu'une tendance d'amélioration semble se profiler, elle reste néanmoins à confirmer.

Ces essais ont permis de mettre en évidence la disparité des résultats (et du savoir-faire) entre les laboratoires sous-traitants habituels et les autres.

Les résultats des comparaisons sont disponibles dans les différents rapports LCSQA¹⁷ consultables sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

¹⁷ Rapport LCSQA « Intercomparaison analytique de produits phytosanitaires sur support de collecte atmosphérique. Avril 2004

Rapport LCSQA « Mesure des pesticides dans l'air ambiant ». Novembre 2005

Rapport LCSQA « Observation des niveaux de concentrations en pesticides dans l'air ambiant (1/2) : Intercomparaison analytique de substances phytosanitaires. Décembre 2009

10.8.2 Comparaisons organisées par le LCSQA-INERIS pour les HAP

10.8.2.1 Objectifs

Afin de répondre à la Directive 2004/107/CE, concernant les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) et les métaux, les AASQA travaillent avec des laboratoires internes et/ou externes pour la réalisation des analyses chimiques de leur prélèvement d'air ambiant.

Depuis 2001, le LCSQA-INERIS (en collaboration avec le LCSQA-LNE depuis 2006) organise des essais inter-laboratoires pour les 7 HAP concernés par la directive ainsi que d'autres HAP classiques pouvant faire l'objet d'analyses par les laboratoires prestataires des AASQA, avec comme objectifs :

- ü d'assurer la comparabilité des données au niveau national, notamment au vu des obligations réglementaires,
- ü d'étudier la faisabilité analytique vis-à-vis de la valeur cible définie dans la directive (1 ng/m^3 en valeur annuelle sur les particules PM_{10}), ainsi que du domaine d'application de la norme NF EN 15549 (entre $0,04$ et 20 ng/m^3 pour le B[a]P), dans le respect des objectifs de qualité de la directive (incertitude inférieure à 50% pour le B[a]P et les autres HAP) ;
- ü de permettre aux laboratoires ayant déjà participé à des exercices précédents de comparer leurs résultats et de constater l'évolution de leur savoir-faire sur l'analyse des HAP sélectionnés ;
- ü d'élargir, le cas échéant, le nombre de laboratoires pouvant être sollicités par les AASQA.

Les résultats obtenus après traitement statistique sont diffusés et mis à disposition de l'ensemble de participants et des AASQA de façon anonyme.

Afin de connaître les résultats d'un laboratoire, les AASQA sont tenues de s'adresser à ce laboratoire.

En 2010, le LCSQA-INERIS a également participé en tant que laboratoire à un essai de comparaison interlaboratoires organisé par le gouvernement Catalan (Espagne) concernant les composés de la Directive 2004/107/CE. Les résultats obtenus sont disponibles sur demande au LCSQA-INERIS.

10.8.2.2 Organisation des essais

Ces essais sont organisés tous les 2 ans. Comme pour les pesticides, ces essais inter-laboratoires sont réalisés dans le cadre des actions pour le compte du LCSQA : de ce fait, ils sont adressés aux AASQA et à leurs laboratoires sous-traitants. Ainsi, ce sont les AASQA qui font parvenir aux laboratoires de leur choix le bulletin de pré-inscription à l'essai.

- Echantillons envoyés aux laboratoires :

Trois types d'échantillons sont envoyés aux laboratoires afin de tester différentes étapes de l'analyse : l'analyse seule ou la totalité de l'opération depuis l'extraction jusqu'à l'analyse.

Solutions étalons certifiées

Les solutions étalons sont préparées et certifiées par le LCSQA-LNE. Les incertitudes sont évaluées à partir de l'incertitude liée à l'analyse quantitative et de la reproductibilité inter flacons qui tient compte des incertitudes liées à l'homogénéité des échantillons.

Matériaux liquides « extraits des filtres »

Les matériaux liquides correspondant à des niveaux de concentrations différents sont préparés par le LCSQA-INERIS à partir de plusieurs prélèvements réels effectués sur filtre en quartz à l'aide d'un préleveur grand volume de type ANDERSEN, équipé d'une tête PM₁₀, à un débit de 60 m³/h.

L'homogénéité des matériaux d'essais est contrôlée afin que la variance inter-échantillon ne biaise pas l'interprétation des résultats. De plus, la stabilité du matériau d'essai est également contrôlée sur une période d'une semaine après réception du matériau d'essai chez les participants.

Matériaux solides

Les matériaux solides (morceaux de filtre) sont préparés par le LCSQA-INERIS et sont issus de prélèvements réels effectués sur filtre en quartz à l'aide d'un préleveur grand volume de type ANDERSEN, équipé d'une tête PM₁₀, à un débit de 60 m³/h. Chaque filtre est découpé avec un emporte-pièce en 16 morceaux de 47 mm de diamètre.

L'homogénéité du filtre par l'analyse des 16 morceaux d'un même filtre est contrôlée plusieurs fois avant envoi.

Choix des niveaux de concentration

Les concentrations ambiantes des HAP dans chaque matériau d'essai sont calculées sur la base d'un prélèvement de 24 heures (durée imposée par la Directive 2004/107/CE), effectué avec un appareil haut débit (DA80, 30 m³/h) et avec un appareil bas débit (partisol 1 m³/h). Le volume d'air ainsi prélevé est de 720 m³ avec le DA80 et de 24 m³ avec le partisol.

Ceci afin de ne pas pénaliser les laboratoires travaillant avec des AASQA utilisant des appareils de prélèvement différents.

- Déroulement de l'essai :

Les laboratoires participants reçoivent un document de consignes et un document de contexte avec toutes les informations concernant l'essai inter-laboratoire : liste de composés, type d'échantillons à analyser, méthode à mettre en œuvre si imposée, traitement statistique réalisé...

Le rendu des résultats se fait via le site internet du LCSQA-INERIS dédié aux essais inter-laboratoires : www.ineris.fr/eil

Les laboratoires disposent d'environ un mois à compter de la réception du colis pour communiquer leurs résultats d'analyse.

Dans le tableau suivant sont présentés les laboratoires ayant participé aux essais inter-laboratoires réalisés à ce jour.

Laboratoire	2001	2004	2006	2008	2010
Institut Pasteur de Lille	X	X	X	X	X
CARSO	X	X	X	X	
LHVP	X	X	X	X	X
LCP			X		
Micropolluants Technologie		X	X	X	
ATMO Picardie		X	X	X	X
TERA Environnement				X	
Laboratoire de Rouen	X	X		X	X
Laboratoire LARA				X	
Laboratoire Départemental de la Charente Maritime (LDA17)	X	X	X	X	
Ianesco Chimie		X		X	X
Laboratoire Départemental Franck Duncombe	X	X	X		
Laboratoire des Pyrénées			X	X	X
Courtage Chimie Service (C2S)			X	X	X
GIE LIC					X
Institut Pasteur de Guadeloupe					X
Laboratoire de Chimie Moléculaire et Environnement (LCME)	X	X			X
Laboratoire Chimie et Environnement (LCE)		X			
Laboratoire Départemental de l'eau 31					X
LUBW (Allemagne)			X		
LCSQA-LNE			X		X
LCSQA-INERIS	X	X	X	X	X

Tableau 12 : Laboratoires ayant participé aux essais inter-laboratoires pour les HAP

- Traitement statistique :

Depuis 2010, le traitement statistique est réalisé selon la norme ISO 13528 "Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires" (décembre 2005) laquelle préconise l'utilisation de méthodes statistiques robustes (NF ISO 5725-5).

Cependant, dans les essais interlaboratoires organisés par le LCSQA pour les HAP jusqu'en 2008, le traitement statistique des résultats était effectué uniquement selon la norme NF ISO 5725-2. Ainsi, les valeurs assignées et les variances de reproductibilité et de répétabilité attribuées à l'essai étaient calculées à partir des données passant les tests de recherche de résultats aberrants par les experts (Droite de Henry), et par traitement statistique (Test de Cochran, Test de Grubbs).

Dans les deux cas, des Z-scores sont également fournis pour chaque matrice et chaque laboratoire participant.

10.8.2.3 Principaux résultats et enseignements

Ces essais inter-laboratoires ont permis entre autres de mettre en évidence quelques difficultés analytiques liées essentiellement aux limites de détection et/ou de quantification des techniques analytiques employées. Ainsi, afin d'aider les laboratoires, les informations que les AASQA doivent fournir à leur laboratoire afin d'adapter la méthode analytique à l'analyse de leurs échantillons (type de préleveur haut ou bas débit, période de prélèvement...) ont pu être identifiées.

Des améliorations concernant les limites de détection autour des concentrations équivalentes à un prélèvement bas débit sont à signaler. Cependant, les résultats obtenus sont moins bons pour des concentrations inférieures à 0,4 ng/m³ (seuil d'évaluation inférieur défini dans la Directive 2004/107/CE).

Les résultats obtenus tenant compte de la totalité de l'opération depuis l'extraction jusqu'à l'analyse (analyse des filtres) sont encourageants et respectent pour la plupart d'entre eux les exigences en termes d'incertitudes. Il est donc à signaler une bonne maîtrise des laboratoires sur l'analyse des matrices mettant en œuvre toute la chaîne analytique (extraction, évaporation et analyse) même à de faibles concentrations. De plus, ces résultats satisfaisants ont été obtenus par tous les laboratoires travaillant aussi bien sur des filtres issus des prélèvements haut et bas débit.

D'une façon générale, les résultats obtenus s'améliorent et mettent en évidence l'intérêt de ce type d'exercice.

Les résultats des comparaisons sont disponibles dans les différents rapports LCSQA¹⁸ consultables sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

10.8.3 Comparaisons organisées par le LCSQA-EMD pour les métaux (arsenic, plomb, cadmium et nickel)

10.8.3.1 Objectif

L'objectif est de déterminer si les critères de qualité des directives 1999/30/EC et 2004/107/EC concernant l'Arsenic, le Cadmium, le Nickel et le Plomb sont atteints, d'évaluer la fidélité (répétabilité et reproductibilité) des méthodes de mesure mises en œuvre et d'identifier les principales sources d'incertitudes.

Il est important de contrôler la qualité de mesures des nombreux laboratoires (plus d'une dizaine) réalisant des analyses de métaux pour les AASQA en France, afin de garantir la justesse et l'homogénéité des résultats obtenus au niveau national. Des tests peuvent être effectués par les laboratoires pour contrôler la fiabilité de leurs mesures au cours du temps à l'aide de filtres vierges et de matériaux de référence certifiés (MRC). Cependant, ces contrôles sont limités, car:

- ü Actuellement, il existe peu de MRC sur le marché,
- ü Le MCR se trouve sous forme de poudre en vrac et non de poussières impactées sur un filtre, et les particules qu'il contient sont plus ou moins comparables à celles collectées dans l'air ambiant (en termes de tailles granulométriques ou de teneurs en métaux), limitant son intérêt pour juger de l'efficacité de la méthode de mise en solution sur un échantillon de particules prélevées sur filtres.

Pour pallier ces difficultés, le LCSQA-EMD organise tous les 2 ans avec le LCSQA-LNE, un exercice de comparaison inter-laboratoires sur des solutions étalons et des filtres impactés de particules.

¹⁸ Rapport LCSQA « Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ». Décembre 2001

Rapport LCSQA « Essai interlaboratoires sur les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ». Juin 2004

Rapport LCSQA « Essai d'intercomparaison analytique sur les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ». Décembre 2006

Rapport LCSQA « Essai de comparaison interlaboratoires sur les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ». Décembre 2009

Rapport LCSQA « Essai de comparaison interlaboratoires sur les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ». Septembre 2010

Lors de chaque intercomparaison, 9 laboratoires d'analyse prestataires participent à cette exercice. Le LCSQA-EMD constitue le dixième laboratoire participant à l'exercice.

Les résultats obtenus après traitement statistique sont diffusés et mis à disposition de l'ensemble de participants et des AASQA de façon anonyme.

Afin de connaître les résultats d'un laboratoire, les AASQA sont tenues de s'adresser à ce laboratoire.

L'ensemble des laboratoires ayant participé à cet exercice depuis 2003 sont répertoriés dans le tableau ci-après.

Laboratoire	2003	2004	2005	2007	2009
Laboratoires Wessling	X	X			
LCPP	X	X	X	X	
Ianesco Chimie	X	X	X	X	X
Laboratoire de Rouen	X	X	X	X	X
Micropolluants Technologie	X	X	X	X	X
LCSQA-EMD	X	X	X	X	X
Institut Européen Environnemental de Bordeaux	X				
LUBW (Allemagne)	X		X	X	X
ATMO Picardie		X		X	X
CARSO		X	X	X	X
Institut Pasteur		X			
Laboratoire des Pyrénées			X	X	X
Laboratoire Départemental d'Analyse de la Drôme			X		
Centre Commun d'Analyse de la Rochelle			X	X	
ANTELLIS					X
TERA Environnement					X

Tableau 13 : Liste des laboratoires ayant participé aux comparaisons inter-laboratoires pour les métaux

10.8.3.2 Organisation de la comparaison inter-laboratoires pour les solutions étalons

L'objectif de cette première partie est d'évaluer uniquement la reproductibilité des méthodes de mesure mises en œuvre et d'identifier les principales sources d'incertitudes en s'affranchissant des éventuelles difficultés liées à l'étape de minéralisation.

Le LCSQA-LNE prépare deux solutions étalons certifiées en As, Cd, Ni et Pb :

- ü L'une qualifiée de "synthétique" produite par le LCSQA-LNE à partir d'ajouts de solutions résultantes de la dissolution de métaux de haute pureté dans de l'eau ultra pure 18 MΩ.cm acidifiée par de l'acide nitrique à 2 % (teneurs à environ 1 % des valeurs cibles de la directive) ; cette solution est certifiée par le LCSQA-LNE,
- ü L'autre dans une matrice "Air ambiant" produite à partir d'une vingtaine de filtres en fibre de quartz (QAT-UP) chargés de particules collectées par le LCSQA-EMD et minéralisées par micro-ondes en système clos ; la solution est ensuite certifiée par dilution isotopique (Pb, Ni, Cd) ou par ajouts dosés (As) par ICP-MS par le LCSQA-LNE (teneurs à environ 10 % des valeurs cibles de la directive).

Ces solutions sont ensuite analysées par les laboratoires participants.

10.8.3.3 Organisation de la comparaison inter-laboratoires pour les filtres impactés

La difficulté de l'opération réside dans l'obtention de filtres équivalents, chargés de particules environnementales. Le travail du LCSQA-EMD consiste donc à réaliser des prélèvements d'air ambiant sur douze filtres en parallèle qui soient homogènes.

Douze filtres sont prélevés en semi-parallèle. Le préleveur du LCSQA-EMD possède douze voies de prélèvement, mais quatre systèmes de régulation de débit. Il est réalisé les prélèvements en formant trois groupes de quatre voies. Chaque groupe prélève alternativement durant trois minutes pendant la durée totale du prélèvement. Il est fait l'hypothèse qu'il n'y a pas de variation brutale de la composition et de la teneur de l'aérosol prélevé sur de courtes périodes de temps. Des analyses préliminaires sont effectuées en amont de l'exercice d'intercomparaison.

Chaque laboratoire analyse quatre filtres impactés de particules ainsi que dix filtres vierges en fibre de quartz (issus du même lot) qui leur ont été transmis par le LCSQA-EMD. Il est également demandé aux laboratoires d'effectuer l'analyse de 10 échantillons de leur matériau de référence certifié (MRC) habituel afin d'estimer leurs taux de récupération lors de la minéralisation des particules. Différents protocoles sont mis en œuvre par les laboratoires bien que la norme EN 14902 (attaque en milieu fermé au four micro-ondes à l'aide d'un mélange $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ ou HNO_3/HF et analyse par ICP-MS ou absorption atomique four graphite) soit la plus fréquemment utilisée.

10.8.3.4 Conclusions

Les résultats obtenus lors de ces exercices montrent que la source prépondérante d'incertitude sur la mesure d'As, Cd, Ni et Pb impactés sur les filtres, résulte de la méthode d'analyse ou de la procédure de mise en solution utilisée par les laboratoires.

Ces travaux ont montré que l'application de la norme EN 14902 ne garantit en rien la qualité des données et qu'une bonne maîtrise méthodologique et analytique tout au long du protocole est indispensable.

Les résultats d'intercomparaison sont accessibles aux AASQA par l'intermédiaire des laboratoires participants qui les reçoivent à l'issue de chaque campagne.

10.8.4 Comparaisons organisées par le LCSQA-LNE et le LCSQA-INERIS pour les BTEX

Ces exercices d'intercomparaison ont pour objectif de tester les capacités d'analyse des laboratoires afin de pouvoir s'assurer de la justesse des mesures réalisées par ces laboratoires d'analyse pour les AASQA.

10.8.4.1 Campagne 2008

En 2008, le LCSQA-INERIS et le LCSQA-LNE ont organisé un exercice d'intercomparaison pour tester les capacités des laboratoires à analyser du benzène dans des prélèvements actifs réalisés sur cartouches Perkin Elmer remplies de Carboxpack X (500 mg).

8 laboratoires privés/AASQA ont participé à cet exercice d'intercomparaison : ATMO Picardie, LCSQA-EMD, LCSQA-INERIS, Laboratoire de chimie d'AIRPARIF, Laboratoire Interrégional de Chimie (LIC) à Schiltigheim, LCSQA-LNE, TERA Environnement et Université de Corse.

Lors de la première étape, le LCSQA-LNE a chargé des tubes de Carbopack X (500 mg) en benzène (500 ng) : ces tubes ont été dopés à partir d'un matériau de référence gazeux (mélange gazeux préparé par gravimétrie par le LCSQA-LNE) dont le débit était mesuré avec un débitmètre de haute précision (Molbloc).

Chacun des laboratoires a analysé 5 tubes chargés en utilisant ses propres procédures.

6 sur les 8 laboratoires ont fourni des masses de benzène analysées non significativement différentes des masses déposées par le LCSQA-LNE.

Un laboratoire a fourni des résultats aberrants pouvant s'expliquer par un problème de dilution de leurs étalons ainsi que par des conditions de désorption peu adaptées à l'analyse du benzène ainsi retenu sur du Carbopack X, tandis que le dernier laboratoire n'a pas rendu de résultats, invoquant un mauvais sens de désorption des cartouches de référence.

Les incertitudes sur les masses analysées par les laboratoires participants sont comprises entre 3 et 20%.

La directive européenne indique que l'incertitude élargie sur les mesures de benzène prélevé sur des cartouches ne doit pas dépasser la valeur de 25% sur la valeur limite de $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, cette incertitude comprenant l'analyse et le prélèvement. Par conséquent, des incertitudes d'analyse élevées (de l'ordre de 15 à 20% comme celles fournies respectivement par certains laboratoires participants) ne permettront pas de respecter cette valeur réglementaire d'incertitude.

Au cours de la seconde étape, le LCSQA-INNERIS a réalisé des prélèvements en air ambiant sur site au moyen de cartouches de Carbopack X et les a fait analyser par ces mêmes laboratoires.

Les résultats de cette deuxième partie de l'exercice présentaient les mêmes conclusions que ceux de la première partie.

De manière générale, les résultats donnés par chaque laboratoire se caractérisaient par une forte dispersion, supérieure à la valeur de l'incertitude de 25 % imposée par la norme pour la mesure du benzène.

Les résultats obtenus après traitement statistique sont diffusés et mis à disposition de l'ensemble de participants et des AASQA de façon anonyme.

Afin de connaître les résultats d'un laboratoire, les AASQA sont tenues de s'adresser à ce laboratoire.

Les résultats de la comparaison sont disponibles dans le rapport LCSQA¹⁹ consultable sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

10.8.4.2 Campagne 2009

En 2009, le LCSQA-LNE a organisé un exercice d'intercomparaison pour tester les capacités des laboratoires à analyser du benzène et du toluène piégés sur des cartouches de type échantillonneurs passifs contenant 350 mg de Carbograph 4 (Radiello – Code 145).

8 laboratoires privés/AASQA ont participé à cet exercice d'intercomparaison : ATMO Picardie, LCSQA-EMD, LCSQA-INNERIS, Laboratoire de chimie d'AIRPARIF, Fondazione Salvatore Maugeri (FSM), Laboratoire Interrégional de Chimie (LIC) à Schiltigheim, LCSQA-LNE et Centre d'Analyses Environnementales (CAE).

Le LCSQA-LNE a chargé des tubes de Carbograph 4 en BTEX (masses de l'ordre de 500 ng) : ces tubes ont été chargés à partir d'un matériau de référence gazeux (mélange gazeux préparé par gravimétrie par le LCSQA-LNE) dont le débit était mesuré avec un débitmètre de haute précision (Molbloc). Seuls les résultats obtenus pour le benzène et le toluène ont été exploités.

¹⁹ Rapport LCSQA « Surveillance du benzène - Exercice d'intercomparaison sur cartouches de Carbopack X (rapport 2/4) », Novembre 2008

Chacun des laboratoires a analysé 5 tubes chargés en utilisant ses propres procédures.

Concernant le benzène, au vu des incertitudes de mesure, hormis deux résultats d'analyse jugés significativement différents des masses chargées par le LCSQA-LNE, les 8 laboratoires ont fourni des masses de benzène analysées non significativement différentes des masses déposées par le LCSQA-LNE. Cependant, un des laboratoires présentait un écart systématique de 6 % pour le benzène.

Concernant le toluène, au vu des incertitudes de mesure, 7 laboratoires ont fourni des masses de toluène analysées non significativement différentes des masses déposées : toutefois, un de ces laboratoires présentait deux masses analysées significativement différentes des masses déposées. Le 8^{ème} laboratoire a fourni des résultats très éloignés de la valeur de référence pour chacune des cartouches (écart relatif de 40 %), pouvant s'expliquer par des conditions analytiques non optimales pour l'analyse du toluène ainsi retenu sur du Carbograph 4. Cependant, de même que précédemment, un des laboratoires présentait un écart systématique de 11 % pour le toluène.

D'après la directive européenne, l'incertitude élargie sur les mesures de benzène prélevé sur des cartouches ne doit pas dépasser la valeur de 25 % sur la valeur limite de 5 µg/m³, cette incertitude comprenant l'analyse et le prélèvement. L'ensemble des laboratoires est conforme à ce critère, puisque les incertitudes d'analyse sont comprises entre 2 et 14 %.

Les résultats obtenus après traitement statistique sont diffusés et mis à disposition de l'ensemble de participants et des AASQA de façon anonyme.

Afin de connaître les résultats d'un laboratoire, les AASQA sont tenues de s'adresser à ce laboratoire.

Les résultats de la comparaison sont disponibles dans le rapport LCSQA²⁰ consultable sur le site internet du LCSQA : www.lcsqa.org.

10.8.4.3 Perspectives

Il est prévu de pérenniser ces exercices d'intercomparaison en les organisant tous les 2 ans à l'image de ce qui est effectué dans le cas des métaux, des HAP, des polluants gazeux (NO, O₃...).

11. SYNTHÈSE DES STRATÉGIES MENEES PAR D'AUTRES PAYS EN MATIÈRE D'ASSURANCE QUALITÉ

Un questionnaire a été envoyé aux principaux interlocuteurs européens (NPL, UBA, UBA-Austria, RIVM, ISCIII) pour mieux connaître les pratiques de nos homologues en matière d'assurance qualité et d'estimation des incertitudes.

Les réponses fournies par les pays européens interrogés sont explicitées dans les paragraphes ci-après : elles sont inégales et plus ou moins précises en fonction des régionalisations.

²⁰ Rapport LCSQA « Surveillance du benzène - Développement de cartouches de référence de Carbograph 4 - Exercice d'intercomparaison (Rapport 1/2) », Novembre 2009

11.1 ASSURANCE QUALITE EN ANGLETERRE

11.1.1 Organisation de la surveillance de la qualité de l'air en Angleterre

La qualité de l'air en Angleterre est surveillée par plusieurs réseaux de mesure, chacun couvrant un ou plus des 8 polluants spécifiés dans les Directives 2008/50/CE et 2004/107/CE.

Ces réseaux sont directement rattachés au ministère en charge de l'environnement (DEFRA – Department of the Environment Food and Rural Affairs).

Une organisation (Agence de l'environnement et de l'énergie - AEA technology) a été mandatée par le ministère pour superviser de façon objective et indépendante les systèmes de management de la qualité mis en place dans les réseaux pour les mesures des polluants inorganiques (incluant les particules PM).

Les réseaux de mesure dont les données sont transmises à la commission européenne comprennent 250 sites avec 100 sites dans la capitale et ses environs. Beaucoup de ces sites sont également pourvus d'analyseurs de particules.

L'étalonnage des équipements et le management de la qualité sont assurés conjointement par le NPL et AEA : ces actions font l'objet d'une convention avec le DEFRA et les autorités anglaises compétentes.

Des mesures de benzène par échantillonnage actif mettant en œuvre le dispositif de prélèvement développé par le NPL sont effectuées dans 35 stations.

4 analyseurs automatiques réalisent des mesures des 30 composés organiques volatils (COV) précurseurs de l'ozone.

Comme dans le système français, les réseaux de mesure n'envoient pas directement leurs données à la Commission européenne. En effet, ils les font parvenir à un organisme anglais chargé de leur compilation et de leur diffusion auprès des instances européennes.

11.1.2 Traçabilité des mesures en Angleterre

La traçabilité des mesures de polluants gazeux réalisées en automatique est assurée via l'étalonnage des analyseurs avec des mélanges gazeux directement certifiés par le NPL (ou d'autres laboratoires nationaux de métrologie) : les mesures effectuées sont accréditées suivant le référentiel EN 17025.

Ceci est valable pour le réseau de mesure AURN (Automatic Urban and Rural Network) et celui de Londres. Même s'il n'y pas de réseaux régionaux au Royaume-Uni, certaines autorités locales disposent de moyens de mesure de la qualité de l'air : cependant, les résultats obtenus ne sont pas communiqués à la Commission Européenne.

Concernant les particules, les analyseurs automatiques sont étalonnés tous les 6 mois en débit et en masse en utilisant des masses certifiées pour vérifier la constante d'étalonnage du TEOM (ou autre moyen pour les autres types d'analyseurs de particules). Ceci fait partie des procédures QA/QC qui sont mises en œuvre sur chaque site par les organismes (NPL ou AEA) en charge du management de la qualité dans le cas des particules.

Dans les 2 cas, la traçabilité aux laboratoires nationaux de métrologie est assurée au travers des procédures QA/QC mises en œuvre par les organismes accrédités suivant le référentiel ISO 17025 pour réaliser les étalonnages sur site des paramètres pertinents.

Pour les autres polluants qui impliquent des méthodes manuelles et/ou des analyses en laboratoire comme les polluants couverts par la Directive 2004/107/CE, les mesures sont également traçables aux étalons de référence nationaux par différentes méthodes et sont comme précédemment accréditées suivant le référentiel EN 17025.

Pour garantir la qualité du prélèvement, les équipements sont régulièrement vérifiés suivant des procédures accréditées (par exemple en ce qui concerne la vérification des débits). De même, concernant les analyses, les laboratoires doivent également être accrédités suivant le référentiel ISO 17025 : dans ce cadre, ils doivent démontrer la traçabilité de leurs analyses à travers les étalonnages et en suivant complètement les normes européennes pertinentes comme celles portant sur les méthodes de référence, sur les procédures de mesure vérifiées par le biais des comparaisons...

11.1.3 Estimation des incertitudes en Angleterre

Pour les polluants qui ont des valeurs limites horaires (ou inférieures à l'heure), les réseaux de mesure anglais estiment les incertitudes de mesure sur chaque station et les consignent dans un rapport.

Pour les polluants qui ont des valeurs limites annuelles (incluant les NO_x), les incertitudes de mesure sont estimées sur les valeurs annuelles obtenues pour chaque station et pour chaque polluant, ce qui impose de calculer les incertitudes sur les résultats de mesure obtenus sur du court terme (quart-horaire, horaire...) qui sont ensuite moyennés.

La position du NPL est qu'il faudrait que les Etats membres fournissent à la Commission européenne, les incertitudes sur chaque mesure de qualité de l'air et pas seulement sur les valeurs proches ou supérieures aux valeurs limites.

Cependant, le NPL indique que les fichiers actuellement utilisés par les Etats membres pour remonter les données de qualité de l'air au niveau européen ne permettent pas d'intégrer ce nouveau paramètre.

Il semblerait que la Commission européenne commencerait à s'intéresser aux incertitudes de mesure : mais, il faudra un certain temps pour pouvoir modifier les formats des fichiers afin d'y adjoindre les incertitudes de mesure.

11.2 ASSURANCE QUALITE EN HOLLANDE

11.2.1 Organisation de la surveillance de la qualité de l'air en Hollande

La Hollande dispose d'un réseau national de surveillance de la qualité de l'air centralisé et géré par le RIVM (National Institute for Public Health and the Environment) qui est lui-même mandaté par le ministère hollandais en charge de l'environnement (Ministry of Public Housing and Environment).

En plus de ce réseau national, il existe 6 réseaux régionaux qui sont gérés par les provinces ou les municipalités.

Le RIVM a récemment lancé un programme d'assurance qualité QA/QC pour s'assurer que les données obtenues par ces 6 réseaux sont équivalentes à celles effectuées par le réseau national, ceci dans le but de pouvoir exploiter les données des 6 réseaux au niveau national dans les bilans annuels de la qualité de l'air, pour des besoins de modélisation/prévision...

Le réseau national comprend environ 60 stations pour mesurer en continu les composés NO, NO₂, CO, SO₂, ozone, BTEX et PM₁₀, sachant que tous ces polluants ne sont pas obligatoirement mesurés dans ces 60 stations, puisque les composés mesurés sont fonction du type de station considéré.

A ces 60 stations, se rajoutent 8 stations qui ne mesurent que des PM.

11.2.2 Traçabilité des mesures en Hollande

Concernant les composés gazeux (BTEX inclus), toutes les mesures réalisées dans les stations de mesure sont traçables aux étalons de référence nationaux.

Le RIVM dispose d'étalons de référence qui sont soit des étalons primaires provenant du VSL (Laboratoire National de Métrologie en Hollande), soit des étalons gazeux commerciaux certifiés par le VSL ou par d'autres laboratoires accrédités : ces étalons de référence sont utilisés pour certifier ou pour vérifier les étalons de transfert mis en œuvre dans les stations de mesure pour étalonner les analyseurs.

Concernant les particules, le RIVM utilise des jauges β pour mesurer les PM₁₀ et les PM_{2.5}. Avant d'être mis en service, les appareils sont vérifiés par rapport à la méthode de référence (prélèvement sur filtre et pesée en suivant les préconisations des normes européennes EN 12341 et/ou EN 14907).

Un programme de surveillance de cette démonstration d'équivalence est mené en réalisant des mesures gravimétriques en parallèle des mesures réalisées en automatique avec les jauges β sur un nombre défini de sites. Ceci a pour objectif de vérifier les facteurs d'étalonnage des appareils sur une base annuelle.

Les débits des analyseurs de particules et les masses lues sont vérifiés tous les 3 mois en utilisant respectivement des débitmètres raccordés et des filtres certifiés.

Pour les mesures de HAP et de métaux, le RIVM utilise des matériaux de référence certifiés (NIST SRM) pour vérifier notamment les efficacités d'extraction. De plus, tous les étalons analytiques utilisés lors des analyses sont traçables aux étalons reconnus au niveau international.

11.2.3 Estimation des incertitudes en Hollande

Le RIVM estime les incertitudes sur les mesures de qualité de l'air autour des valeurs limites et transmet les valeurs à la commission européenne.

11.3 ASSURANCE QUALITE EN AUTRICHE

11.3.1 Organisation de la surveillance de la qualité de l'air en Autriche

En Autriche, chaque province possède son propre réseau de surveillance de la qualité de l'air (9 réseaux) géré par les départements en charge de l'environnement au sein des autorités régionales.

De plus, un réseau de mesure national composé de stations de fond est géré par l'UBA GmbH (Umweltbundesamt GmbH - Environment Agency Austria) pour le compte du ministère autrichien en charge de l'environnement (Federal Ministry of Agriculture, Forestry, Environment and Water Management).

La banque nationale de données de la qualité de l'air est également localisée à l'UBA GmbH.

L'ensemble des 10 réseaux (9 réseaux locaux et réseau national) compte environ 150 stations pour mesurer en continu les composés NO, NO₂, CO, SO₂, ozone, BTEX et PM₁₀, sachant que tous ces polluants ne sont pas obligatoirement mesurés dans ces 150 stations, puisque les composés mesurés sont fonction du type de station considéré.

Des mesures de HAP et de métaux sont effectuées sur une vingtaine de sites, ainsi que des mesures de BTEX par tubes à diffusion sur 3 sites de fond.

11.3.2 Traçabilité des mesures en Autriche

L'UBA GmbH est le laboratoire de référence autrichien désigné par le ministère en charge de l'environnement pour assurer la traçabilité des mesures des composés gazeux aux étalons de référence nationaux.

Pour les composés gazeux SO_2 , CO et NO, les étalons nationaux sont obtenus par dilution dynamique de matériaux de référence gazeux en bouteille provenant généralement du VSL avec des débitmètres de haute précision (Molbloc) : les mélanges gazeux de référence générés sont ensuite utilisés pour certifier les mélanges gazeux obtenus soit par perméation pour le SO_2 , soit par dilution statique pour le CO et le NO.

L'UBA GmbH raccorde tous les générateurs de gaz et les mélanges gazeux en bouteille utilisés dans le cadre du réseau national.

Par contre, l'UBA GmbH étalonne uniquement les étalons de référence des "niveaux 2" des 9 réseaux locaux qui les utilisent ensuite pour raccorder les étalons de transfert mis en œuvre dans les stations de mesure.

Dans le cas de l'ozone, l'UBA GmbH dispose d'un photomètre de référence NIST (SRP26) qu'il leur sert à étalonner un générateur d'ozone dit de référence qui est ensuite utilisé pour étalonner tous les générateurs de transfert mis en œuvre dans les stations de mesure des 10 réseaux.

A la demande des réseaux, les générateurs de transfert peuvent être étalonnés directement avec le photomètre de référence NIST SRP26.

Concernant les particules, l'UBA GmbH étalonne les débitmètres utilisés pour vérifier le débits des analyseurs de particules; par contre, l'UBA GmbH n'assure pas la traçabilité de ces appareils en masse.

L'UBA GmbH n'a pas d'activité dans le domaine des mesures de HAP, de métaux, de BTEX et de pesticides.

11.3.3 Estimation des incertitudes en Autriche

L'UBA GmbH estime les incertitudes sur les mesures de qualité de l'air autour des valeurs limites, mais ne transmet pas les valeurs à la commission européenne.

11.4 ASSURANCE QUALITE EN ALLEMAGNE

11.4.1 Organisation de la surveillance de la qualité de l'air en Allemagne

L'Allemagne est composée de 16 Etats Fédérés.

Chaque état fédéré allemand est responsable de la surveillance de la qualité de l'air sur son territoire. C'est pourquoi, chaque état fédéré dispose de son propre réseau de stations pour mesurer les différents polluants dans les villes, les agglomérations et les zones rurales de son territoire.

Le nombre de stations de mesure varie entre 20 et 200 en fonction de l'état fédéré considéré.

11.4.2 Traçabilité des mesures en Allemagne

L'Agence Fédérale de l'Environnement (UBA-UmweltBundesAmt) située à Langen est l'Institut Désigné pour assurer la traçabilité des mesures dans le cas des polluants gazeux. Par conséquent, les 16 Etats Fédérés Allemands peuvent faire raccorder leurs étalons (CO, benzène, ozone, NO_2 et SO_2) par l'UBA.

Des essais d'intercomparaison sont également organisés par l'UBA.

11.4.3 Estimation des mesures en Allemagne

Les Etats Fédérés ne calculent les incertitudes sur les mesures de qualité de l'air que pour des cas ou des études bien ciblées.

11.5 ASSURANCE QUALITE EN ESPAGNE

11.5.1 Organisation de la surveillance de la qualité de l'air en Espagne

En Espagne, la qualité de l'air est surveillée par des communautés autonomes et plusieurs municipalités qui ont chacun leur propre réseau de mesure.

Toutefois, tous les différents réseaux de mesure font parvenir leurs données au ministère en charge de l'environnement.

En 2009, le nombre total de stations pour les mesures de polluants gazeux et de particules était de 616.

Des mesures de HAP et de BTEX sur tubes par échantillonnage passif et actif sont également effectuées. Par contre, les réseaux ne font pas de mesures de pesticides.

11.5.2 Traçabilité des mesures en Espagne

La traçabilité des mesures est assurée par le laboratoire national de référence (ISCIII – Instituto de Salud Carlos III) par le biais d'exercices d'intercomparaison.

Dans le cas des polluants gazeux, 2 ou 3 campagnes d'exercices d'intercomparaison sont organisées tous les ans. Elles consistent en un étalonnage par l'ISCIII de mélanges gazeux en bouteille qui sont envoyés à des réseaux de mesure ; après analyse des mélanges gazeux par les réseaux, ces derniers sont à nouveau étalonnés par l'ISCIII ; les valeurs sont alors comparées en calculant un écart normalisé qui tient compte des incertitudes de mesure de l'ISCIII et des réseaux.

Des exercices d'intercomparaison similaires à ceux du JRC (cf. paragraphe 10.4.1) sont également organisés par l'ISCIII.

Dans le cas des particules, l'ISCIII réalise chaque année une étude des facteurs de correction entre les données obtenues avec des analyseurs automatiques choisis et celles obtenues par les méthodes de référence (EN 12341 pour les PM10 et EN 14907 pour les PM2.5).

De plus, l'ISCIII se rend chaque année dans 4 réseaux de mesure pour vérifier la validité des contrôles qualité et des équipements.

11.5.3 Estimation des mesures en Espagne

Les communautés autonomes et les municipalités n'estimant pas leurs incertitudes de mesure, les données espagnoles de qualité de l'air sont envoyées à la commission européenne sans incertitude.

12. CONCLUSION GENERALE

Les enjeux de la pollution atmosphérique, que ce soit pour la prévention ou pour la protection de la santé et de l'environnement ont conduit le Ministère chargé de l'Environnement à structurer un dispositif national de surveillance dans le cadre de la loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie (LAURE).

Ainsi, dès le début des années 90, l'Ecole des Mines de Douai (EMD), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et l'Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS) se sont vus confiés des programmes de travaux annuels dans le cadre d'une nouvelle structure à savoir le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) et l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) a été chargée de la coordination technique des activités de surveillance au titre de la LAURE (coordination technique du LCSQA, gestion de diverses bases de données dont celle utilisée pour le reporting européen, soutien financier auprès des AASQA pour le déploiement de moyens de surveillance ...).

Localement, la surveillance de la qualité de l'air est confiée aux Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) dont les principales missions sont la mise en œuvre de la surveillance et de l'information sur la qualité de l'air, la diffusion des résultats et des prévisions, la transmission immédiate aux préfets et au public des informations relatives aux dépassements ou prévisions de dépassements des seuils d'alerte et de recommandations.

Les missions du LCSQA visent à :

- ü Appuyer le Ministère chargé de l'Environnement sur les aspects stratégiques, techniques et scientifiques dans sa politique de surveillance de la qualité de l'air y compris au niveau européen.
- ü Contribuer à assurer la qualité des mesures et des informations relatives à la qualité de l'air, en transférant aux AASQA les technologies développées en son sein et en effectuant les actions nationales nécessaires.

En 2010, la gouvernance nationale de la politique de l'air, sous l'autorité de l'état, a été redéfinie. La coordination nationale du dispositif de surveillance de la qualité de l'air a ainsi été confiée au LCSQA en étroite collaboration avec les AASQA tandis que l'ADEME assurera un appui technique auprès du Ministère chargé de l'Environnement pour le renforcement des programmes d'actions de prévention et de réduction des émissions de polluants dans l'air.

Dans cette nouvelle organisation, le réseau composé du LCSQA et des AASQA devient le pilier de la surveillance de la qualité de l'air en France, garantissant une expertise de haut niveau cohérente sur l'ensemble du territoire et valorisable au niveau européen.

Dans ce contexte, le présent rapport fait le bilan et la synthèse du système français d'assurance qualité mis en place depuis la création du LCSQA.

Ce système permet entre autres :

- ü De garantir la qualité, la justesse et la traçabilité des mesures par la mise en place de procédures de raccordement des mesures aux étalons de référence nationaux et par la participation du LCSQA et des AASQA à des exercices d'intercomparaison ;
- ü D'estimer les incertitudes de mesure en s'appuyant sur différentes démarches (Approche intra-laboratoire en se basant sur la méthode décrite dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005 :1999 (GUM) et sur les normes européennes de référence correspondantes ; approche inter-laboratoires en exploitant les résultats de mesures issus de comparaisons interlaboratoires).

La mise en place d'un tel système a permis d'acquérir une solide expérience et des compétences pointues dans le domaine des mesures de pollution atmosphérique au niveau français et d'obtenir ainsi une reconnaissance française au niveau européen comme par

exemple, l'obtention de la présidence de l'association AQUILA par le LCSQA-EMD à partir de mi-2011 et ceci pendant 3 ans.

L'avantage de ce système réside également dans le fait qu'il permet une amélioration constante des connaissances techniques et une optimisation métrologique des outils de mesure utilisés, ce qui peut être mis à profit pour :

- ü Une meilleure compréhension des mécanismes de formation des polluants qui sont les éléments clés dans le cadre de la modélisation,
- ü La recherche et le développement de nouveaux outils de mesure, de modélisation et de prévision (collaboration avec les constructeurs, les laboratoires universitaires...),
- ü La valorisation de l'expérience française par des publications, par la participation à des groupes de travail, à des séminaires, à des comités de normalisation...

13. PERSPECTIVES

En ce sens, cette synthèse a permis de mettre en évidence des axes de progrès, ou des voies d'amélioration non seulement du système d'assurance qualité lui-même, mais également sur la métrologie, afin d'une part d'améliorer la qualité des mesures mais également de continuer à apporter des éléments nécessaires à la compréhension des mécanismes de formation de polluants et/ou à la modélisation.

Ainsi, en ce qui concerne le système d'assurance qualité, il conviendrait de :

- ü Poursuivre le développement d'étalons de référence pour les nouveaux polluants afin de pouvoir assurer leur traçabilité,
- ü Continuer à optimiser et à homogénéiser les pratiques mises en œuvre dans le dispositif de surveillance de la qualité de l'air,
- ü Mettre à jour les règles de validation des données mesurées dans les stations,
- ü Répondre à la demande européenne d'extension à de nouveaux types de polluants (par exemple carbone organique (OC), carbone élémentaire (EC), anions, cations...), en ayant le souci d'adapter les moyens de mesure aux gammes de concentration observées.

En parallèle, afin d'améliorer la qualité des mesures réalisées dans l'air ambiant, des actions devraient être engagées par exemple sur :

- ü Le développement de nouveaux outils de mesure (analyseur spécifique pour la mesure du NO₂, analyseur de particules),
- ü Le comportement des appareils dans des conditions "extrêmes" (implication des AASQA des DOM pour pouvoir réaliser des essais).

14. ANNEXES

14.1 ANNEXE 1 : DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE

ETUDE N° 1/6 : REDACTION D'UN DOCUMENT DE SYNTHESE RELATIF A LA QUALITE DES MESURES

Responsable de l'étude : LNE
en collaboration avec : EMD – INERIS

Objectif

L'objectif de cette étude est de rédiger un document de synthèse décrivant le système mis en place en France pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

Ce document décrira :

- Les objectifs et le fonctionnement des chaînes nationales d'étalonnage mises en place sur le territoire français,
- Les outils de contrôle de ces chaînes à savoir les exercices d'intercomparaison organisés par différentes instances dont le LCSQA, à l'échelle locale/régionale (entre les AASQA), nationale (entre les niveaux 2), européenne (exercices d'intercomparaison type ISPRA, à l'initiative du LCSQA ou dans le cadre d'EURAMET) et internationale (type CCQM).

Contexte et travaux antérieurs

Dès 1996, il a été décidé de mettre en place, en France, des chaînes nationales d'étalonnage pour raccorder les mesures réalisées en NO/NO_x, SO₂, O₃, CO, NO₂ et BTX aux étalons de référence nationaux, dans le but de garantir la justesse des mesures effectuées par les AASQA.

Des chaînes nationales d'étalonnage "pilotes" ont d'abord été mises en place dès 1996 dans trois régions (Ile de France, Est et Ouest).

Les résultats positifs ont permis de généraliser cette expérimentation à l'ensemble du territoire français, ce qui a conduit à la mise en place de chaînes nationales d'étalonnage pérennes qui couvrent à présent l'ensemble du territoire français, par le biais de 7 zones géographiques.

De nombreux documents ont été rédigés pour rendre compte de leurs mises en place (Document de synthèse, guide des bonnes pratiques de raccordement, rapports annuels du LCSQA, présentations lors des séminaires LCSQA et des journées inter-réseaux...).

Cependant, il n'a pas été rédigé un document de synthèse concis, traduit en anglais, qui pourrait servir de support de présentation des chaînes nationales d'étalonnage et de l'ensemble du système d'assurance qualité au niveau français.

Pour s'assurer du bon fonctionnement de ces chaînes nationales d'étalonnage mais également de la qualité des mesures non couvertes par ces chaînes (HAP, métaux...), il a été mis en place des outils de contrôle, notamment des campagnes d'intercomparaison.

A l'heure actuelle, un certain nombre de campagnes d'intercomparaison sont organisées chaque année. Toutefois, il manque un document qui expliciterait le cadre, les objectifs, la périodicité... de chacun de ces exercices pour les différents polluants ainsi que l'implication ou non de nos homologues étrangers.

Cette synthèse permettrait également de préciser l'articulation de ces différentes campagnes d'intercomparaison dans les processus opérationnels de production des données et leur complémentarité.

Travaux proposés pour 2010

Pour 2010, le LNE propose donc de rédiger un document de synthèse décrivant le système mis en place en France pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

Les objectifs de ce document seront les suivants :

- Réalisation d'un bilan du dispositif d'assurance qualité actuellement mis en œuvre sur le territoire français (fonctionnement des chaînes d'étalonnage, bilan des exercices d'intercomparaison...),
- Proposition d'évolutions possibles de ce dispositif pour chaque polluant réglementé (en prenant en compte les interactions coûts/respect des objectifs de qualité des données),
- Réaliser une plaquette sur le dispositif d'assurance qualité en français et en anglais (synoptique des procédures qualité mises en œuvre...).

Le LNE pilotera cette action en collaboration avec l'INERIS et l'EMD.

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude	<i>Rédaction d'un document de synthèse relatif à la qualité des mesures</i>		
Personne responsable de l'étude	Tatiana Macé (LNE)		
Travaux	1 an		
Durée des travaux pluriannuels	-		
Collaboration AASQA	-		
Heures d'ingénieur	EMD : 100	INERIS : 100	LNE : 320
Heures de technicien	EMD : -	INERIS :	LNE : -
Document de sortie attendu	Document de synthèse		
Lien avec le tableau de suivi CPT	-		
Lien avec un groupe de travail LCSQA	-		
Matériel acquis pour l'étude	-		

14.2 ANNEXE 2 : EXIGENCES REGLEMENTAIRES EUROPEENNES POUR LES POLLUANTS GAZEUX ET LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

14.2.1 Cas des polluants gazeux

Polluant	Méthode de référence (Norme EN correspondante)	Valeur de référence ⁽¹⁾	Période de référence	Objectifs de qualité des données		
				Incertitude ⁽²⁾ (%)		Saisie minimale de données (%)
SO ₂	EN 14212	350 µg/m ³	1 h	15	25	90 ⁽³⁾
		125 µg/m ³	24 h			
		20 µg/m ³	1 an			
NO/NO ₂ /NO _x	EN 14211	200 µg/m ³ (en NO ₂)	1 h			
		40 µg/m ³ (en NO ₂)	1 an			
		30 µg/m ³ (en NO _x)	1 an			
		Pas pour NO ⁽⁴⁾	1 h			
O ₃	EN 14625	120 µg/m ³ ⁽⁷⁾	8 h	15	30	90/75 ⁽⁵⁾
CO	EN 14626	10 mg/m ³	8 h	15	25	90
C ₆ H ₆	EN 14662 (parties 1,2 & 3)	5 µg/m ³	1 an	25	30	90 ⁽⁶⁾
PM ₁₀	EN 12341	50 µg/m ³	24 h	25	50	90
		40 µg/m ³	1 an			
PM _{2.5}	EN 14907	25 µg/m ³ ⁽⁷⁾	1 an	25	50	
Pb	EN 14902	0,5 µg/m ³	1 an	25	90	90 ⁽⁸⁾
As, Cd, Ni		6 / 5 / 20 (ng/m ³)	1 an	40		
B(a)P	EN 15549	1 ng/m ³	1 an	50		
Hg ⁽⁹⁾	EN 15852	-	-	50		90 ⁽¹⁰⁾

Notes :

- (1) Valeur limite / cible exprimée à 20°C et 1013 hPa pour les gaz et aux conditions moyennes ambiantes durant le prélèvement pour les particules.
- (2) L'incertitude est définie à un niveau de confiance de 95%. A gauche : la mesure fixe en continu ; à droite : la mesure indicative.
- (3) Pour la mesure fixe en continu en NO₂, dans le cadre de la Directive 2008/50/CE, la saisie minimale de données est de 90% durant l'été et de 75% durant l'hiver. Pour la mesure indicative, l'exigence de 90% est associée à une couverture temporelle minimale de 14% (1 mesure par semaine au hasard, uniformément répartie sur l'année, ou 8 semaines uniformément réparties sur l'année).

- (4) Même s'il n'y a pas de valeur limite pour le monoxyde d'azote, concernant la mesure fixe en continu en NO dans le cadre de la Directive 2008/50/CE, des objectifs de qualité de données sont fixés pour les mesures individuelles.
- (5) Pour la mesure fixe en continu, la saisie minimale de données est de 90% durant l'été et de 75% durant l'hiver. Pour la mesure indicative, la saisie minimale de données est de 90% durant l'été avec une couverture temporelle minimale supérieure à 10%.
- (6) Pour la mesure fixe en continu, cette exigence est associée à une couverture temporelle minimale spécifique : 35% pour les sites urbain de fond et trafic (répartis sur l'année de façon à être représentatifs des conditions variées de climat et de trafic), 90% pour les sites industriels.
- (7) Valeur Cible. Passage à 20 µg/m³ au 01/01/2020.
- (8) Pour les mesures fixes, cette exigence est associée à une couverture temporelle minimale spécifique selon le polluant: 33 % pour le Benzo(a)pyrène, 50% pour As, Cd, Ni et 100 % pour Pb (en excluant les pertes de données dues à l'étalonnage régulier ou à l'entretien normal des instruments).
- (9) Mercure gazeux total correspondant à la vapeur de mercure élémentaire (Hg⁰) et au mercure gazeux réactif (c'est-à-dire les espèces de mercure hydrosoluble qui ont une pression de vapeur suffisamment élevée pour exister en phase gazeuse).
- (10) Cette exigence est associée à une couverture temporelle minimale spécifique de 14% uniquement pour les mesures indicatives.

14.2.2 Cas particulier des précurseurs de l'ozone

Les mesures des précurseurs de l'ozone ont pour principaux objectifs :

- ü d'analyser toute évolution des précurseurs de l'ozone,
- ü de vérifier l'efficacité des stratégies de réduction des émissions,
- ü de contrôler la cohérence des inventaires des émissions,
- ü de contribuer à l'établissement de liens entre les sources d'émissions et les concentrations de pollution observées,
- ü de contribuer à une meilleure compréhension des processus de formation de l'ozone et de dispersion de ses précurseurs, ainsi qu'à l'application de modèles photochimiques.

Les mesures des précurseurs de l'ozone portent au moins sur les oxydes d'azote (NO et NO₂), et sur les Composés Organiques Volatils (COV) appropriés.

La liste des composés organiques volatils pour lesquels des mesures sont conseillées est la suivante :

1-Butène	Isoprène	Éthylbenzène	Éthane	trans-2-Butène
n-Hexane	m + p-Xylène	Éthylène	cis-2-Butène	i-Hexane
o-Xylène	Acétylène	1,3-Butadiène	n-Heptane	1,2,4-Triméthylebenzène
Propane	n-Pentane	n-Octane	Propène	1,2,3-Triméthylebenzène
i-Pentane	i-Octane	n-Butane	1-Pentène	1,3,5-Triméthylebenzène
Benzène	i-Butane	2-Pentène	Toluène	Formaldéhyde
Total des hydrocarbures autres que le méthane				

Les mesures sont effectuées en particulier dans les zones urbaines ou périurbaines, sur un site de surveillance respectant les critères d'implantation de site correspondants (cf. annexe III de la Directive 2008/50/CE et paragraphe 5 du Guide ADEME « Classification & critères d'implantation des stations de surveillance de la qualité de l'air » (2002)).

14.2.3 Indicateur d'exposition moyenne et objectif national de réduction de l'exposition pour les PM_{2.5}

L'indicateur d'exposition moyenne (IEM), exprimé en $\mu\text{g}/\text{m}^3$, est déterminé sur la base des mesures effectuées dans des lieux caractéristiques de la pollution de fond urbaine situés dans des zones et des agglomérations sur l'ensemble du territoire. Il devrait être estimé en tant que concentration moyenne annuelle sur trois années civiles consécutives, en moyenne sur tous les points de prélèvement mis en place en application de la Directive 2008/50/CE.

L'IEM pour l'année de référence 2010 est la concentration moyenne des années 2008, 2009 et 2010. Toutefois, si les données pour 2008 ne sont pas disponibles, les États membres peuvent utiliser la concentration moyenne des années 2009 et 2010 ou la concentration moyenne des années 2009, 2010 et 2011 (option choisie par la France).

L'IEM pour l'année 2020 est la concentration moyenne sur trois années consécutives, en moyenne sur tous ces points de prélèvement pour les années 2018, 2019 et 2020. L'IEM est utilisé pour examiner si l'objectif national de réduction de l'exposition est atteint.

L'IEM pour l'année 2015 est la concentration moyenne sur trois années consécutives, en moyenne sur tous ces points de prélèvement pour les années 2013, 2014 et 2015. Cet IEM est utilisé pour examiner si l'obligation en matière de concentration relative à l'exposition est respectée.

Objectif de réduction et IEM

IEM en 2010 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Objectif de réduction de l'exposition par rapport à 2010	Période de calcul de la moyenne après 2010	Date à laquelle l'objectif national de réduction de l'exposition devrait être atteint
= 8,5	0 %	3 années civiles consécutives (pour l'année N, prendre les années N-2, N-1 et N)	2020
8,5 < IEM < 13	10 %		
13 = IEM < 18	15 %		
18 = IEM < 22	20 %		
= 22	Toutes mesures appropriées pour atteindre 18 $\mu\text{g}/\text{m}^3$		

14.2.4 Mesures effectuées dans des lieux caractéristiques de la pollution de fond rurale (indépendamment de la concentration)

Ces mesures concernant spécifiquement les particules PM_{2.5} sont essentiellement destinées à assurer la mise à disposition d'informations adéquates concernant les niveaux de pollution de fond. Elles doivent donc respecter les critères d'implantation de site en zone rurale (cf. annexe III de la Directive 2008/50/CE et paragraphe 5 du Guide ADEME « Classification & critères d'implantation des stations de surveillance de la qualité de l'air » (2002)).

Ces informations sont fondamentales pour estimer les niveaux de pollution dans les zones plus polluées (telles que les lieux marqués par la pollution de fond urbaine, la pollution due aux activités industrielles, la pollution due à la circulation), estimer la contribution éventuelle du transport à longue distance des polluants atmosphériques, étayer l'analyse de la répartition entre les sources de pollution et comprendre des polluants spécifiques tels que les particules. Ces informations sur la pollution de fond sont également fondamentales pour l'utilisation accrue de la modélisation dans les zones urbaines.

La mesure des PM_{2,5} doit au moins comprendre :

- ü la concentration totale en masse,
- ü les concentrations des composés adéquats pour en caractériser la composition chimique.
Il convient d'inclure au moins la liste des espèces chimiques ci-dessous :
 - Anions : Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻
 - Cations : Ca²⁺, K⁺, Mg²⁺, Na⁺, NH₄⁺
 - Carbone Élémentaire (CE) & Carbone Organique (CO)

14.2.5 Exigences réglementaires européennes pour les polluants dans les dépôts atmosphériques

Polluant	Méthode de référence (Norme EN correspondante)	Objectifs de qualité des données	
		Incertitude (%)	Saisie minimale de données (%)
Hg	EN 15853	70	90
Pb, As, Cd, Ni	EN 15841		
HAP ⁽¹⁾	EN 15980		

(1) Benzo(a)anthracène, benzo(b)fluoranthène, benzo(j)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(a,h)anthracène et indéno(1,2,3-cd)pyrène

Suite du rapport page suivante

14.3 ANNEXE 3 : LISTE DES APPAREILS POUVANT ETRE UTILISES EN AASQA POUR LA SURVEILLANCE REGLEMENTAIRE DE LA QUALITE DE L'AIR

14.3.1 Cas des polluants gazeux inorganiques

	Polluant			
	NO _x -NO ₂ -NO	O ₃	SO ₂	CO
Méthode de référence	EN 14211	EN 14625	EN 14212	EN 14626
Principe de mesure	Chimiluminescence	Absorption UV	Fluorescence UV	Rayonnement IR non dispersif

Constructeur	Polluant & modèle d'appareil conforme à la méthode de référence			
	NO _x -NO ₂ -NO	O ₃	SO ₂	CO
API	200 E	400 E	100 E	300 E
Environnement SA	AC 32M ^(a)	O3 42M ^(b)	AF 22M ^(c)	CO 12M ^(d)
Horiba	APNA-370	APOA-370	APSA-370	APMA-370
Thermo Fischer Scientific (TEI)	42 i ^(e)	49 i ^(f)	43 i	48 i
MLU (Recordum)	Airpointer ^(g)			

- (a) Applicable aux appareils équipés de l'option « sécheur » :
- Sous condition de l'option « sécheur », les N° de série supérieurs à 500 sont conformes.
 - Pour les modèles antérieurs, une mise à jour est à prévoir (à examiner au cas par cas en fonction du niveau de mise à jour qui aurait pu être fait).
- (b) Conformité pour les N° de série supérieurs à 250 :
- Pour les N° de série antérieurs, mise à jour à prévoir (concerne principalement le logiciel, à examiner au cas par cas en fonction du niveau de mise à jour qui aurait pu être fait).
- (c) Conformité pour les N° de série supérieurs à 500 :
- Pour les N° de série antérieurs, mise à jour à prévoir (à examiner au cas par cas en fonction du niveau de mise à jour qui aurait pu être fait).
- (d) Conformité pour les N° de série supérieurs à 400 :
- Pour les N° de série antérieurs, mise à jour à prévoir (à examiner au cas par cas en fonction du niveau de mise à jour qui aurait pu être fait).
- (e) Applicable aux appareils équipés de l'option « Sécheur interne à perméation circuit échantillon » :
- L'upgrade d'un Modèle 42i sans cette option nécessitera un kit de montage d'un sécheur Permapure sur le circuit échantillon de l'appareil à mettre à jour.
 - Appareil disposant de la marque NF Instrumentation pour l'Environnement (certificat n° 12097-1).
- (f) Appareil disposant de la marque NF Instrumentation pour l'Environnement (certificat n° 12097-1).
- (g) Système de mesure multigaz compact.

Commentaires additionnels :

- L'approbation par type correspond à la réussite d'un appareil aux tests de conformité stipulés dans la norme EN correspondante. Elle est applicable à tout appareil identique à ceux présentés lors des tests. Tout appareil livré antérieurement conforme sur le plan technique avec les appareils présentés lors des tests (voire mis à jour pour être en conformité) bénéficie de l'approbation par type.

- Les appareils API, Environnement SA, Horiba et TEI (Thermo Fisher Scientific) bénéficient d'un rapport d'approbation de type du TÜV (à ce jour a priori seul laboratoire européen à être accrédité ISO 17025 à faire ce type d'essais) selon les référentiels EN pour les analyseurs de gaz à l'air ambiant. Ces rapports sont disponibles sous format électronique au LCSQA.

14.3.2 Cas du benzène

Méthode de référence	EN 14662 - 3
----------------------	--------------

Constructeur	Modèle d'appareil équivalent à la méthode de référence
Synspec	GC 955 série 601 PID ^(a)
ChromatoTec	Airmo BTX 1000 PID ^(b)

- (a) Appareil approuvé par type par l'UMEG (report n° 53-09/05 du 26-04-06).
- (b) Appareil certifié « conforme à la méthode de référence » (en date du 30-07-07) par le CNR-IIA (Consiglio Nazionale delle Ricerche – Istituto sull'Inquinamento Atmosferico – Rome, Italie), sur la base de tests effectués par le TÜV. Un rapport en italien est disponible mais portant sur un modèle d'appareil différent (un problème de nom de modèle est possible).

14.3.3 Cas des particules en suspension (concentration massique)

	Polluant	
	PM ₁₀	PM _{2.5}
Méthode de référence	EN 12341	EN 14907
Principe de mesure	Gravimétrie sur filtre	

Constructeur	Polluant & modèle d'appareil équivalent à la méthode de référence	
	PM ₁₀	PM _{2.5}
Thermo Fischer Scientific (TEI)	TEOM-FDMS 8500 version b & c ^(a) TEOM 1405 ^(b) avec module FDMS TEOM 1405 F ^(c)	
Environnement SA	MP101M avec ligne RST	

- (a) Concernant l'appareil TEOM-FDMS 8500, seule la version b a réussi les tests de démonstration d'équivalence. La conformité de la version c vis à vis de la méthode de référence peut cependant être admise, compte tenu des résultats de la campagne d'intercomparaison avec le JRC en mars 2008 ²¹, et sous réserve d'une installation initiale et d'une maintenance adéquates, d'un suivi métrologique adapté prenant en compte le retour d'expérience ²².
- (b) L'acquisition du TEOM 1405 nécessite obligatoirement de disposer au préalable d'un module FDMS pour adaptation (**sous réserve de faisabilité**), afin d'obtenir des mesures équivalentes.
- (c) L'évolution de l'appareil TEOM-FDMS 8500 en TEOM 1405 F est une optimisation de conception. Le principe de mesure et de traitement de l'échantillon n'étant pas modifié, il peut être considéré que les performances métrologiques du TEOM-FDMS 8500 sont conservées ²³.

²¹ Rapport LCSQA-INERIS (2008) « Accompagnement au déploiement des modules FDMS » G. AYMOZ

²² Guide pour l'utilisation du TEOM-FDMS – LCSQA (2008) A. USTACHE, G. AYMOZ

²³ Relevé de décisions de la Commission de Suivi "Surveillance des particules en suspension" du mercredi 10 juin 2009

14.3.4 Cas des particules en suspension (analyse chimique des particules PM₁₀)

Méthode de référence pour le prélèvement	EN 12341 (échantillonnage sur filtre)
Méthode de référence pour l'analyse des métaux lourds (As, Cd, Ni, Pb)	EN 14902
Méthode de référence pour l'analyse des Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (B(a)P)	EN 15549

Constructeur	Modèle d'appareil équivalent à la méthode de référence pour le prélèvement des métaux lourds
Thermo Fischer Scientific (TEI)	Partisol 2025 (Partisol Plus) Partisol 2000
DIGITEL	DA 80
Leckel	SEQ 47/50

Constructeur	Modèle d'appareil équivalent à la méthode de référence pour le prélèvement des HAP
Thermo Fischer Scientific (TEI)	Partisol 2025 BaP (Partisol Plus BaP) ^(a) Partisol Speciation
DIGITEL	DA 80 ^(b)
Leckel	SEQ 47/50 ^(c)

- (a) La version BaP du Partisol 2025 (Partisol Plus) assure un stockage des échantillons à une température inférieure à 20°C après échantillonnage grâce à un refroidissement par effet Peltier.
- (b) Le prélèvement des HAP peut nécessiter un module de climatisation additionnel (optionnel) de la chambre recevant les filtres prélevés pour permettre le stockage des filtres empoussiérés à température réduite.
- (c) Le prélèvement des HAP peut nécessiter un module de refroidissement additionnel (optionnel) du magasin de stockage des filtres prélevés pour permettre leur conservation à température réduite.

Commentaire additionnel :

Il est à la charge du responsable du prélèvement (en l'occurrence l'AASQA) de vérifier que l'analyse chimique est effectuée conformément à la méthode analytique de référence par le laboratoire qu'il a choisi.

La liste des appareils homologués pour les mesures réglementaires dans le cadre du Dispositif National de Surveillance de la Qualité de l'Air est consultable sur le site web du LCSQA (<http://www.lcsqa.org/>).

Suite du rapport page suivante

14.4 ANNEXE 4 : POSITION DU LNE AUX NIVEAUX NATIONAL ET INTERNATIONAL

14.4.1 Position du LNE au sein de la structure métrologique française

Suite au décret du 25 janvier 2005, la responsabilité de la métrologie française a été confiée au LNE, en remplacement de l'ancienne structure, dénommée Bureau national de métrologie (BNM), qui assurait cette fonction depuis 1969. A cette occasion, il a été rebaptisé Laboratoire National de métrologie et d'Essais.

Le LNE est désormais l'homologue des plus grands instituts nationaux de métrologie (PTB en Allemagne, NPL au Royaume-Uni, NIST aux USA, ...) et représente la France dans les instances européennes et internationales. Un comité de la métrologie a été constitué au sein du LNE, instance de décision et d'orientation. Il réunit des personnalités du milieu scientifique, du monde des métrologues et des représentants des ministères concernés (industrie et recherche), et veille à orienter les travaux dans les domaines jugés prioritaires, à renforcer la complémentarité des investissements, et à créer, lorsque cela est possible, des unités mixtes de chercheurs.

Les principales missions du LNE en tant qu'organisme de référence sont les suivantes :

- ü Définir et coordonner les travaux des laboratoires nationaux de métrologie et leurs programmes pluriannuels d'études et de recherches ;
- ü Répartir entre les laboratoires les missions dont ils sont chargés au nom de la métrologie française pour assurer aux utilisateurs la disponibilité et l'accès à des références métrologiques adaptées à leur besoin ;
- ü Apporter son concours financier ou technique pour des études et recherches utiles dans le domaine de la métrologie ;
- ü Susciter toutes études ou recherches nécessaires, dans les domaines de la métrologie fondamentale et de la métrologie appliquée ;
- ü Assurer la représentation de la France auprès de la Conférence générale des poids et mesures et, en général, des organisations internationales et européennes dans le domaine de la métrologie fondamentale et appliquée ;
- ü Diffuser les informations traitant des développements de la métrologie ;
- ü Organiser le raccordement de toute mesure aux étalons nationaux, et conduire les actions appropriées pour aboutir aux reconnaissances internationales nécessaires.

Le LNE regroupe d'importants moyens scientifiques et techniques couvrant une part importante des besoins en étalons du Système International d'unités (SI). Les domaines couverts par le LNE sont : électricité-magnétisme, longueur et métrologie dimensionnelle, masse et grandeurs apparentées (pression, force, couple, acoustique, accélérométrie), quantité de matière (métrologie chimique), radiométrie-photométrie, température et grandeurs thermiques.

Pour certains domaines de mesure, le LNE s'appuie sur d'autres organismes scientifiques de renom. Il fédère ainsi **trois autres laboratoires nationaux de métrologie** :

- ü LNE-INM (Institut National de Métrologie) qui dépend du Conservatoire National des Arts et Métiers. Il intervient pour les domaines suivants : longueur et métrologie dimensionnelle, masse et grandeurs apparentées, radiométrie-photométrie, température et grandeurs thermiques ;
- ü LNE-LNHB (Laboratoire National Henri Becquerel) qui dépend du Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA). Il est chargé de la réalisation des références dans le domaine des rayonnements ionisants ;
- ü LNE-SYRTE (Systèmes de Référence Temps-Espace) qui dépend de l'Observatoire de Paris. Il est chargé de la réalisation des références dans le domaine du temps-fréquences.

Le LNE s'appuie par ailleurs sur **7 laboratoires associés** intervenant pour des domaines très ciblés :

- ü Centre Technique des Industries Aérauliques et Thermiques (CETIAT) pour l'hygrométrie, la débitmétrie liquide et l'anémométrie ;
- ü Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris (ENSAM-Paris) pour la pression dynamique ;
- ü Franche-Comté Electronique, Mécanique, Thermique et Optique - Sciences et Technologies (FEMTO-ST) pour le temps-fréquences ;
- ü Institut de Radioprotection et de Sécurité Nucléaire (IRSN) pour la dosimétrie des neutrons ;
- ü Laboratoire Associé de Débitmétrie Gazeuse (LADG) pour la débitmétrie gazeuse;
- ü Observatoire de Besançon pour le temps-fréquences ;
- ü Trakil pour la débitmétrie des hydrocarbures liquides.

14.4.2 Position du LNE au niveau européen et international

14.4.2.1 Au niveau international : BIPM

Le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) a pour mission d'assurer l'uniformité mondiale des mesures et leur traçabilité au Système international d'unités (SI). Il travaille sous l'autorité de la Convention du Mètre, qui est un traité diplomatique conclu entre cinquante-quatre États et fonctionne sous la surveillance exclusive du Comité International des Poids et Mesures (CIPM).

L'Arrangement de Reconnaissance Mutuelle (MRA - *Mutual Recognition Arrangement*) a été rédigé par le CIPM en vertu de l'autorité qui lui est conférée par les États membres de la Convention du Mètre, et signé en octobre 1999 par les directeurs des Laboratoires Nationaux de métrologie.

Cet arrangement comprend deux parties : dans la première partie, les signataires reconnaissent le degré d'équivalence des étalons nationaux de mesure des laboratoires nationaux participants ; dans la seconde partie, les signataires reconnaissent la validité des certificats d'étalonnage et de mesurage émis par les laboratoires participants.

Pour établir les critères de reconnaissance mutuelle sur une base objective, cet arrangement s'appuie sur :

- ü la mise en place par chaque laboratoire national de métrologie de moyens adaptés afin d'assurer la qualité des mesures ;
- ü les résultats d'un ensemble de comparaisons clés effectuées selon des procédés spécifiés qui conduisent à une estimation quantitative du degré d'équivalence des étalons nationaux de mesure ;
- ü la participation effective de chaque laboratoire national de métrologie à des comparaisons supplémentaires appropriées.

Le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) est l'institut de métrologie dont la mission est de mettre en œuvre la politique nationale de métrologie en France. A ce titre, il est signataire du MRA.

Les laboratoires nationaux de métrologie déclarent leurs possibilités en matière d'étalonnage et de mesurage appelées Calibration and Measurement Capabilities (CMC).

Une base de donnée contenant le résultat des comparaisons et les CMC des Laboratoires Nationaux de Métrologie, est disponible sur le site du BIPM.

14.4.2.2 Au niveau européen : EURAMET

EURAMET e.V. est une organisation, officiellement créée le 11 janvier 2007, qui fait suite à l'association EUROMET créée en septembre 1987 à Madrid par la signature d'un "Memorandum of Understanding" (MoU - accord de coopération).

C'est une association à but non lucratif sous loi allemande qui regroupe à ce jour, 33 pays membres de l'Union européenne, des pays de l'AELE, et des états qui souhaitent entrer dans l'Union européenne.

Cette association a été mise en place afin de développer les coopérations de tout type entre les instituts nationaux de métrologie de l'Europe de l'ouest et d'assurer une utilisation efficace des moyens disponibles en métrologie.

Les objectifs d'EURAMET sont les suivants :

- ü Développer entre tous les membres d'EURAMET une collaboration plus étroite sur des projets de recherches sur les références métrologiques, mais aussi pour développer la métrologie dans de nouveaux domaines, besoins de la Société, thématiques transverses telles que la santé, l'environnement, l'énergie ou les nouvelles technologies ;
- ü Optimiser l'utilisation des ressources et des services dont disposent les Membres et accentuer leur orientation vers la satisfaction des besoins métrologiques décelés ;
- ü Améliorer les services métrologiques offerts et les rendre accessibles à tous les Membres ;
- ü S'assurer que les nouveaux bancs d'étalonnage réalisés dans le cadre d'EURAMET sont ouverts à tous les Membres ;
- ü Assurer un transfert de connaissance d'un pays à un autre.

Les missions spécifiques d'EURAMET sont décrites ci-après :

- ü La coopération sur des études et recherches pour l'amélioration des références en métrologie ou pour la réalisation de nouvelles références ;
- ü La coordination des investissements importants pour les moyens métrologiques ;
- ü Le transfert de compétences et de connaissances entre les Membres, en particulier par la création de groupes techniques spécifiques pour faciliter les échanges ;
- ü L'établissement d'un cadre de collaboration entre les membres intéressés par un projet particulier ;
- ü L'organisation de comparaisons internationales, en particulier suite à la mise en œuvre du MRA édité par le CIPM ;
- ü La mise à disposition d'informations sur les ressources et services ;
- ü La coopération avec les organismes d'accréditation européens ;
- ü La coopération avec les services de métrologie légale européens.

Suite du rapport page suivante

14.5 ANNEXE 5 : PORTEE DETAILLEE DE L'ACCREDITATION DU LNE (ACCREDITATION N°2-54)

Partie 1 : Chimie – environnement

Ligne 1 : Préparation des mélanges gazeux de référence gravimétriques

Caractéristique ou grandeur mesurée	Etendue de mesure	Incertitude élargie relative		Principe de la méthode
CO dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-5} à 5.10^{-1} mol.mol ⁻¹	0,3 %	0,05 %	Etalons préparés par méthode gravimétrique
CO ₂ dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-5} à 5.10^{-1} mol.mol ⁻¹	0,4 %	0,1 %	
NO dans l'azote	De 1.10^{-5} à 2.10^{-2} mol.mol ⁻¹	0,4 %	0,2 %	
C ₃ H ₈ dans l'azote	De 1.10^{-5} à 2.10^{-2} mol.mol ⁻¹	0,4 %	0,2 %	
C ₂ H ₅ OH dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-5} à 1.10^{-3} mol.mol ⁻¹	0,3 %	0,2 %	
C ₆ H ₆ dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-6} à 1.10^{-4} mol.mol ⁻¹	0,3 %	0,2 %	
C ₇ H ₈ dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-6} à 1.10^{-4} mol.mol ⁻¹	0,3 %	0,2 %	
C ₈ H ₁₀ dans l'azote ou l'air	De 1.10^{-6} à 1.10^{-4} mol.mol ⁻¹	0,3 %	0,2 %	

Ligne 2 : Etalonnage des mélanges gazeux

Caractéristique ou grandeur mesurée	Etendue de mesure	Incertitude élargie relative		Principe de la méthode
CO dans l'air ou l'azote	De 1.10^{-6} à 1.10^{-4} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,7 %	Comparaison à un étalon réalisé par méthode gravimétrique Analyse par Infra-rouge
C ₆ H ₆ dans l'air ou l'azote	De 1.10^{-9} à 1.10^{-7} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,7 %	Comparaison à un étalon réalisé par méthode gravimétrique Analyse par chromatographie en phase gazeuse
C ₇ H ₈ dans l'air ou l'azote	De 1.10^{-9} à 1.10^{-7} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,7 %	Comparaison à un étalon réalisé par méthode gravimétrique Analyse par chromatographie en phase gazeuse
C ₈ H ₁₀ dans l'air ou l'azote	De 1.10^{-9} à 1.10^{-7} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,7 %	Comparaison à un étalon réalisé par méthode gravimétrique Analyse par chromatographie en phase gazeuse
NO dans l'air ou l'azote	De 5.10^{-8} à 1.10^{-6} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,7 %	Comparaison à un étalon réalisé par méthode gravimétrique Analyse par chimiluminescence
NO ₂ dans l'air ou l'azote	De 5.10^{-8} à 1.10^{-6} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,6 %	Comparaison à un étalon obtenu par perméation Analyse par chimiluminescence
SO ₂ dans l'air	De 5.10^{-8} à 5.10^{-7} mol.mol ⁻¹	2,0 %	0,6 %	Comparaison à un étalon obtenu par perméation Analyse par fluorescence UV
O ₃ dans l'air	De 0 à 1.10^{-6} mol.mol ⁻¹	$2 \times \sqrt{(1,1.10^{-2} \times C)^2 + 0,28^2}$ mol.mol ⁻¹ C : concentration en O ₃ en 10^{-9} mol.mol ⁻¹		Comparaison à un étalon obtenu par génération d'ozone Analyse par photométrie UV