

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



Métrologie - Assurance Qualité

Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Première intercomparaison européenne PM10

Décembre 2009

Programme 2009

F. MARLIERE





## **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. Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par la Direction Générale de l'Energie et du Climat du Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de la Mer sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France, coordonné au plan technique par l'ADEME, 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.



# Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Première intercomparaison européenne PM10

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

Métrologie - Assurance Qualité

Programme financé par la Direction Générale de l'Energie et du Climat (DGEC)

2009

### F. MARLIERE

Ce document comporte 27 pages (hors couverture et annexes)

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	F. MARLIERE	E. LEOZ-GARZIANDIA	M. RAMEL
Qualité	Ingénieur Unité CIME	Responsable Unité CIME	Responsable LCSQA/INERIS
Visa	P.O. (8.4)	Jall -	Ramel

# **TABLE DES MATIÈRES**

RESUME	7
1. INTRODUCTION	8
2. DEROULEMENT DE L'EXERCICE	9
3. INTERCOMPARAISON MONOPOLLUANT – PM10	10
3.1 Installation sur le site de CREIL	10
3.2 Contrôle des analyseurs	14
3.3 Vérifications préliminaires	17
3.4 Chronologie des essais	18
3.5 Résultats	19
3.5.1 Suivi temporel des mesures	20
3.5.2 Intervalle de confiance de reproductibilité	20
3.5.3 Z-scores	23
3.5.4 Résultats individuels	24
4. CONCLUSION	25
5 LISTE DES ANNEXES	27

### **RESUME**

Un essai européen d'intercomparaison monopolluant portant sur la mesure de particules en continu a été réalisé en octobre 2009 sur la station fixe de Creil. Il a réuni 5 participants :

- DCMR (Hollande)
- Atmo Picardie
- AEAT (Grande-Bretagne)
- ISSEP (Belgique)
- LCSQA/INERIS

Constituant un parc de 5 analyseurs gravimétriques TEOM « 50℃ » et un analyseur optique Grimm 180. Ce dernier n'a pas pu être retenu pour l'exercice suite aux tests préliminaires qui ont mis en évidence un principe de mesure inadapté au type de particules générées.

Pour la réalisation de l'exercice, un système de dopage de particules développé au préalable par l'INERIS en collaboration avec LNIndustries et permettant une distribution homogène a été mis en œuvre. La génération de particules est assurée par une combustion incomplète de propane.

L'estimation de l'incertitude globale de mesure ( $IC_R$ ) du groupe d'analyseurs TEOM 50 °C équipés de tête PM10 et dont la constant e d'intégration était configurée à 1800s, a été estimée à 23,6 % dans les conditions de dopage à la valeur limite journalière, malgré une dispersion importante des données. Il en ressort que la qualité des mesures respecte les exigences de la Directive européenne en terme d'intervalle de confiance (25 %) à la valeur limite journalière.

Ce résultat satisfaisant pourrait cependant être amélioré en constituant un panel de 6 participants afin de procéder à un traitement des données statistiquement plus représentatif et moins influencé par le poids des écarts de l'un des participants par rapport au groupe. Les écarts pourraient également être limités en veillant à la stabilité des analyseurs après un changement de filtres.

Des tests complémentaires visant à caractériser la granulométrie des particules générées ont été réalisés à l'aide d'un granulomètre laser. Les résultats seront présentés courant 2010.

En 2010, le concepteur du prototype du générateur LNIndustries procédera au contrôle de l'ensemble des éléments fluidiques et proposera leur l'intégration dans un boitier de protection ce qui devrait améliorer la stabilité et la répétabilité de la génération de particules.

### 1. INTRODUCTION

La directive européenne 2008/50/CE dédiée à la qualité de l'air appelle au respect de valeurs limites, en leur associant une exigence en terme d'incertitude maximale sur la mesure. Les essais interlaboratoires sont un des moyens existants pour estimer les incertitudes de mesure. Ainsi, les organismes en charge de la surveillance de la qualité de l'air participent régulièrement aux essais d'intercomparaison mis en place aussi bien au niveau national qu'au niveau européen.

A ce titre, un travail spécifique a été dédié en 2004 à la recherche d'un mode d'intégration de toute station de surveillance fixe française à cette démarche globale selon un principe de comparaison expérimentale. Il a été finalisé en 2005 grâce à la mise au point et la validation d'un système d'enrichissement de la matrice air ambiant par des polluants gazeux permettant de mener la comparaison à des niveaux variés pouvant atteindre les valeurs limites réglementaires.

Ce travail a été complété par un développement spécifique débuté en 2007 (cf. Rapport DRC-07-85114-17680A, Mise au point d'un système de dopage PM, Décembre 2007) et poursuivi en 2008 (cf. rapport DRC-08-94273-15194A, Mise au point d'un système de dopage PM, Décembre 2008) ayant pour objectif la mise au point d'un système de dopage dédié aux particules permettant de comparer jusqu'à 6 TEOM en parallèle. Ce système a été mis en application en 2008 lors d'un exercice d'intercomparaison, conçu comme une phase de validation, organisé en collaboration avec Atmo Picardie et portant sur le mesurage des particules à différents niveaux de concentration sur un domaine de concentration allant au-delà de la valeur limite (cf. rapport DRC-09-103324-10890A Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison PM10 (1/4) – Décembre 2009).

Dans un premier temps le programme du LCSQA en 2009 portait sur une intercomparaison des moyens mobiles européens. Cet exercice qui s'est avéré difficile à organiser a été remplacé par une intercomparaison des analyseurs de poussières (PM10) mis en œuvre par des organismes européens de surveillance de la qualité de l'air. Cet exercice a été réalisé sur la station fixe de Creil spécialement aménagée à cet effet.

Il était également prévu d'organiser une intercomparaison de poussières (PM10) au niveau national, mais suite au désistement des AASQA initialement volontaires elle n'a pas pu être réalisée et a été remplacée par des travaux de développement et d'amélioration du dispositif de dopage. Les résultats obtenus sont en cours d'exploitation et feront l'objet d'un rapport spécifique courant 2010.

Le présent rapport rapporte le déroulement et les enseignements de l'exercice d'intercomparaison européen sur les PM10, premier de ce type en Europe.

### 2. DEROULEMENT DE L'EXERCICE

L'exercice a réuni 5 analyseurs TEOM 50℃ et un Gri mm180 appartenant à différents organismes de surveillance de la qualité de l'air.

La campagne d'essais, dont l'objectif est la détermination de l'incertitude de mesure d'analyseur de PM10 lors de dopages, s'est déroulée sur 3 semaines.

Avant de procéder à l'intercomparaison, chaque participant a procédé à l'installation de son analyseur et à la vérification de son bon fonctionnement.

L'intérêt de l'exercice d'intercomparaison pouvant se trouver limité si les concentrations rencontrées dans l'air ambiant lors des périodes de mesure sont trop faibles et peu variables, un dispositif de distribution a été conçu de façon à :

- garantir à chacun une alimentation en particules de caractéristiques identiques (temps de séjour similaires) à partir d'une matrice air ambiant réelle enrichie par dopage, jusqu'au niveau des valeurs limites réglementaires,
- assurer l'exploration d'un domaine étendu de concentrations et pouvoir déterminer une incertitude de mesure globale sur toute la plage de mesure.

Les essais avec dopage ont consisté à procéder à des générations de particules quotidiennes par palier.

L'exploitation des données s'est effectuée sur les moyennes quart-horaires des mesures. L'approche mise en œuvre pour le traitement des données est définie au sein de la norme ISO 5725-2 qui permet de déterminer :

- la variance de répétabilité (pour les participants mettant en œuvre 2 analyseurs TEOM, uniquement le LCSQA/INERIS lors de cet exercice),
- la variance interlaboratoire,
- l'intervalle de confiance de reproductibilité associé aux mesures fournies par l'ensemble des participants (norme ISO 5725-2).

Le traitement des données s'est ensuite poursuivi par la détermination de « z-scores » selon la norme ISO 13 528. Un « z-score » par palier de concentration a été calculé pour chaque participant.

### 3. INTERCOMPARAISON MONOPOLLUANT – PM10

L'exercice d'intercomparaison s'est déroulé du 1<sup>er</sup> au 23 octobre 2009. Il a regroupé 5 participants :

- ATMO PICARDIE, Association agréée française de surveillance de la qualité de l'air de la région Picardie,
- LCSQA/INERIS, Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques, membre du Laboratoire de référence français pour la Surveillance de la Qualité de l'Air, organisateur et participant à l'exercice d'intercomparaison PM10,
- ISSEP, Institut en charge de la surveillance de la qualité de l'air en Belgique (région wallonne),
- DCMR, Institut en charge de la surveillance de la qualité de l'air de Rotterdam (Hollande),
- AEAT, Institut en charge de la surveillance de la qualité de l'air en Grande-Bretagne.

A noter que 2 autres participants s'étant portés volontaires ont dû se désister en raison d'imprévus entraînant leur indisponibilité pour la période de l'exercice. Il s'agissait de GENCAT (Organisme en charge de la surveillance de la qualité de l'air de Catalogne, Espagne) et DMU (Institut national en charge de la surveillance de la qualité de l'air au Danemark). De ce fait le LCSQA/INERIS qui ne devait initialement se consacrer qu'à la génération de particules et à l'acquisition des données a mis en place 2 TEOM PM10 50 °C.

ATMO PICARDIE, DCMR et AEAT ont installé chacun un TEOM 50 ℃. L'ISSEP a installé un Grimm180.

On rappellera que les TEOM sont des analyseurs fonctionnant sur le principe de la gravimétrie qui, dans leur configuration habituelle de surveillance en station, sont paramétrés pour fournir des données PM 10 moyennées sur 30 min ce qui a pour conséquence un lissage et un décalage dans le temps des variations de concentrations ambiantes.

L'analyseur Grimm fonctionne sur le principe d'un comptage optique simultané de particules de granulométrie PM 10, PM 2.5 et PM 1, ces informations sont converties en temps réel en concentration à l'aide de coefficients de corrélation fixés par le constructeur. Cet analyseur délivre ses résultats de mesures toutes les 10 secondes simultanément pour les 3 fractions granulométriques. Un des intérêts de la présence de cet appareil, est l'aide qu'il apporte dans le suivi en temps réel des concentrations de particules générées lors des opérations de réglage du système de génération (brûleur à propane).

### 3.1 Installation sur le site de CREIL

La station de Creil dispose de 6 passages de toiture permettant d'accueillir chacun une tête PM10 d'analyseur de particules. Chaque tête a été coiffée par un élément

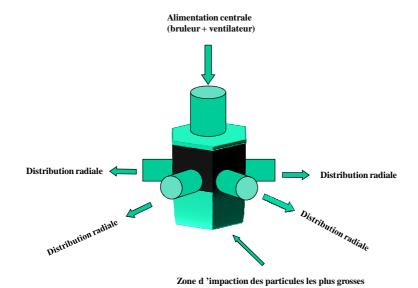
cylindrique translucide (voir Figure 1) raccordé au dispositif d'enrichissement de la matrice ambiante développé par le LCSQA/INERIS.



Figure 1 : Tête PM10 sous coiffe de dopage

L'alimentation de ces coiffes a été effectuée de manière symétrique grâce à un élément central hexagonal disposant de tubulures de sortie reliées aux raccords d'entrée des coiffes. Les Figure 2 et Figure 3 ci-dessous illustrent ce dispositif de distribution.

La Figure 4 présente le schéma d'implantation des participants autour de l'élément central de distribution.



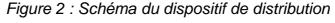




Figure 3: Vue du dispositif de distribution

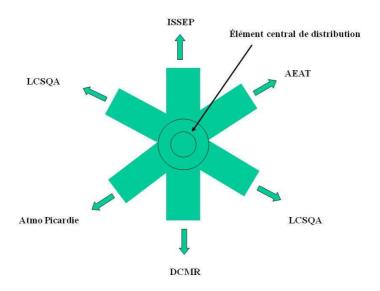


Figure 4 : Disposition des participants

La Figure 5 présente les analyseurs en situation de fonctionnement.

La Figure 6 illustre le schéma d'implantation des analyseurs TEOM dans la station de mesures.

La Figure 7 présente la centrale d'acquisition SAM Wi, équipée d'un écran intégré permettant de suivre visuellement l'évolution des mesures des différents appareils et de juger de la stabilité de la génération Les données de la centrale ont fait l'objet de rapatriements quotidiens sur le poste central du LCSQA/INERIS.

La Figure 8 présente des vues générales des têtes PM10 installées sur le toit terrasse de la station fixe. L'ensemble du dispositif a été protégé des intempéries et surtout du rayonnement solaire afin de conserver une température homogène dans les 6 enceintes (coiffes) de dopage.





Figure 5 : Vues de l'intérieur de la station, analyseur Grimm 180 (à gauche) et analyseur TEOM (à droite)

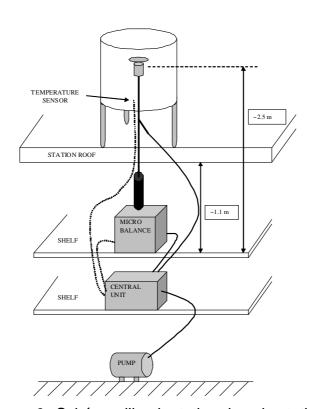


Figure 6 : Schéma d'implantation dans la station



Figure 7 : Vue de la centrale d'acquisition





Figure 8 : Vues générales de l'installation en toiture

#### 3.2 CONTROLE DES ANALYSEURS

Les participants ont procédé à la vérification individuelle de leur analyseur en contrôlant les paramètres d'influence sur la mesure :

- Test de fuite en tête de ligne,
- Test de fuite au niveau de la pompe,
- Contrôle des débits,
- Contrôle des capteurs de température et de pression.

L'ensemble des analyseurs a été raccordé au système d'acquisition et la transmission des données a été vérifiée.

Des tests préliminaires collectifs ont ensuite été effectués afin de vérifier le bon fonctionnement des différents appareils participants à l'intercomparaison. Dans un premier temps, la cohérence des réponses a été testée en vérifiant que les données des appareils étaient homogènes pour des mesures effectuées sous air pulsé non dopé. L'ensemble des équipements présents affichaient des mesures cohérentes de l'ordre d'une vingtaine de µg/m³. Dans un second temps, le même test a été renouvelé mais avec dopage en particules dans le système de

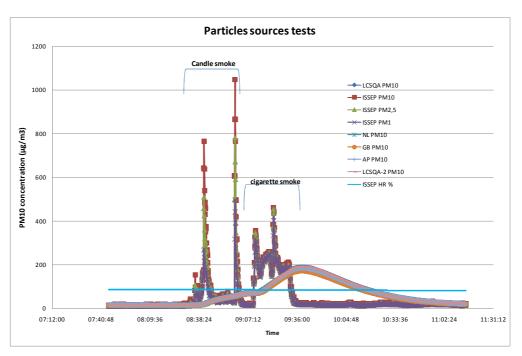
distribution. Nous avons constaté que les TEOM répondaient correctement et de manière cohérente à la présence de particules, par contre le signal de l'analyseur Grimm restait stable au niveau de concentration de l'air ambiant.

On note que l'appareil répond immédiatement à la présence de ce type de particules. En comparaison, les TEOM répondent également à ce type de particules mais présentent une évolution décalée dans le temps et lissée en raison du moyennage des mesures sur 30 min.

En complément d'information, on constate que l'hygrométrie de l'air dopé reste constante pendant la durée du test.

Le démarrage de la campagne d'intercomparaison a été décalé d'un commun accord afin de réaliser une série de tests sur le Grimm en présence du distributeur de la marque. Les tests suivants ont été réalisés :

• test de sollicitation avec des sources simples : des sources de particules telles que la fumée de cigarettes ou la flamme d'une bougie ont été utilisées. Les résultats sont présentés dans le Graphique 1. On note que l'appareil répond immédiatement à la présence de ce type de particules. En comparaison, les TEOM répondent également à ce type de particules mais présentent une évolution décalée dans le temps et lissée en raison du moyennage des mesures sur 30 min. En complément d'information, on constate que l'hygrométrie de l'air dopé reste constante pendant la durée du test.

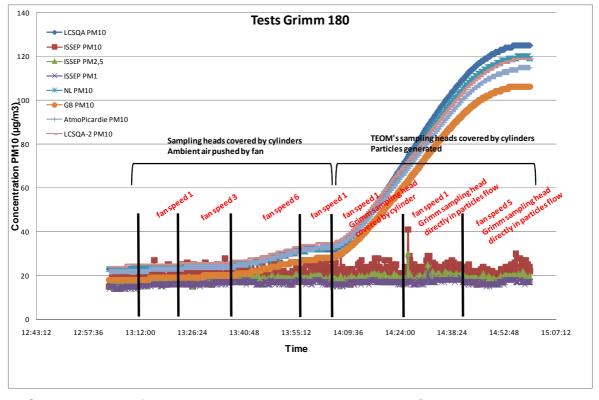


Graphique 1 : Réponse des analyseurs selon la source de particules

 test sur la distribution des particules: il a consisté à vérifier que la distribution de particules dans l'enceinte contenant la tête de prélèvement du Grimm était identique à celle des autres enceintes. Le Graphique 2 regroupe les différents tests réalisés. La première partie du graphique présente un test visant à déterminer la sensibilité du Grimm au débit de balayage de l'enceinte. Pour ce faire, les appareils ont été alimentés avec de l'air ambiant pulsé non dopé, et la vitesse de circulation a été modifiée d'un facteur 3 par intervention sur le variateur du ventilateur. On note un comportement similaire des TEOM et du Grimm, une éventuelle influence du débit de balayage n'est pas mise en évidence. Dans la seconde partie du graphique, nous avons effectué un test avec de l'air dopé en particules sous une vitesse de balayage constante, la tête de prélèvement du Grimm 180 étant d'abord dans son enceinte. On n'observe aucune réaction du Grimm alors que les TEOM enregistrent une augmentation de la concentration en particules. La tête de prélèvement a alors été placée directement dans la gaine d'alimentation du flux d'air dopé sans que l'on observe de différence notable. Afin d'expliquer l'absence de réponse de cet appareil, hormis lors de mesures en air ambiant, nous avons émis l'hypothèse que les particules générées étaient d'une granulométrie inférieure à la limite de détection de l'appareil soit inférieure à 250 nm.

Suite à ces résultats et malgré l'absence de dysfonctionnement du GRIMM, il n'a pas pu être pris en compte pour cet exercice d'intercomparaison.

NB: Au cours de cette intercomparaison, l'analyseur Grimm 180 n'a pas détecté les concentrations de particules générées à l'aide de notre dispositif de combustion. Les concentrations affichées ont été comparées à celles d'un TEOM en situation de surveillance dans la station d'Atmo Picardie. Il s'avère qu'elles étaient cohérentes ce qui confirmait notre constat, à savoir, que les données de mesures du Grimm ne correspondaient qu'à la fraction de particules provenant de l'air ambiant utilisé pour diluer le flux de particules du générateur.



Graphique 2 : influence du mode de distribution sur la réponse des analyseurs

La cohérence des mesures des analyseurs TEOM a fait l'objet de contrôles en début et fin de campagne. Pour ce faire, nous avons fait circuler deux filtres étalons sur les différents appareils et relevé les écarts des constantes de calibration (K0). Les débits des TEOM ont également été contrôlés. Le Tableau 1 ci-dessous regroupe les résultats de ces contrôles préconisés dans le guide LCSQA de décembre 2009 et référencé DRC-09-103331-06937A - Guide LCSQA FDMS V6.5.

	LCSQA-1	ISSEP	DCMR	AEAT	Atmo Picardie	LCSQA-2
Internal K0 check	-	-	0.54 %	0.86 %	0.55 %	-
Initial K0 deviation	0.83 %	-	1.26 %	0.67 %	0.08 %	0.56 %
Final K0 deviation	0.56 %	-	0.70 %	0.51 %	0.92 %	0.53 %
LEAK TEST	OK	OK	OK	OK	OK	OK
Total flow initial deviation	1.9 %	-	1.0 %	0.9 %	1.0 %	1.4 %
Main flow initial deviation	0.3 %	-	0.0 %	4.9 %	1.5 %	0.1 %
Total flow final deviation	2.9 %	-	3.2 %	-1.4 %	2.0 %	2.6 %
Main flow final deviation	4.5 %	-	0.7 %	-1.0 %	4.7 %	3.6 %

Tableau 1 : Résultats des contrôles des TEOM en début et fin de campagne

On note que l'ensemble des écarts sur les K0 des analyseurs reste dans les limites (2.5 %) recommandées par le constructeur du TEOM. Les constantes n'ont donc pas fait l'objet de correction. Il en est de même pour les écarts sur les débits principal et échantillon qui sont inférieurs à 5 % et permettent de valider les données de mesures.

#### 3.3 VERIFICATIONS PRELIMINAIRES

Une phase de vérification du système de génération des particules a précédé la phase d'intercomparaison. Elle a consisté à déterminer les réglages du bruleur permettant de générer des concentrations de particules dans la gamme  $50-150~\mu g/m^3$ .

De plus, les vitesses d'air en sorties d'enceintes ont été mesurées en fonction du débit de ventilateur afin de vérifier l'absence de passages préférentiels dans le dispositif de distribution. Le Tableau 2 ci-dessous regroupe les résultats de mesures.

position ventilateur					
en m/s	diamètre évent	1	5	10	
Atmo Picardie	63	0,5	1,2	2	
LCSQA-1	63	0,6	1,3	1,8	
DCMR	63	0,5	1,2	2	
ISSEP	63	0,6	1,2	2,3	
LCSQA-1	63	0,6	1,2	2,1	
AEAT	63	0,7	1,4	1,9	

Tableau 2 : Vitesse de l'air dans les cylindres selon le régime du ventilateur

On note que les vitesses de balayage sont homogènes et ne traduisent pas l'existence de passage préférentiel dans les lignes de distribution. Les débits de balayage associés sont de l'ordre de 6 m³/h par enceinte avec un ventilateur fonctionnant à basse vitesse, et 25 m³/h à haute vitesse.

#### 3.4 CHRONOLOGIE DES ESSAIS

Lors de la campagne, nous avons effectué la saisie des données des analyseurs TEOM dans la configuration de dopage, c'est-à-dire têtes PM10 coiffées et avec des mesures moyennées sur 1800s. On rappellera ici que la constante d'intégration du TEOM peut être modifiée pour conduire à des mesures « lissées » lorsque la constante est fixée à 1800 s entraînant ainsi le calcul d'une moyenne glissante sur 30 minutes de mesures.

Les données retenues pour le traitement statistique sont regroupées dans le Tableau 3 ci-dessous. Elles ont principalement été sélectionnées dans les périodes de faible variation de concentration (mesures stables) et sont représentatives de la gamme de concentration rencontrée lors de chaque essai.

On notera que les paliers à faible niveau de concentration (paliers 2 et 5) ont été réalisés sous air ambiant non dopé et pulsé dans le dispositif de distribution.

Palier	Date + Heure	Concentration µg/m3
1	08/10/2009 11:30	45
ı	08/10/2009 14:30	4
2	9/10/2009 15:30	25
2	9/10/2009 17:30	23
3	9/10/2009 9:45	75
3	9/10/2009 11:45	79
4	9/10/2009 12:15	63
7	9/10/2009 14:00	00
5	9/10/2009 00:15	13
3	9/10/2009 02:30	2
6	12/10/2009 9:15	45
O	12/10/2009 12:30	4
7	14/10/2009 7:15	150
1	14/10/2009 09:15	130
8	15/10/2009 10:00	130
0	15/10/2009 12:15	130
9	15/10/2009 15:00	90
9	15/10/2009 17:15	90
10	20/10/2009 8:30	100
10	20/10/2009 11:00	100
11	20/10/2009 14:45	90
11	20/10/2009 16:45	30
12	19/10/2009 7:45	130
12	19/10/2009 9:30	130

Tableau 3 : Niveaux de concentration avec dopage (TEOM 1800 s)

Au regard du domaine de concentration générée, plus étendu qu'en 2008, on peut mesurer l'avantage retiré par le remplacement du ventilateur par un modèle mieux dimensionné et permettant la dilution des particules à débit variable.

### 3.5 RESULTATS

L'exploitation des données s'est effectuée sur les moyennes quart-horaires des mesures. L'approche mise en œuvre pour le traitement des données est définie au sein de la norme ISO 5725-2 qui permet de déterminer la variance de répétabilité (uniquement pour l'essai sous air ambiant), la variance interlaboratoires et l'intervalle de confiance de reproductibilité associé aux mesures fournies par l'ensemble des participants (norme ISO 5725-2). Un « z-score » par palier de concentration est ensuite calculé pour chaque participant selon la norme ISO 13 528.

Le traitement statistique mis en œuvre est présenté de manière détaillée en annexe 2.

#### 3.5.1 SUIVI TEMPOREL DES MESURES

Les graphiques de suivi temporel des niveaux de concentration obtenus lors des différentes intercomparaisons sont présentés en annexe 1. On en retiendra la bonne cohérence des mesures des TEOM mis en œuvre, avec une dispersion qui évolue de manière variable avec les concentrations générées. On signalera que les changements des filtres colmatés (dans notre cas, taux de charge > 70%), opérés plusieurs fois lors de la campagne de dopage, semblent avoir une influence non négligeable lors du redémarrage des mesures. Il a ainsi été observé des temps de stabilisation de plusieurs heures avant que les mesures des TEOM soient de nouveau cohérentes (voir Figure 9). Par ailleurs, il n'est pas rare qu'un analyseur se trouve décalé par rapport aux autres après cette opération. Dans un tel cas de figure, seul un (voire plusieurs) arrêt/redémarrage de l'unité centrale des TEOM permet de retrouver la cohérence des mesures.

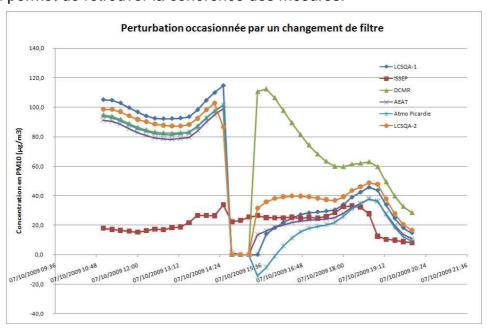


Figure 9 : Instabilité des TEOM après un changement de filtre

#### 3.5.2 INTERVALLE DE CONFIANCE DE REPRODUCTIBILITE

La valeur limite journalière en PM10 est définie à 50 µg/m³ selon la Directive 2008/50/CE du 21 mai 2008. L'incertitude maximale de mesure à cette concentration est fixée à 25 %. Les graphiques ci-dessous présentent les valeurs calculées des écarts et de l'incertitude à ce niveau de concentration.

La Figure 10 présente le tracé des écart-types de répétabilité  $(S_{rj})$  et interlaboratoire  $(S_{Lj})$  d'une part, et de reproductibilité globale  $(S_{Rj})$  d'autre part, en fonction des concentrations générées.

On note que les courbes de tendance décrivant les évolutions des différents écarts-types ne sont qu'indicatives. En effet on constate une forte variabilité

des écarts-types de répétabilité et interlaboratoire qui permettent difficilement de dégager une courbe de tendance.

Il est difficile d'attribuer à l'écart-type de répétabilité une contribution majeure à l'écart-type de reproductibilité compte tenu de la dispersion des points. Il semble plus cohérent d'accorder un poids équivalent aux écarts-types de répétabilité et de interlaboratoire dans le calcul de l'écart-type de reproductibilité.

On rappellera que l'écart-type de répétabilité a été estimé pour le groupe de participants à partir des seules données des 2 TEOM du LCSQA/INERIS, et que sa représentativité est donc toute relative.

# Ecart-type de répétabilité, interlaboratoires et de reproductibilité en PM10 après tests de Cochran & Grubbs

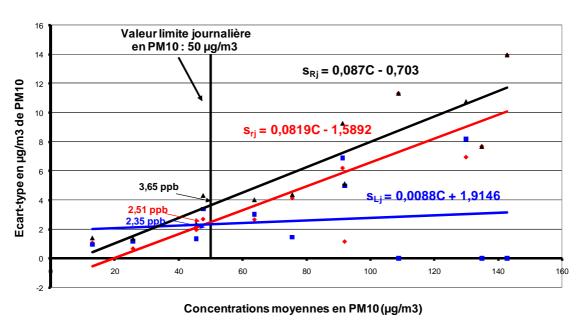


Figure 10 : Composantes de l'écart type de reproductibilité des analyseurs TEOM

# Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 après tests de Cochran & Grubbs

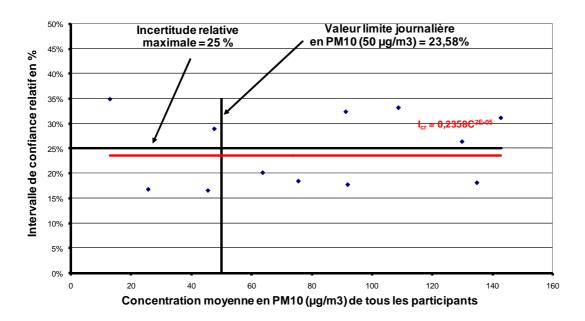


Figure 11 : Evolution de l'incertitude de mesure des analyseurs TEOM

Compte tenu de la dispersion des incertitudes de mesures, la courbe de tendance (Figure 11) suit un profil assez linéaire qui conduit à une estimation de l'incertitude globale de mesure de 23,6 % à la valeur limite journalière. Cette valeur d'incertitude est légèrement inférieure au seuil fixé par la Directive Européenne.

On note que certaines concentrations qui ont été répétées (45 µg/m³ et 90 µg/m³) conduisent à des niveaux d'incertitude de mesures inégaux alors que les paliers en question étaient stables On peut s'interroger sur les raisons de cette différence (influence des changements de filtres, des conditions ambiantes de pression et température sur les éléments du générateur de particules ?, ...).

Par ailleurs, on relèvera que pour des concentrations supérieures à 50 μg/m³, aucune des incertitudes de mesures n'est inférieure à 17%.

Pour mémoire on rappellera qu'un exercice similaire réalisé en 2008 avait conduit à un profil de courbe similaire et une estimation de l'incertitude de 19 % (voir Figure 12). Les résultats de 2009 viennent dans une certaine mesure confirmer les observations de 2008.

Il faut également rappeler que le traitement des données qui a conduit à ces résultats repose sur un petit nombre de participants (4), la moindre variation de l'un d'entre eux a donc une répercussion importante sur la population. Nous sommes donc dans des conditions limites pour ce type d'exercice.

# Intercomparaison Creil de octobre 2008 - Polluant PM10 Cste d'intégration TEOM 1800s après test de Grubbs

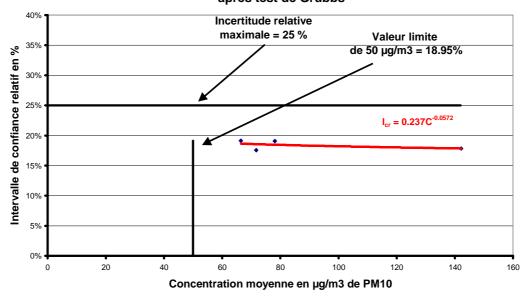
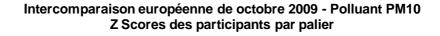
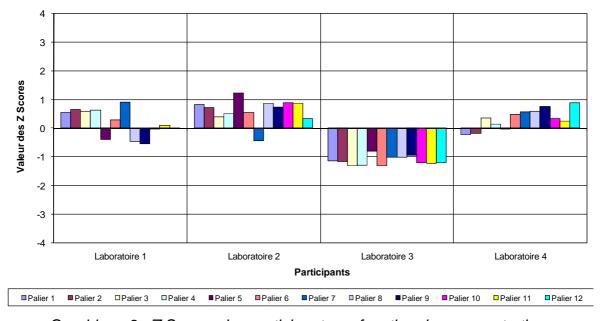


Figure 12 : Evolution de l'incertitude de mesure des analyseurs TEOM (exercice 2008)

### **3.5.3 Z-SCORES**

Le Graphique 3 présente les z-scores obtenus par les différents participants pour chaque palier de concentration après élimination des mesures aberrantes. Les numéros des paliers correspondent à l'ordre chronologique des niveaux de dopages réalisés dans les tableaux de dopage (voir Tableau 3)





Graphique 3: Z Scores des participants en fonction des concentrations

DRC-09-103324-15655A Version Finale Page 23 sur 27

L'ensemble des z-scores se situe entre +2 et -2 ce qui traduit la bonne qualité des mesures PM10 par les participants.

#### 3.5.4 RESULTATS INDIVIDUELS

Les résultats synthétiques de chaque participant sont regroupés en annexe 3 sous forme de tableau présentant :

- Les données quart-horaires retenues pour le traitement statistique,
- Le nombre de données détectées par l'application des tests statistiques de Cochran et Grubbs,
- La moyenne des données par palier de concentration,
- L'écart-type des données,
- Le z-score du participant pour chaque palier de concentration,
- L'intervalle de confiance de répétabilité (en ppb) du participant pour chaque palier de concentration (pour ceux ayant mis en place 2 analyseurs de même type).

### 4. CONCLUSION

Un premier essai européen d'intercomparaison monopolluant portant sur la mesure de particules en continu à l'aide de TEOM 50  $^{\circ}$ C a été réalisé en octobre 2009 sur la station fixe de Creil. Il a réuni 5 participants constituant un parc de 5 TEOM 50  $^{\circ}$ C et un Grimm 180.

Le Grimm 180 n'a pu être retenu pour l'exercice suite aux tests préliminaires qui ont mis en évidence un principe de mesure inadapté au type de particules générées.

Durant l'exercice, un système de dopage de particules développé au préalable par l'INERIS en collaboration avec LNIndustries et permettant une distribution homogène a été mis en œuvre.

En application de la norme ISO 5725-2, les variances de répétabilité, interlaboratoires, et de reproductibilité ont été déterminés pour chaque niveau de concentration. On signalera qu'aucune valeur n'a été éliminée par les tests statistiques de Cochran et Grubbs.

Au global, les résultats de cette intercomparaison permettent de montrer une bonne qualité de mise en œuvre des analyseurs TEOM pour la mesure des PM10.

L'estimation de l'incertitude globale de mesure (IC<sub>R</sub>) du groupe d'analyseurs TEOM 50 °C PM10 en conditions de dopage a été estimée à 23,6 % à la valeur limite journalière, malgré une dispersion importante des données. Il en ressort que la qualité des mesures respecte les exigences de la Directive européenne en terme d'intervalle de confiance (25 %) à la valeur limite journalière. Cette valeur est supérieure à celle obtenue en 2008 (19 %), et peut s'expliquer par le faible nombre de participants et sans doute par l'influence que peuvent avoir les opérations de changement de filtres (beaucoup plus nombreuses qu'en 2008 en raison du plus grand nombre de concentrations générées) sur les mesures. Une attention particulière sera à apporter à ce point lors des prochains exercices, a minima en attendant que les appareils retrouvent leur position relative les uns par rapport aux autres avant de procéder à un palier de dopage.

Les résultats du traitement statistique conduisant aux z-scores pour chaque palier de concentration permettent aux participants de se situer par rapport aux autres participants et à la moyenne générale. L'ensemble des Z-scores est inférieur à +/- 2 ce qui traduit la bonne qualité des mesures.

La modification du dispositif de distribution par un élément hexagonal a permis une distribution réellement équivalente pour chaque enceinte de dopage. Le nouveau ventilateur utilisé pour la dilution des particules apporte plus de souplesse dans le réglage permettant d'atteindre les différentes concentrations données. Pour autant, nous sommes toujours confrontés à quelques imperfections du générateur en terme de répétabilité, de durée de stabilisation qui approche les 2 heures en début de période de dopage, et de sensibilité aux conditions ambiantes de fonctionnement. Les problèmes d'accumulation de dépôts de carbone dans le générateur ont été partiellement résolus par l'ajout d'un flux d'air en sommet de flamme afin d'éjecter les plus grosses particules. Ce flux est toutefois important et nécessitera le remplacement du compresseur d'air non dimensionné pour cet usage.

Courant 2010, le concepteur du prototype du générateur LNIndustries procédera également au contrôle de l'ensemble des éléments fluidiques et proposera leur l'intégration dans un boitier de protection ce qui devrait améliorer la stabilité et la répétabilité des dopages.

Afin de lever toute ambiguïté concernant la granulométrie des particules générées, des essais complémentaires ont été programmés en fin d'année, en remplacement d'une intercomparaison PM10 prévue au niveau national mais qui a dû être annulée suite aux nombreux désistements que nous avons reçu de la part des AASQA.

Ces essais visaient à caractériser la granulométrie des particules en fonction du réglage des conditions de fonctionnement du générateur de particules et à comparer le comportement de différents appareils. Pour ce faire, nous avons placé en parallèle un TEOM 50 ℃, un TEOM FDMS, un Grimm 180 et un granulomètre laser APS. Les résultats de ces essais seront diffusés courant 2010.

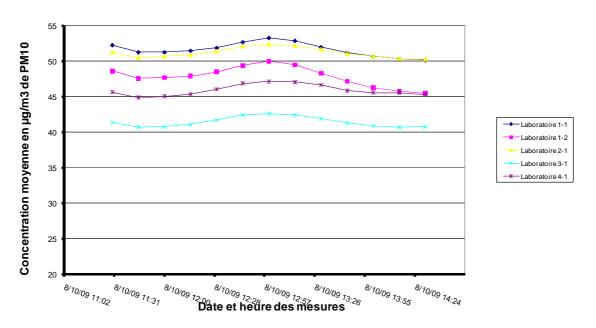
# 5. <u>LISTE DES ANNEXES</u>

Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 1	Courbes de suivi temporel	6
Annexe 2	Traitement statistique des données	3
Annexe 3	Résultats synthétiques par participant	4
Annexe 4	Programme LCSQA 2009	3

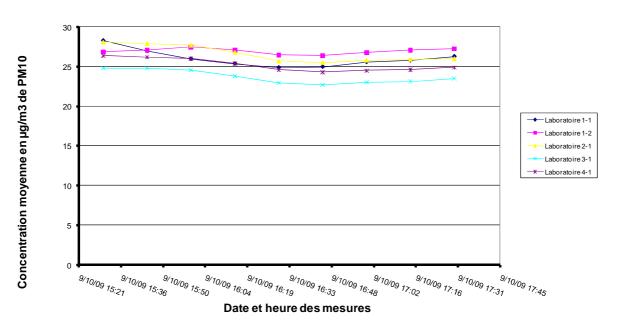
## **ANNEXE 1**

# **COURBES DE SUVI TEMPOREL**

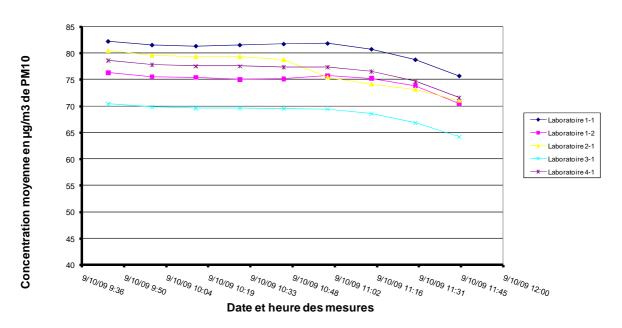
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°1/12



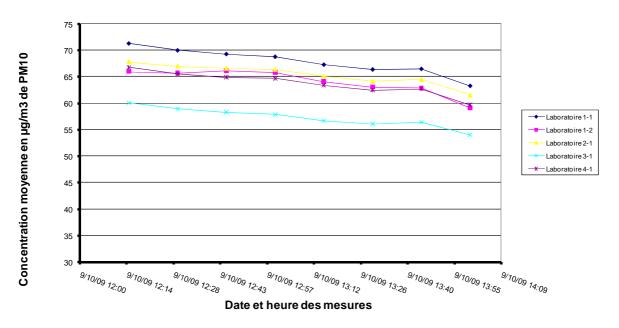
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°2/12



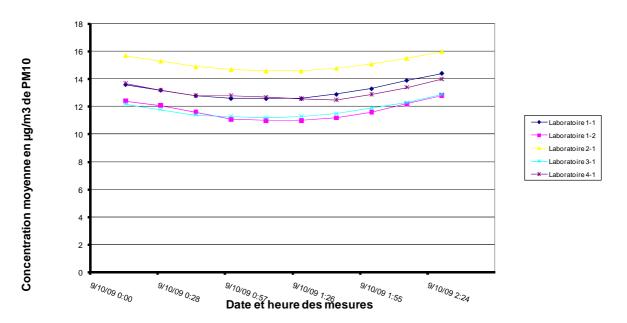
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°3/12



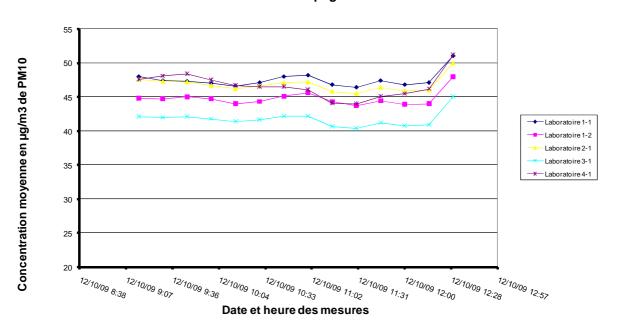
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°4/12



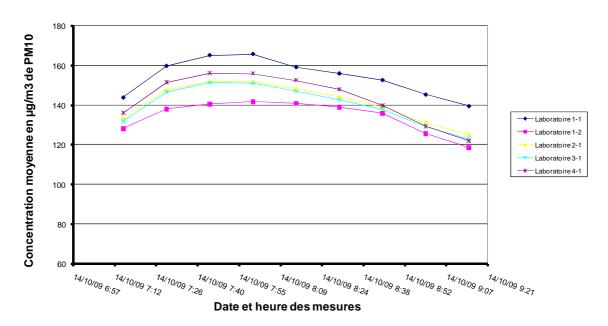
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°5/12



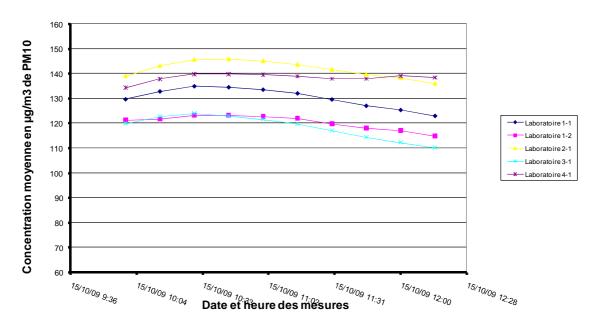
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°6/12



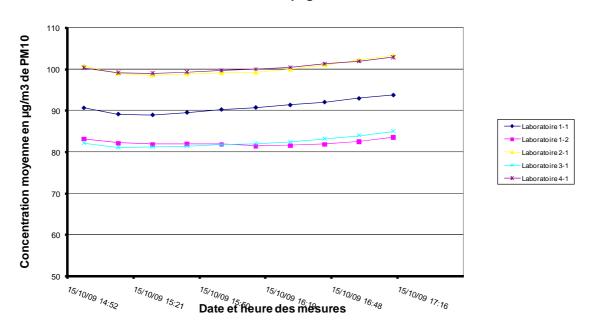
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°7/12



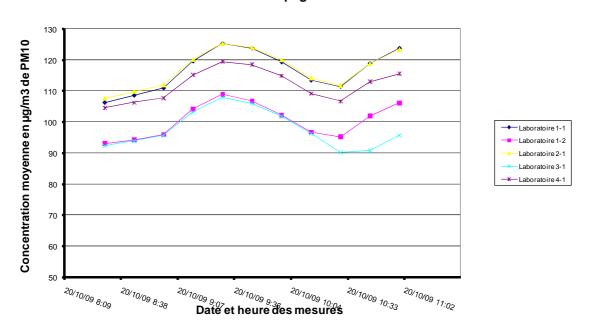
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°8/12



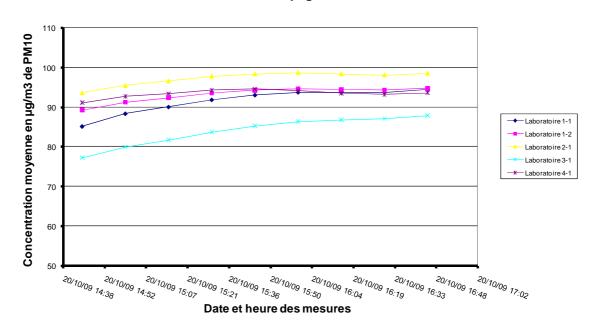
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°9/12



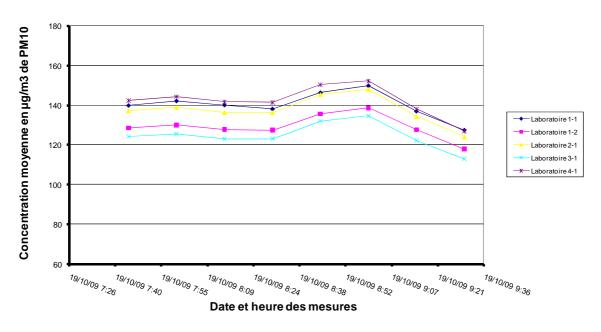
### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°10/12



### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°11/12



### Intercomparaison européenne de octobre 2009 - Polluant PM10 Période de dopage n°12/12



### **ANNEXE 2**

# **DESCRIPTION DE L'ANALYSE STATISTIQUE**

### **ELIMINATION DES VALEURS ABERRANTES**

Dans un premier temps les résultats bruts de chaque participant ont été examinés afin de détecter et éliminer les valeurs quart-horaires aberrants car associées à des dysfonctionnements constatés lors des essais, notamment au début (débit irrégulier nécessitant le remplacement de la pompe, changement de filtres,..).

La configuration des essais ne permettant qu'un appareil par participant, seul le test de Grubbs, testant la justesse des résultats d'un participant (ou laboratoire), a été réalisé. Il consiste en la recherche de valeurs aberrantes conformément à la norme NF ISO 5725-2.

### **TEST DE GRUBBS**

Ce test permet de détecter les valeurs aberrantes en terme de moyenne. Il s'agit donc d'un test de justesse. A partir des moyennes  $X_i$  de la population, classées par ordre croissant, la statistique de Grubbs est calculée pour la plus petite et la plus grande des moyennes ( $X_{min}$  et  $X_{max}$ ):

$$G = \frac{X_{i \max} - \overline{X}}{S}$$

avec  $\overline{X}$  = moyenne des  $X_i$  et S = écart-type sur la population des  $X_i$ 

La valeur G est ensuite comparée aux valeurs données dans les tables :

- Si G ≤ valeur théorique à 5%, le « candidat » est considéré comme correct pour le paramètre étudié.
- Si G > valeur théorique à 5% et si C ≤ valeur théorique à 1%, le « candidat » est considéré comme douteux et est isolé.
- Si G > valeur théorique à 1%, le « candidat » est considéré comme aberrant et est exclu.

Ce test est réalisé de façon itérative, alternativement à l'extrémité haute et à l'extrémité basse de la population, jusqu'à ce qu'aucun résultat aberrant ou douteux ne soit détecté. La moyenne M de la population est construite après élimination des résultats d'analyse douteux et aberrants.

### INTERVALLE DE CONFIANCE DE REPRODUCTIBILITE

Les variances de répétabilité, interlaboratoire, et de reproductibilité (externe) ont été déterminés pour chaque niveau de concentration suivant la norme ISO 5725-2 « Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée » sur l'ensemble des valeurs quart-horaires avant et après élimination des données aberrantes.

L'intervalle de confiance de reproductibilité est obtenu à partir des variances de répétabilité et interlaboratoire :  $S_R^2 = S_r^2 + S_L^2$  avec, notre configuration d'essais,

une variance de répétabilité nulle sauf dans le cas des mesures dans l'air ambiant qui intègre un TEOM supplémentaire, appareil permanent de la station de Creil.

## d'où l'intervalle de confiance externe $I_{CR} = t_{(1-\alpha/2)}$ . $S_{Ri}^2$

avec  $t_{(1-\alpha/2)}$  le fractile de la loi de student à n-1 degré de liberté et ici  $\alpha = 0,05$ 

 $S_{Ri}^2$  la variance de reproductibilité

où 
$$S_{Rj}^2 = S_{rj}^2 + S_{Lj}^2 = S_{Lj}^2$$

 $S_{Lj}^2$  la variance interlaboratoire

où 
$$S_{Lj}^2 = \frac{S_{dj}^2 - S_{rj}^2}{\overline{n_j}}$$

avec 
$$S_{dj}^2 = \frac{1}{p-1} \left[ \sum_{i=1}^p n_{ij} (y_{ij})^2 - (y_j)^2 \sum_{i=1}^p n_{ij} \right]$$

- où i est le nombre de participants variant de 1 à p
- où j est un niveau de concentration
- où p est le nombre de participants
- où  $n_{ij}$  est le nombre de mesures du participant i pour le niveau de concentration j
- $\overline{y_{ij}}$  est la moyenne des mesures du participants i au niveau de concentration j

 $\stackrel{-}{y}_{i}$  la moyenne générale pour un niveau de concentration j

avec 
$$= \sum_{j=1}^{p} n_{ij} \overline{y}_{ij}$$
  
 $\sum_{j=1}^{p} n_{ij}$ 

et le nombre de mesures moyen du niveau de concentration j

$$= n_{j} = \frac{1}{p-1} \left[ \sum_{i=1}^{p} n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^{p} n_{ij}^{2}}{\sum_{i=1}^{p} n_{ij}} \right]$$

### **Z-SCORES**

Le traitement statistique habituel consistant à déterminer les intervalles de confiance de reproductibilité a été complété d'un calcul de z-scores. Le z-score est le critère d'évaluation de la performance d'un candidat le plus souvent utilisé. Dans le traitement des données, il a été déterminé pour chaque participant et chaque palier de polluant à partir de la formule suivante :

$$Z_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{S}$$

où  $\overline{X}$  et S = moyenne et écart-type déterminés pour la population après élimination des valeurs douteuses et aberrantes selon l'algorithme A de la norme ISO 13528.

et  $\overline{X}_i$  = moyenne obtenue par le laboratoire i.

Il est défini au niveau international comme la mesure standardisée du biais de laboratoire. Son interprétation est simple :

- Z<sub>i</sub> < 2 : score satisfaisant.
- $2 \le Z_i \le 3$ : score discutable nécessitant une surveillance ou une action préventive.
- 3 < Z<sub>i</sub>: score insatisfaisant nécessitant une action corrective.

### **ANNEXE 3**

### **RESULTATS SYNTHETIQUES PAR PARTICIPANT**

Palier	Date		avant analyse Mesure 1	avant analyse Mesure 2				dispersion	dû à trop éloignée (Grubbs)	total	Moyenne	Ecart-type	Score Z	ler						
	08/10/2009 1	1:30	52,300	48,600	(Godinan)	(Grubbs)		(Cochran)	(Gruuds)											
	08/10/2009 1		51,300	47,600																
	08/10/2009 1 08/10/2009 1		51,300	47,700 47,900																
	08/10/2009 1		51,500 51,900	48,500																
	08/10/2009 1	2:45	52,700	49,400	0	0	0	0	0	0	49,769	2,267	0,540	5,89						
	08/10/2009 1 08/10/2009 1		53,300 52,900	50,000 49,500		_	Ĭ			•	,	_,	,	-,						
	08/10/2009 1	3:30	52,000	48,300																
	08/10/2009 1 08/10/2009 1		51,200 50,700	47,200 46,300																
donago 1	08/10/2009 1 08/10/2009 1		50,400 50,200	45,800 45,500																
dopage 1	09/10/2009 1	5:30	28,300	26,900																
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		27,000 26,000	27,100 27,500																
	09/10/2009 1	6:15	25,400 24,900	27,100 26,500	_	0 0 0		_	0	0	26,500	0.040	0.647	2.45						
	09/10/2009 1	6:45	25,000	26,400	٥	٠	١	0	0	U	20,500	0,910	0,647	2,15						
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		25,600 25,800	26,800 27,100																
dopage 2	09/10/2009 1	7:30	26,300	27,300																
	09/10/2009 0 09/10/2009 1		82,300 81,600	76,400 75,600																
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		81,400 81,600	75,500 75,100																
	09/10/2009 1	0:45	81,800	75,200	0	0	0	0	0	0	77,733	3,549	0,578	9,56						
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		81,900 80.800	75,800 75,300																
	09/10/2009 1	1:30	78,800	73,900																
dopage 3	09/10/2009 1 09/10/2009 1		75,700 71,300	70,500 66,000																
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		70,000 69.300	65,700 66,200																
	09/10/2009 1	3:00	68,800	65,800	0	0	0	0	0	0	65.988	3.073	0.635	6,39						
	09/10/2009 1 09/10/2009 1		67,300 66,400	64,100 63,100	•				"	٠	00,500	0,010	0,000	0,00						
4	09/10/2009 1	3:45	66,500	62,900																
dopage 4	09/10/2009 1 09/10/2009 0		63,300 13,600	59,100 12,400																
	09/10/2009 0 09/10/2009 0		13,200 12,800	12,100 11,600																
	09/10/2009 0	1:00	12,600	11,100																
	09/10/2009 0 09/10/2009 0		12,600 12.600	11,000 11,000	0	0	0	0	0 0	0 0		0	0	0	0	0	12,445	0,980	-0,401	2,40
	09/10/2009 0	1:45	12,900	11,200																
	09/10/2009 0 09/10/2009 0		13,300 13,900	11,600 12,200																
dopage 5	09/10/2009 0 12/10/2009 0		14,400 48,000	12,800 44,800																
	12/10/2009 0	9:30	47,400	44,700		0 0														
	12/10/2009 0 12/10/2009 1		47,300 47,000	45,000 44,700																
	12/10/2009 1 12/10/2009 1		46,600 47,100	44,000 44,300																
	12/10/2009 1	0:45	48,000	45,100	0 0		0 0	0	0	0	0	0	0	0	46,132	1,785	0,287	4,24		
	12/10/2009 1 12/10/2009 1		48,200 46,800	45,600 44,300											•	٠	40,102	1,700	-,	4,24
	12/10/2009 1		46,400	43,700								1	1	1	ł					
	12/10/2009 1 12/10/2009 1	2:00	47,400 46,800	44,400 43,900		•														
dopage 6	12/10/2009 1 12/10/2009 1		47,100 51,100	44,000 48,000																
	14/10/2009 0	7:15	143,900	128,400																
	14/10/2009 0 14/10/2009 0	7:45	159,800 165,200	138,100 140,700	0 0	0														
	14/10/2009 0 14/10/2009 0		165,800 159,200	141,900 141,100			0	0	0	0	144,311	13,286	0,899	32,55						
	14/10/2009 0	8:30	156,000	139,100		"	ľ		U	٠	144,511	13,200	0,033	32,30						
	14/10/2009 0 14/10/2009 0		152,700 145,400	136,100 125,900																
dopage 7	14/10/2009 0 15/10/2009 1	9:15	139,600 129,700	118,700 121,400																
	15/10/2009 1	0:15	132,900	121,700																
	15/10/2009 1 15/10/2009 1		135,000 134,600	123,200 123,300																
	15/10/2009 1 15/10/2009 1	1:00	133,600 132,100	122,800	0	0	0	0	0	0	125,360	6,107	-0,455	15,85						
	15/10/2009 1		129,600	119,900							,	,	·							
	15/10/2009 1 15/10/2009 1		127,000 125,300	118,200 117,100																
dopage 8	15/10/2009 1	2:15	122,900	114,900																
	15/10/2009 1 15/10/2009 1	5:15	90,700 89,200	83,200 82,200																
	15/10/2009 1 15/10/2009 1		89,000 89,600	81,900 82,000																
	15/10/2009 1	6:00	90,300	81,900	0	0	0	0	0	0	86,610	4,651	-0,553	14,17						
	15/10/2009 1 15/10/2009 1		90,800 91,400	81,500 81,600	•	•				•		.,	-,	,						
	15/10/2009 1 15/10/2009 1		92,100 93,000	81,900 82,500																
dopage 9	15/10/2009 1	7:15	93,800	83,600																
	20/10/2009 0		106,300 108,600	93,100 94,300																
	20/10/2009 0	9:00	111,000	96,000																
	20/10/2009 0 20/10/2009 0		119,700 125,400	104,200 109,000																
	20/10/2009 0		123,900 119,400	106,800 102,300	0	0	0	0	0	0	108,555	10,173	-0,027	25,32						
	20/10/2009 1	0:15	113,500	96,800																
	20/10/2009 1 20/10/2009 1		111,500 119,000	95,300 102,000																
lopage 10	20/10/2009 1 20/10/2009 1		123,900 85,200	106,200 89,300																
	20/10/2009 1	5:00	88,400	91,300																
	20/10/2009 1 20/10/2009 1		90,100 91,900	92,400 93,600																
	20/10/2009 1	5:45	93,100	94,300	0	0	0	0	0	0	92,433	2,647	0,102	3,28						
	20/10/2009 1 20/10/2009 1		93,800 93,800	94,700 94,500																
longes 44	20/10/2009 1	6:30	93,800	94,300																
lopage 11	20/10/2009 1 19/10/2009 0	7:45	94,500 139,900	94,800 128,600																
	19/10/2009 0 19/10/2009 0		142,200 140,100	130,100 127,800																
			138,100	127,500	0	0	0	0	0	0	134,694	8,410	-0,020	18,24						
	19/10/2009 0		440 111						•	•										
		8:45	146,400 149,900 137,000	135,800 138,800							,		<i>'</i>	,						

				exclusions			d'isolés		Hors e	exclus	
Palier	Date	avant analyse Mesure 1	dû à la dispersion	dû à trop éloignée	total	dû à la dispersion	dû à trop éloignée	total	Moyenne	Ecart-type	Score Z
	08/10/2009 11:30	51,300	(Cochran)	(Grubbs)		(Cochran)	(Grubbs)				
	08/10/2009 11:45	50,500									
	08/10/2009 12:00 08/10/2009 12:15	50,700 50,900	-								
	08/10/2009 12:15	51,400									
	08/10/2009 12:45	52,100 52,400	0	0	0	0	0	0	51,208	0,712	0,830
	08/10/2009 13:00 08/10/2009 13:15	52,200	1								
	08/10/2009 13:30 08/10/2009 13:45	51,700 51,100	}								
	08/10/2009 14:00 08/10/2009 14:15	50,700 50,400	1								
dopage 1	08/10/2009 14:30 09/10/2009 15:30	50,300 28,100									
	09/10/2009 15:45 09/10/2009 16:00	27,900 27,700	1								
	09/10/2009 16:15	26,800								4.040	
	09/10/2009 16:30 09/10/2009 16:45	25,700 25,500	0	0	0	0	0	0	26,600	1,043	0,712
	09/10/2009 17:00 09/10/2009 17:15	25,800 25,900									
dopage 2	09/10/2009 17:30 09/10/2009 09:45	26,000 80,500									
	09/10/2009 10:00 09/10/2009 10:15	79,600 79,400	1								
	09/10/2009 10:30	79,400	0	_	_		0	_	76.056	2 400	0.204
	09/10/2009 10:45 09/10/2009 11:00	78,800 75,500	°	0	0	0	٠	0	76,856	3,408	0,394
	09/10/2009 11:15 09/10/2009 11:30	74,200 73,200									
dopage 3	09/10/2009 11:45 09/10/2009 12:15	71,100 67,800									
	09/10/2009 12:30 09/10/2009 12:45	67,000 66,600	1								
	09/10/2009 13:00	66,400	0	0	0	0	0	0	65,400	1,984	0,505
	09/10/2009 13:15 09/10/2009 13:30	65,100 64,200							, , , , , ,	, , , , , ,	,
dopage 4	09/10/2009 13:45 09/10/2009 14:00	64,500 61,600									
	09/10/2009 00:15 09/10/2009 00:30	15,700 15,300									
	09/10/2009 00:45 09/10/2009 01:00	14,900 14,700	1								
	09/10/2009 01:15 09/10/2009 01:30	14,600	0	0	0	0	0	0	15,120	0,489	1,233
	09/10/2009 01:45	14,800	1						· 1	,	,
	09/10/2009 02:00 09/10/2009 02:15	15,100 15,500	}								
dopage 5	09/10/2009 02:30 12/10/2009 09:15	16,000 47,600									
	12/10/2009 09:30 12/10/2009 09:45	47,300 47,200	]								
	12/10/2009 10:00 12/10/2009 10:15	46,700 46,200	1								
	12/10/2009 10:30	46,600									
	12/10/2009 10:45 12/10/2009 11:00	47,100 47,200	0	0	0	0	0	0	46,821	1,118	0,539
	12/10/2009 11:15 12/10/2009 11:30	45,800 45,500	}								
	12/10/2009 11:45 12/10/2009 12:00	46,400 45,900									
dopage 6	12/10/2009 12:15 12/10/2009 12:30	46,000 50,000	1								
dopage o	14/10/2009 07:15 14/10/2009 07:30	133,400 147,800									
	14/10/2009 07:45	152,000									
	14/10/2009 08:00 14/10/2009 08:15	151,600 148,200	0	0	0	0	0	0	141,422	9,678	-0,448
	14/10/2009 08:30 14/10/2009 08:45	144,300 139,200									
dopage 7	14/10/2009 09:00 14/10/2009 09:15	131,100 125,200	]								
	15/10/2009 10:00 15/10/2009 10:15	139,100 143,300									
	15/10/2009 10:30	145,700									
	15/10/2009 10:45 15/10/2009 11:00	145,900 145,100	0	0	0	0	0	0	141,880	3,400	0,871
	15/10/2009 11:15 15/10/2009 11:30	143,700 141,700	"		ľ		•	"	141,000	3,400	0,071
	15/10/2009 11:45 15/10/2009 12:00	139,800 138,400	]								
dopage 8	15/10/2009 12:15 15/10/2009 15:00	136,100 100,800									
	15/10/2009 15:15	99,000									
	15/10/2009 15:30 15/10/2009 15:45	98,600 98,900									
	15/10/2009 16:00 15/10/2009 16:15	99,200 99,300	0	0	0	0	0	0	100,260	1,610	0,742
	15/10/2009 16:30 15/10/2009 16:45	100,000 101,100									
dopage 9	15/10/2009 17:00 15/10/2009 17:15	102,300 103,400	1								
dopage 5	20/10/2009 08:30	107,700									
	20/10/2009 08:45 20/10/2009 09:00	109,900 112,000	1								
	20/10/2009 09:15 20/10/2009 09:30	120,200 125,400									
	20/10/2009 09:45 20/10/2009 10:00	124,100 120,100	0	0	0	0	0	0	117,073	6,192	0,888
	20/10/2009 10:15 20/10/2009 10:30	114,200 111,800	1								
d 40	20/10/2009 10:45	118,900	1								
dopage 10	20/10/2009 11:00 20/10/2009 14:45	123,500 93,700									
	20/10/2009 15:00 20/10/2009 15:15	95,500 96,600									
	20/10/2009 15:30 20/10/2009 15:45	97,800 98,400	0	0	0	0	0	0	97,300	1,710	0,871
	20/10/2009 16:00 20/10/2009 16:15	98,700 98,400								,	
dopage 11	20/10/2009 16:30 20/10/2009 16:45	98,100 98,500	1								
aopage 11	19/10/2009 07:45	137,200									
	19/10/2009 08:00 19/10/2009 08:15	139,000 136,400									
	19/10/2009 08:30 19/10/2009 08:45	136,400 145,500	0	0	0	0	0	0	137,625	7,231	0,330
	19/10/2009 09:00 19/10/2009 09:15	148,000 134,300	-								
dopage 12	19/10/2009 09:30	124,200							l		

08/10/2009 11-36   41-400   (Cochram)   (Cochram)   (Cochram)   (Grubbe)	0,696 -1,14 0,849 -1,17 1,988 -1,3
GBRIG2099 11-30	1,988 -1,3°
08/10/2009 12:00	1,988 -1,3°
08/10/2009 12:16	1,988 -1,3°
08/10/2009 13:00   42.500   0   0   0   0   0   0   0   0   41,438   0   08/10/2009 13:00   42.500   08/10/2009 13:30   41.900   08/10/2009 14:30   41.900   08/10/2009 14:30   41.900   08/10/2009 14:30   40.900   08/10/2009 15:43   24.800   08/10/2009 15:43   24.800   08/10/2009 15:43   24.800   08/10/2009 16:45   23.300   08/10/2009 16:45   23.300   08/10/2009 16:45   22.700   08/10/2009 16:45   22.700   08/10/2009 16:45   22.700   08/10/2009 16:45   22.700   08/10/2009 17:5   23.100   08/10/2009 17:5   23.100   08/10/2009 17:5   23.500   08/10/2009 17:5   23.500   08/10/2009 17:5   59.700   08/10/2009 17:5   59.700   08/10/2009 17:5   69.700   08/10/2009 17:5   69.500   08/10/2009 17	1,988 -1,3°
08/10/2009 13:30	1,988 -1,3°
08/10/2009 14:30	1,988 -1,3°
Compage 1   Compage 1   Compage 2   Compage 3   Compage 4   Compage 4   Compage 4   Compage 4   Compage 5   Compage 5   Compage 6   Compage 6   Compage 6   Compage 6   Compage 6   Compage 7   Comp	1,988 -1,3°
OBM   CORD   14   15	1,988 -1,3°
094102009 15:30	1,988 -1,3°
094102009 16:00	1,988 -1,3°
Ognicion 16:30   22:300   Ognicion 17:30   Ognicion 17:	1,988 -1,3°
dopage 2	1,900 -1,28
dopage 2	1,900 -1,28
091/02009 91-05 69 370 0 091/02009 10-15 69 700 0 091/02009 10-35 69 700 0 091/02009 10-35 69 700 0 091/02009 10-35 69 500 0 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 500 0 091/02009 11-35 68 700 0 0 0 0 0 0 0 57,300 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 13-35 68 700 0 091/02009 00-15 12-200 0 091/02009 00-15 11-200 0 091/02009 00-15 11-200 0 091/02009 01-35 11-200 0	1,900 -1,28
09/10/2009 10:45	1,900 -1,28
09/10/2009 11-15	1,900 -1,28
Og910/2009 11-35   G6.50	
dopage 3	
09/10/2009 12:45	
09/10/2009 12-45	
09/10/2009 13:45 55 700 0 0 0 0 0 0 0 0 11,780 0 0 0 0 0 0 11,780 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	
dopage 4   09/10/2009 11/0   54 000   09/10/2009 00:15   12/200   09/10/2009 00:15   12/200   09/10/2009 00:15   12/200   09/10/2009 00:15   11/200   09/10/2009 00:10   11/200   09/10/2009 01:00   11/200   09/10/2009 01:00   11/200   09/10/2009 01:00   11/200   09/10/2009 01:00   11/200   09/10/2009 01:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   11/200   09/10/2009 02:00   12/200   11/2000   12/2000   11/2000   12/2000   11/2000	0,551 -0,80
09/10/2009 00:15 12/200   09/10/2009 00:45 11.400   09/10/2009 01:45 11.200   09/10/2009 01:45 11.200   09/10/2009 01:30 11.300   09/10/2009 01:30 11.300   09/10/2009 01:30 11.300   09/10/2009 01:30 11.300   09/10/2009 02:00 11.300   09/10/2009 02:00 11.900   09/10/2009 02:00 12.900   12/10/2009 02:30 12.900   12/10/2009 09:30 12.900   12/10/2009 09:30 12.900   12/10/2009 10:15 12.100   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 10:15 11.500   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000   12/10/2009 11.15 10.0000    12/10/2009 11.15 10.0000    12/10/2009 11.15 10.0000	0,551 -0,80
09/10/2009 01-45	0,551 -0,80
09/10/2009 01:15	0,551 -0,81
09/10/2009 01:30	U,331 -U,81
09/10/2009 02:00 11:900	
dopage 5	
12710209 99 30	
12/10/2009 10:00	
12/10/2009 10:30	
12/10/2009 11:00	
12/10/2009 11:30	1,141 -1,3
12/10/2009 12:00	
12/10/2009 12:15	
14/10/2009 07:15 132.000 14/10/2009 07:30 146.700 14/10/2009 07:46 151.500	
14/10/2009 07:45 151,500	
14/10/2009 08:00 151,200 14/10/2009 08:15 147,100 0 0 0 0 0 140,222 10	0,130 -1,00
14/10/2009 08:30 142,800 14/10/2009 08:45 138,000	
14/10/2009 09:00 129,500 dopage 7 14/10/2009 09:15 123,200	
15/10/2009 10:00 119,900 15/10/2009 10:15 122.800	
15/10/2009 10:30 124,000 15/10/2009 10:45 123,000	
15/10/2009 11:00 121 500	4,858 -1,00
15/10/2009 11:30 117,000	
15/10/2009 11:45	
dopage 8 15/10/2009 12:15 110,100 15/10/2009 15:00 82,200	
15/10/2009 15:15 81,100 15/10/2009 15:30 81,200	
15/10/2009 15:45 81,400 15/10/2009 16:00 81,800 0 0 0 0 0 83,420	1 275
15/10/2009 16:15 82,000 0 0 0 0 0 82,430 15/10/2009 16:30 82,400	1,275 -0,94
15/10/2009 16:45 83:200 15/10/2009 17:00 84:000	
dopage 9 15/10/2009 17:15 85,000	
20/10/2009 08:30 92,400 20/10/2009 08:45 94,000	
20/10/2009 09:00 95,700 20/10/2009 09:15 103,300	
20/10/2009 09:30	6,171 -1,19
20/10/2009 10:00 101,900 20/10/2009 10:15 96,300	
20/10/2009 10:30 90,200 20/10/2009 10:45 90,800	
dopage 10 20/10/2009 14:45 77,300	
20/10/2009 15:00 80,000	
20/10/2009 15:15 81,800 20/10/2009 15:30 83,800 20/10/2009 15:30 83,800	2 620
20/10/2009 16:00 86,300	3,630 -1,22
20/10/2009 16:15 86.800 20/10/2009 16:30 87,100	
dopage 11 20/10/2009 16:45 87,900 19/10/2009 07:45 124,400	1
19/10/2009 08:00 125,600 19/10/2009 08:15 123,100	
40/40/2000 09:20 422:200	
13/10/2003 06:43 132,100	6,601 -1,19
19/10/2009 09:00	5,601 -1,19

			Nh d'	exclusions		Nh	d'isolés		Hors e	velus	
Palier	Date	avant analyse Mesure 1	dû à la dispersion (Cochran)	dû à trop éloignée (Grubbs)		dû à la	dû à trop	total	Moyenne	Ecart-type	Score Z
	08/10/2009 11:30	45,700	(	(2.2.2.2)		(2222)	(2.2.2.2)				
	08/10/2009 11:45	44,900									
	08/10/2009 12:00 08/10/2009 12:15	45,100 45,400									
	08/10/2009 12:30	46,100									
	08/10/2009 12:45	46,900	0	0	0	0	0	0	45,962	0,776	-0,228
	08/10/2009 13:00 08/10/2009 13:15	47,200 47,100							,	,	
	08/10/2009 13:30	46,700									
	08/10/2009 13:45 08/10/2009 14:00	45,900 45,600									
dopage 1	08/10/2009 14:15 08/10/2009 14:30	45,600 45,300									
dopago i	09/10/2009 15:30	26,400									
	09/10/2009 15:45 09/10/2009 16:00	26,200 26,000									
	09/10/2009 16:15 09/10/2009 16:30	25,400 24,600	0	0	0	0	0	0	25,211	0,808	-0,187
	09/10/2009 16:45	24,300	١	"	١,	U	"	۰	23,211	0,000	-0,167
	09/10/2009 17:00 09/10/2009 17:15	24,500 24,600									
dopage 2	09/10/2009 17:30 09/10/2009 09:45	24,900 78,700									
	09/10/2009 10:00	77,900									
	09/10/2009 10:15 09/10/2009 10:30	77,600 77,600									
	09/10/2009 10:45	77,400	0	0	0	0	0	0	76,611	2,179	0,342
	09/10/2009 11:00 09/10/2009 11:15	77,400 76,600									
dopage 3	09/10/2009 11:30 09/10/2009 11:45	74,700 71,600									
uopage 5	09/10/2009 12:15	66,800									
	09/10/2009 12:30 09/10/2009 12:45	65,500 64,900									
	09/10/2009 13:00	64,700 63,400	0	0	0	0	0	0	63,775	2,197	0,146
	09/10/2009 13:30	62,500							,	,	
dopage 4	09/10/2009 13:45 09/10/2009 14:00	62,700 59,700									
	09/10/2009 00:15	13,700									
	09/10/2009 00:30 09/10/2009 00:45	13,200 12,800									
	09/10/2009 01:00 09/10/2009 01:15	12,800 12,700	_	_	_	_	_				
	09/10/2009 01:30	12,600	0	0	0	0	0	0	13,060	0,499	-0,025
	09/10/2009 01:45 09/10/2009 02:00	12,500 12,900									
dopage 5	09/10/2009 02:15 09/10/2009 02:30	13,400 14,000									
aopago c	12/10/2009 09:15	47,600									
	12/10/2009 09:30 12/10/2009 09:45	48,100 48,400									
	12/10/2009 10:00 12/10/2009 10:15	47,500 46,700									
	12/10/2009 10:30	46,500									
	12/10/2009 10:45 12/10/2009 11:00	46,500 46,100	0	0	0	0	0	0	46,679	1,866	0,487
	12/10/2009 11:15 12/10/2009 11:30	44,100 44,000									
	12/10/2009 11:45 12/10/2009 12:00	45,100 45,500									
	12/10/2009 12:15	46,200									
dopage 6	12/10/2009 12:30 14/10/2009 07:15	51,200 136,200									
	14/10/2009 07:30 14/10/2009 07:45	151,600 156,200									
	14/10/2009 08:00	156,000	_	_		_	_				
	14/10/2009 08:15 14/10/2009 08:30	152,600 148,000	0	0	0	0	0	0	143,578	12,276	0,557
	14/10/2009 08:45 14/10/2009 09:00	140,000 129,500									
dopage 7	14/10/2009 09:15	122,100									
	15/10/2009 10:00 15/10/2009 10:15	134,300 137,900									
	15/10/2009 10:30 15/10/2009 10:45	139,800 139,900									
	15/10/2009 11:00	139,600	0	0	0	0	0	0	138,410	1,629	0,592
	15/10/2009 11:15 15/10/2009 11:30	139,000 138,000	_	-	_	_	-	-	,	.,	,
	15/10/2009 11:45 15/10/2009 12:00	138,000 139,100									
dopage 8	15/10/2009 12:15	138,500									
	15/10/2009 15:00 15/10/2009 15:15	100,400 99,200									
	15/10/2009 15:30 15/10/2009 15:45	99,000 99,300									
	15/10/2009 16:00 15/10/2009 16:15	99,700	0	0	0	0	0	0	100,450	1,315	0,760
	15/10/2009 16:30	100,500							,	,	•
	15/10/2009 16:45 15/10/2009 17:00	101,400 102,000									
dopage 9	15/10/2009 17:15 20/10/2009 08:30	103,000 104,600									
	20/10/2009 08:45	106,300									
	20/10/2009 09:00 20/10/2009 09:15	107,800 115,200									
	20/10/2009 09:30 20/10/2009 09:45	119,500 118,500	0	0	0	0	0	0	111,927	5,207	0,335
	20/10/2009 10:00	114,900	ľ	"	"		"	١	111,527	3,201	0,555
	20/10/2009 10:15 20/10/2009 10:30	109,200 106,700									
dopage 10	20/10/2009 10:45 20/10/2009 11:00	113,000 115,500									
aopage 10	20/10/2009 14:45	91,100									
	20/10/2009 15:00 20/10/2009 15:15	92,700 93,400									
	20/10/2009 15:30 20/10/2009 15:45	94,300 94.600	0	0	0	0	0	0	93,389	1,037	0,253
	20/10/2009 16:00	94,100			້			້	55,559	.,007	3,200
	20/10/2009 16:15 20/10/2009 16:30	93,500 93,200									
dopage 11	20/10/2009 16:45 19/10/2009 07:45	93,600 142,500									
	19/10/2009 08:00	144,500									
	19/10/2009 08:15 19/10/2009 08:30	141,900 141,500	0	0	0	0	0	0	142,300	7,807	0,888
	19/10/2009 08:45 19/10/2009 09:00	150,500 152,400	"	"	"	U	"	"	172,300	7,007	0,300
donage 12	19/10/2009 09:15	138,100 127,000									
dopage 12	19/10/2009 09:30	121,000					1		1		

## **ANNEXE 4**

# FICHE PROGRAMME LCSQA

### **THEME 1 : Métrologie - Assurance qualité**

### Etude n°1/6: Intercomparaison des stations de mes ures

Responsable de l'étude : INERIS

#### **Objectif**

Les directives européennes sur la qualité de l'air ambiant demandent à ce que les mesures soient réalisées avec une incertitude limitée. Il est donc essentiel pour les AASQA de disposer d'outils leur permettant de déterminer l'incertitude de mesure.

L'INERIS a développé ces outils et organise des campagnes sur sites afin de caractériser le niveau des incertitudes de mesures.

### Contexte et travaux antérieurs

Comme dans d'autres domaines, il apparaît nécessaire de mener en parallèle et de manière concertée :

- Une approche par combinaison des incertitudes (dite méthode GUM) basée sur la détermination des facteurs qui participent à l'incertitude de mesure (exemple des mélanges pour étalonnage, des dérives d'appareil, des interférences etc.).
- Une approche basée sur l'expérimentation directe par intercomparaison de plusieurs moyens d'analyse opérant en parallèle (arrêté du 19 mars 2003 ; Article 8).

Il est donc nécessaire de procéder à des intercomparaisons des moyens de mesure mis en œuvre par les AASQA afin de quantifier les écarts possibles entre stations, sur la base d'un échantillonnage restreint, et de comparer ces écarts aux exigences de la directive, et détecter des problèmes éventuels. Une telle opération réalisée périodiquement permet de détecter d'éventuelles dérives de qualité de mesure.

Dans ce cadre, trois types d'exercices complémentaires ont été retenus (cf. rapport de synthèse LCSQA de novembre 2004), développés et optimisés, au cours des dernières années, en particulier avec la mise en œuvre systématique d'un système de dopage de l'air ambiant :

• Exercice interlaboratoire multipolluants: Il s'agit d'une intercomparaison de groupe des moyens mobiles 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 (reproductibilité 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 d'intercomparer leurs résultats sur

l'ensemble de la chaîne de mesure (de la tête de prélèvement à l'acquisition), y compris les procédures de contrôle. Il a permis, en particulier, de mettre en évidence un certain nombre de dysfonctionnements non décelés lors des maintenances préventives.

- Exercice interlaboratoire monopolluant: Cet exercice, dont les objectifs sont identiques, est réalisé en collaboration avec Atmo Picardie sur une station fixe dédiée (Atmo-Picardie/Creil). Chaque intercomparaison se concentre sur un polluant et ne concerne que les appareils de mesure, déplacés et mis en œuvre sur une station pour l'exercice, mais présente l'intérêt d'être plus léger de mise en œuvre pour les AASQA concernées, et peut donc se dérouler sur une plus longue période. Le doublement des appareils pour chaque participant permet, également, de déterminer la répétabilité intralaboratoire.
- Intercomparaison 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 mesurage et donc être comparée 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/bilan sur la base d'un échantillon représentatif de stations fixes étudiées.

#### Le programme 2008 a consisté en :

- une campagne d'intercomparaison des moyens mobiles nationaux avec dopage multipolluant (NO<sub>x</sub>, O<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, CO) de l'air ambiant réalisée en collaboration avec Atmo Poitou-Charentes. Les participants étaient Lig'Air, Air Pays de Loire, AIRAQ, AIRPARIF, AirBreizh. Le programme d'essais a mis l'accent sur la qualité des contrôles préliminaires chez les participants (phases d'étalonnage des analyseurs et de circulation des gaz en aveugle) avant la mise en œuvre des dopages avec notamment la recherche systématique de fuites dans les connexions fluidiques et la stabilité de la réponse des analyseurs. Ces contrôles ont permis d'améliorer sensiblement les écarts initiaux entre participants par rapports aux exercices précédents. Le traitement statistique des données a permis de déterminer l'incertitude de mesure collective par polluant et au Z-score de chaque participant (par polluant et niveau de concentration).
- la préparation d'une nouvelle campagne d'intercomparaison des moyens mobiles européens avec dopage multipolluant (NO<sub>x</sub>, O<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, CO) de l'air ambiant, qui aura lieu au 1<sup>er</sup> semestre 2009 sur le site de l'INERIS.
- un exercice interlaboratoire monopolluant, organisé en collaboration avec Atmo-Picardie sur la station dédiée de Creil. Les participants étaient Atmo-Nord/Pas de Calais, Lig'Air, AirNormand, Qualit'Air Corse. Il a porté sur la mesure des PM10 à l'aide de TEOM 50℃ et a mis en œuvre le dispositif de dopage développé spécifiquement pour ces essais. Cet exercice constituait également une phase de contrôle de la faisabilité du dopage in situ à l'aide des procédés de génération et de distribution retenus. Bien qu'en cours de développement, il a permis le dopage simultané de 6 têtes PM10. Le traitement des données a été effectué sur les moyennes quart-horaires au lieu des moyennes horaires.
- une intercomparaison 2 à 2 « moyen mobile de référence INERIS station fixe » avec dopage multipolluant sur une station gérée par ESPOL. Cette station avait été

examinée en 2006 et nécessitait quelques modifications pour respecter les exigences des normes européennes. La campagne 2008 a donc consisté à vérifier les améliorations apportées à la configuration de la station. Il a été observé lors de la phase de contrôles préliminaires des écarts entre analyseurs de constructeurs différents qui semblent avoir une sensibilité variable à l'humidité de l'échantillon.

Le programme des prochaines interventions établi jusqu'en 2010 a été diffusé, avec les sites d'AirNormand en 2009 et de l'ASQAB en 2010.

La mise sous assurance qualité de l'exercice d'intercomparaison de moyens mobiles s'est poursuivie. Le dépôt du dossier de demande d'accréditation COFRAC « organisation d'essais interlaboratoires » est planifié pour le début 2009.

### Travaux proposés pour 2009

Les AASQA seront de nouveau contactées afin de constituer le planning d'organisation des exercices à l'horizon 2013 ce qui permettra d'une part, à l'ensemble des AASQA de participer à un exercice d'intercomparaison de moyens mobiles, et d'autre part, aux AASQA volontaires pour accueillir ces exercices, de préparer leurs contributions.

Le programme 2009 sera constitué par :

- une campagne d'intercomparaison des moyens mobiles nationaux avec dopage multipolluant de l'air ambiant. Elle sera réalisée en collaboration avec AirNormand du 26 mars au 3 avril 2009 sur le site de Rouen. Le programme d'essais intégrera les améliorations mise en place lors de l'exercice 2008 (intégration des zéro-réf, circulation en aveugle de 2 concentrations de gaz,...). Le traitement statistique des données conduira à l'incertitude de mesure collective par polluant et au Z-score de chaque participant (par polluant et niveau de concentration).
- l'organisation en juin 2009 d'une campagne européenne d'intercomparaison des moyens mobiles. En effet, bon nombre de nos homologues qui étaient indisponibles lors de la première organisation en 2007 (VMM, Suisse, RIVM,...) ont manifesté le souhait de participer à une autre édition. Cette campagne sera réalisée sur le site de l'INERIS, qui accueillera ses homologues européens et quelques représentants français afin de constituer un panel de participants européens et de croiser au maximum les savoir-faire de tous. Notons qu'un nombre de participants minimal est nécessaire pour un traitement statistique robuste. A cette occasion, l'INERIS assurera le rapatriement et la centralisation des données. Le traitement statistique mis en œuvre (selon ISO 5725-2 et ISO 13528) sera identique à celui de l'exercice national.
- un nouvel exercice interlaboratoire monopolluant organisé en collaboration avec Atmo-Picardie sur la station dédiée de Creil, avec dopage d'air ambiant en PM. Cette campagne sera effectuée en utilisant une version du système de dopage améliorée.

une intercomparaison 2 à 2 « moyen mobile de référence – station fixe » avec dopage multipolluant sur une station fixe d'AirNormand. Au delà de la vérification du respect des exigences de la Directive et des normes européennes, cette campagne permettra, comme lors des exercices précédents, d'examiner l'influence des lignes de prélèvements sur la qualité des mesures (encrassement des lignes par le nettoyage des lignes en cours d'exercice par exemple).