HAL
open science

Campagnes de validation des normes CEN

Rémi Perret

To cite this version:

Rémi Perret. Campagnes de validation des normes CEN. Colloque AFITE "Mesures des gaz polluants à l'émission et dans l'atmosphère : tous d'accord en Europe ?", Oct 1997, Paris, France. ineris-00972111

HAL Id: ineris-00972111

https://ineris.hal.science/ineris-00972111v1

Submitted on 3 Apr 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CAMPAGNES DE VALIDATION DES NORMES CEN

Rémi PERRET

Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques

Direction Essais et Recherches

1 - INTRODUCTION.

Lors de la préparation de la directive européenne concernant l'incinération de déchets dangereux, il est apparu que la fixation de valeurs limites de rejets à l'atmosphère très basses n'avait de sens que si, parallèlement, des techniques de mesures fiables et harmonisées au plan européen étaient disponibles. Ceci a conduit à la création en 1991 du Comité technique CEN TC 264 "Qualité de l'air", dont plusieurs groupes de travail ont été mandatés par la DG XI pour rédiger les normes de mesure nécessaires à l'application de directives européennes.

Il s'agit notamment de normaliser des "méthodes de référence" :

- en précisant les exigences de mise en oeuvre indispensables à la qualité de la mesure, de manière à garantir l'homogénéité des résultats obtenus par différents intervenants dans différents pays,

- en précisant les caractéristiques de performance de la méthode, notamment les limites de détection, la répétabilité et la reproductibilité des résultats qui peuvent être obtenus en appliquant strictement les indications de la norme.

Ce dernier point est considéré comme fondamental, car la connaissance de l'incertitude associée à un résultat de mesure est indispensable pour éviter des litiges ou des risques de distorsions de concurrence lors de contrôles réglementaires ou de réceptions d'installations.

Colloque AFITE « Mesures des gaz polluants à l'émission et dans l'atmosphère : tous d'accord en Europe ? », Paris, 1er octobre 1997

2 - ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE.

Il faut reconnaître que, dans le domaine de la qualité de l'air, les normes de mesure nationales ou internationales comportent actuellement très peu d'indications sur l'incertitude de mesure, et notamment sur la reproductibilité (écart maximal, avec une probabilité de 95 %, entre deux mesures exécutées par deux laboratoires différents).

Ces lacunes s'expliquent, évidemment, par les difficultés pratiques et financières d'organisation d'essais interlaboratoires dans ce domaine : la conservation aléatoire des échantillons gazeux impose, en effet, la présence simultanée sur un même site de plusieurs équipes pendant toute la durée des essais, ce qui entraîne des coûts importants.

Sur ce plan, le soutien financier de la DG XI aux groupes de travail du CEN TC 264 a rendu possible une collaboration entre laboratoires de différents pays qui aurait été difficile à envisager autrement.

Il était nécessaire, par ailleurs, de définir des protocoles d'essai et un outil statistique permettant une comparaison suffisamment rigoureuse de séries de résultats : les outils statistiques classiques (ISO 5725) nécessitent, en effet, plusieurs analyses successives du même échantillon, ce qui est irréalisable pour l'analyse d'effluents dont la composition varie dans le temps et qui ne peuvent pas être conservés. Les réflexions menées, au plan français et avec des experts de différents groupes du CEN TC 264, ont permis de définir un outil dérivé de l'ISO 5725, décrit dans la norme française X 43.331 récemment publiée, et basé sur l'exploitation de résultats de séries de mesures successives effectuées en parallèle :

- lorsqu'un même laboratoire réalise n essais successifs au moyen de deux appareillages identiques 1 et 2, l'écart type des différences entre paires de résultats x_1 *et* x_2 caractérise la dispersion de ces résultats :

$$S = \sqrt{\sum (x_1 - x_2)^2 / 2n}$$

Cette dispersion permet au laboratoire de déterminer la répétabilité de ses mesures, notion fondamentale dans le cadre de l'assurance qualité,

- lorsque plusieurs laboratoires réalisent des séries d'essais en parallèle, un traitement statistique similaire permet l'estimation de l'incertitude de la méthode de mesure, qui doit être prise en compte lorsque l'on compare les résultats de mesure aux valeurs limites.

Le cas échéant, le traitement statistique permet également de déterminer l'existence d'écarts significatifs entre deux séries de résultats.

.../...

3 - EXEMPLE D'APPLICATION.

La Directive "Incinération de déchets dangereux" fixe à 10 mg/m^3 la valeur limite de concentration en poussières au rejet à l'atmosphère, et la DG XI a mandaté le CEN TC 264 pour établir une norme de mesure de cette concentration.

Malgré l'expertise importante et ancienne existant sur ce sujet dans de nombreux pays, les travaux du groupe de travail ont rapidement fait apparaître certaines difficultés liées aux faibles concentrations à mesurer :

- nécessité de prendre en compte les dépôts de poussières dans les parties de l'appareillage de prélèvement situées en amont du filtre. Ces dépôts, souvent négligeables lorsque les concentrations à mesurer sont importantes, ne le sont plus lorsque les quantités de poussières prélevées sont très faibles (parfois plus de 80 % du total prélevé),

- difficultés liées à la détermination de très faibles quantités de poussières (quelques milligrammes) par différence entre des pesées de filtres et/ou verreries vierges puis chargées, souvent réalisées à plusieurs jours d'intervalle. Les incertitudes correspondantes sont fréquemment très sous-estimées par les opérateurs et peuvent être fortement réduites en adoptant des protocoles et contrôles de qualité adaptés.

Ces difficultés n'ont pu être mises en évidence qu'après des essais systématiques basés sur les mesures en parallèle décrites plus haut ; elles n'ont été que partiellement résolues avant l'organisation des campagnes interlaboratoires nécessaires à l'estimation de la reproductibilité de la méthode.

De ce fait, ces essais font ressortir des incertitudes élevées (pour des concentrations de 5 mg/m^3, l'intervalle de confiance avec une probabilité de 95 % est voisin de 4 mg/m^3), qui pourraient vraisemblablement être diminuées.

Il apparaît cependant clairement que l'incertitude de la méthode est très supérieure à l'incertitude théorique estimée par des calculs de propagation d'erreur. Ceci montre bien l'intérêt et la nécessité des intercomparaisons, qui devraient jouer un rôle déterminant dans le cadre d'une démarche qualité.

4 - CONCLUSION.

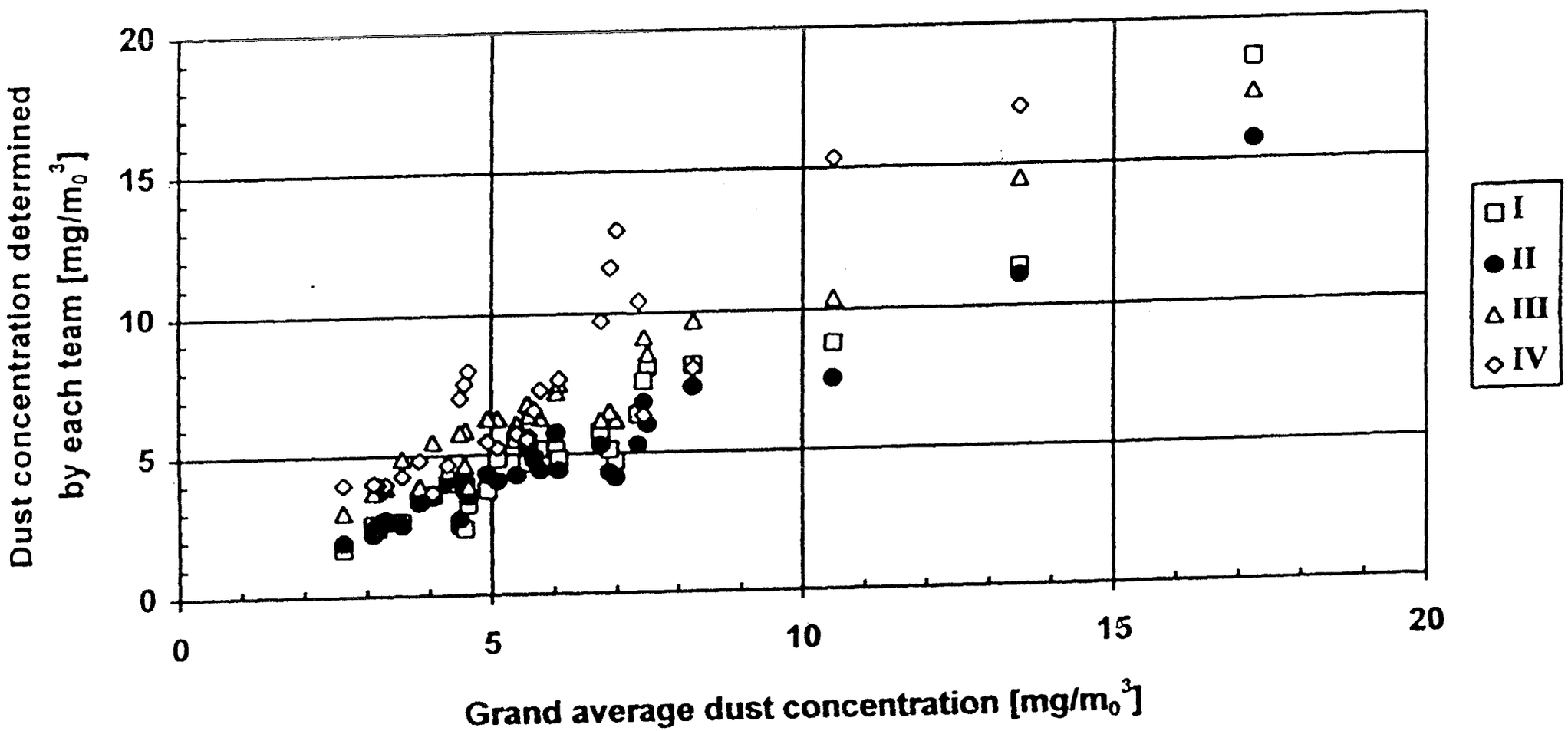
La réalisation d'essais de validation dans le cadre du CEN TC 264 a été un facteur de progrès essentiel, et a permis de dissiper beaucoup d'idées reçues. Elle a également permis de rapprocher des points de vues nationaux parfois très éloignés.

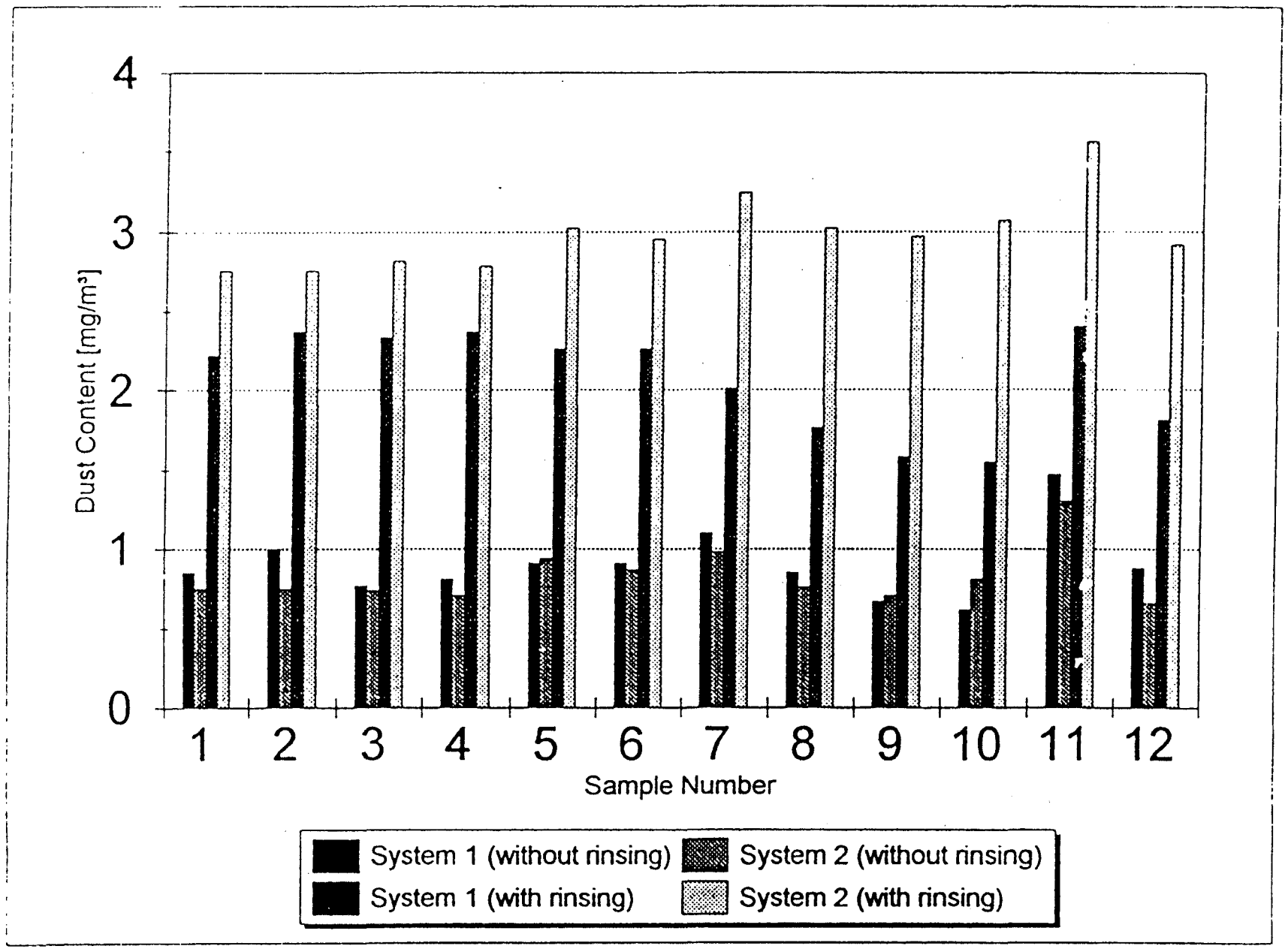
On peut être surpris, dans certains cas, par l'importance des incertitudes de mesure mises en évidence : ceci découle probablement d'une maîtrise encore insuffisante des paramètres d'influence, et montre que les essais de validation sont indispensables à la publication de normes techniquement cohérentes et au développement de la qualité de la mesure.

CEN/TC 264 "Qualité de l'air"

Création : Mars 1991
Président : Jean-François VICARD, LAB S.A. Lyon
Secrétaire : Klaus GREFEN, Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN Düsseldorf

	Titre	Secrétariat	Animateur	Madat U.E.	Statut Octobre 1995
GT 1	Dioxines / Emission	DIN (D)	(D)	oui	3 normes en enquête
GT 2	Odeurs	NNI (NL)	(NL)	-	1 norme en préparation
GT 3	HCl / Emission	AFNOR (F)	(F)	oui	3 normes en enquête
GT 4	C-organique total gazeux / Emission	BSI (UK)	(UK)	oui	1 norme en préparation
GT 5	Poussières/Emission	AFNOR (F)	(F)	oui	1 norme en préparation
GT 6	Poussières inférieures à 10 microns / Air ambiant	DIN (D)	(NL)	oui	1 norme en préparation
GT 7	Emission de substance chimique par les matériaux / Air intérieur	SIS (S)	(S)	-	Début des travaux
GT 8	Mercure total / Emission	NNI (NL)	(NL)	oui	1 norme en préparation
GT 9	Assurance qualité des appareils de mesure automatiques	DS (DK)	(DK)	-	Début des travaux
GT 10	Métaux lourds / Emission (hors mercure)	DIN (D)	(D)	-	Début des travaux
GT 11	Echantilloneurs par diffusion / Air ambiant	NNI (NL)	(UK)	-	Début des travaux


Dust concentration determined by each team [mg/m0 3]
20
15
10
5
0
0
5
10
15
20
Grand average dust concentration [mg/m0 3]
I
II
III
IV


4
3
2
1
0
Dust Content [mg/m³]
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
Sample Number
System 1 (without rinsing)
System 2 (without rinsing)
System 1 (with rinsing)
System 2 (with rinsing)