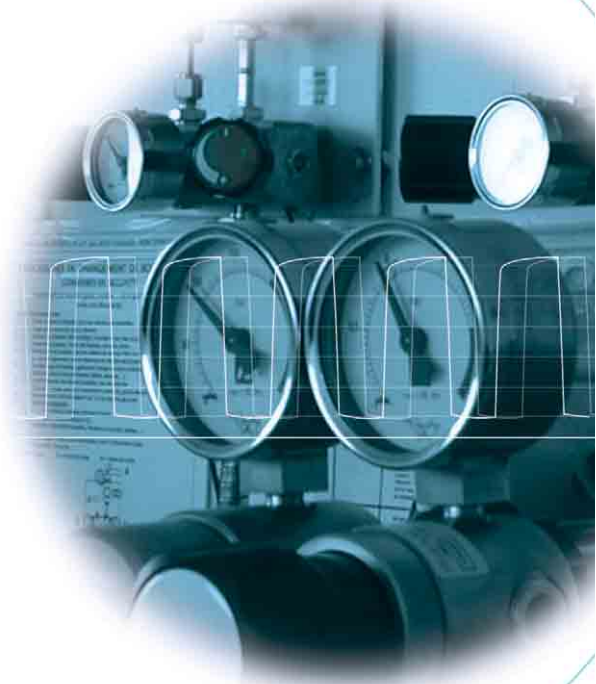


Bilan d'activités 2006

Chaîne
de mesure
des polluants



Chaîne de mesure :

bilan d'activités 2006

1 La "chaîne de mesure"

2 Activité du laboratoire d'étalonnage en 2006

- La chaîne nationale d'étalonnage des gaz3
 - Bilan des raccordements
 - Accréditation COFRAC
 - Les comparaisons inter laboratoires
 - Autres intercomparaisons et essais

- L'étalonnage des grandeurs physiques8
 - Bilan des raccordements

3 Contrôle qualité de la mesure

- Le contrôle à distance10
 - Amélioration des performances des cartes de contrôle
 - Avantage des cartes EWMA

- Incertitude de mesure11

- Qualification des analyseurs12
 - Exigences et besoin
 - Les moyens de qualification
 - Réalisation des qualifications sur site
 - Conclusions

- La réception des analyseurs14

4 La maintenance des analyseurs

- Le projet "Maintenance phase II"18

- Le contrat de maintenance 200719

Participations réussies du laboratoire d'étalonnage niveau 2 (LN2) aux campagnes nationales d'intercomparaison de l'année 2006 : Ces campagnes ont concerné tous les gaz de la chaîne nationale d'étalonnage : SO₂, O₃, NO/NO_x, CO et l'air zéro.

Les compétences techniques et d'organisation qualité du LN2 sont reconnus par le COFRAC⁽¹⁾.

Un nouveau contrat régional de maintenance : plus que l'efficacité, l'efficience : Mené dans le cadre de la mission régionale "chaîne de mesure", le projet de renouvellement du contrat de maintenance a bénéficié de la mutualisation des moyens et des compétences présents dans les deux associations de la région. Ce projet a été l'occasion d'introduire dans la prestation de maintenance :

- les nouvelles exigences réglementaires et normatives,
- le nouveau contexte (parc) et les nouvelles pratiques des associations,
- les nouveaux outils mis en place dans le cadre de la mission régionale (le LN2 par exemple).

Le nouveau contrat se veut plus en phase avec la réalité des pratiques dans les associations et plus proactif par rapport aux besoins et exigences à venir.

Cette optimisation de la qualité de la maintenance est accompagnée par des économies financières. En effet, le nouveau contrat régional permet un gain certain en terme de coût pour les deux associations.

Répondre aux exigences actuelles et futures :

La participation aux groupes de travail nationaux ad hoc permet d'assurer la veille technologique sur l'évolution de l'état de l'art dans la métrologie des polluants.

Pour accompagner cette évolution un travail important est réalisé sur :

- la réception des analyseurs en collaboration avec Air Languedoc-Roussillon,
- la qualification des analyseurs et le contrôle à distance,
- le calcul de l'incertitude de mesure.

(1) COFRAC : Comité français d'accréditation.

1 La "chaîne de mesure"

Au cœur du métier des Association Agréées pour la Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) :

La "chaîne de mesure" est l'ensemble des moyens et des procédures techniques qui permettent la mise à disposition des données concernant la qualité de l'air. De la maîtrise de cette chaîne dépend la qualité de ces données et, par conséquent, la pertinence des actions entreprises pour améliorer la qualité de l'air.

Une mission régionale pour mutualiser les moyens :

Dans le cadre des missions régionales, une démarche collective est menée sur ce thème par les deux Associations de la région Provence-Alpes-Côte-d'Azur (PACA). Cette démarche pilotée par AIRFOBEP vise à harmoniser les efforts des deux associations pour parvenir à des chaînes de mesure de qualité et en cohérence avec les règles de l'art définies au niveau national.

Les objectifs prioritaires de la mission régionale chaîne de mesure :

La gestion d'un laboratoire d'étalonnage niveau 2 : le laboratoire inter régional d'étalonnage assure le raccordement des analyseurs des AASQA des régions PACA, Corse et Languedoc-Roussillon aux étalons nationaux.

L'optimisation de la maintenance des analyseurs : des actions conjointes sont menées par les associations pour optimiser et coordonner l'activité de contrôle en continu (maintenance) des analyseurs.

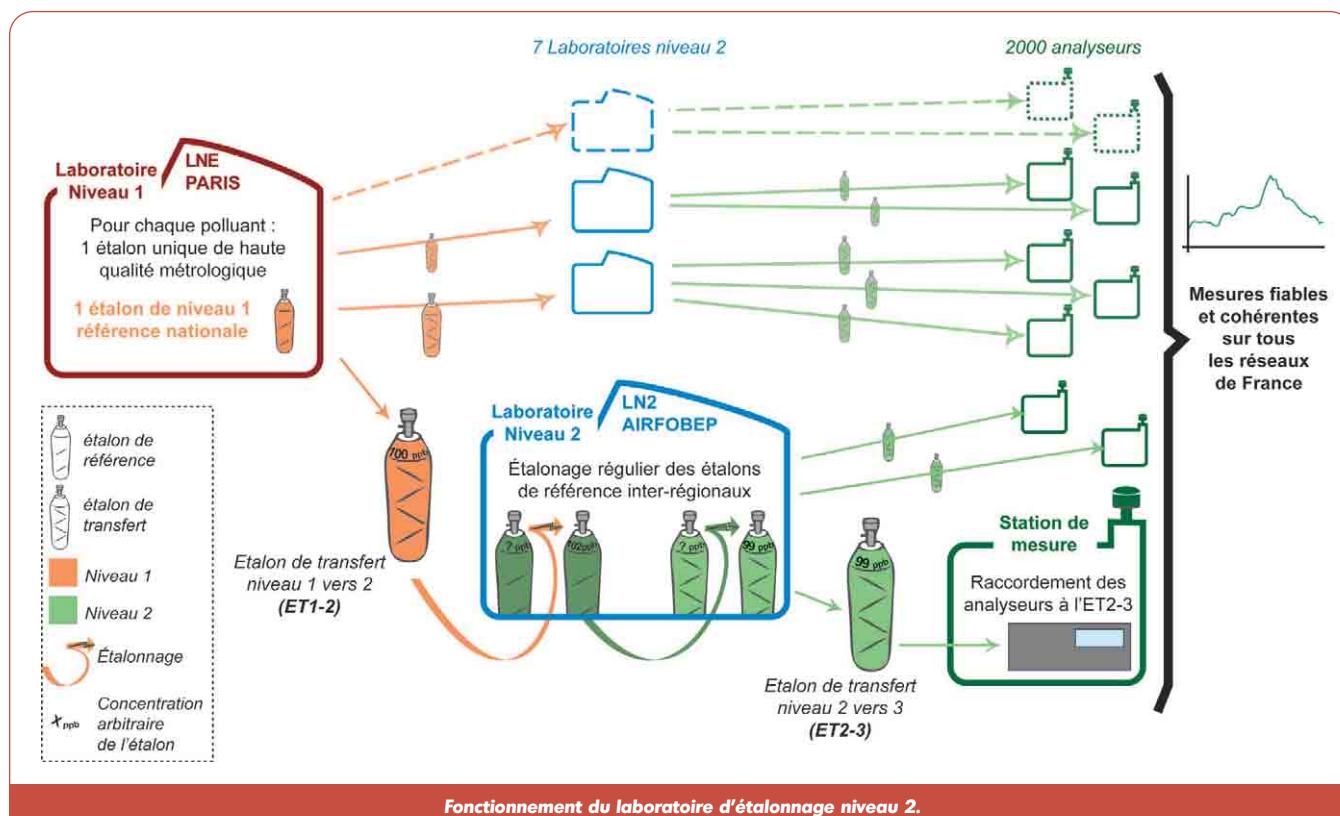
La maîtrise de l'évolution de l'état de l'art de la chaîne de mesure : une veille technologique et réglementaire sur la métrologie des polluants est assurée. Cela concerne notamment les "nouveaux polluants".

Le laboratoire d'étalonnage niveau 2 (LN2), pierre angulaire de la qualité de la chaîne de mesure :

L'implantation d'un laboratoire niveau 2 dans la région PACA s'inscrit dans la démarche initiée au niveau national par le Ministère en charge de l'environnement. Elle consiste à mettre en place des chaînes d'étalonnage afin de maîtriser la fiabilité et la cohérence des mesures, concernant la qualité de l'air, effectuées par toutes les AASQA de France.

SO ₂	100 ppb
NO	200 ppb
CO	9 ppm
O ₃	100 ppb

La chaîne nationale d'étalonnage permet de raccorder 4 polluants au voisinage de valeurs prédéfinies.



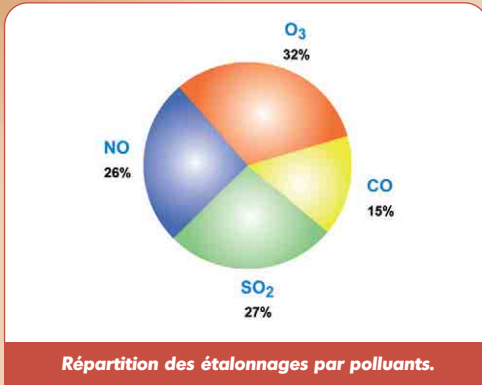
Fonctionnement du laboratoire d'étalonnage niveau 2.

2

Activité du laboratoire d'étalon

La chaîne nationale d'étalonnage des gaz

► Bilan des raccordements



Parc et planification : le parc d'objets à étalonner a sensiblement évolué en 2006 par rapport aux années précédentes du fait :

- du rattachement à la convention interrégionale d'étalonnage de QUALITAIR CORSE, le réseau agréé pour la surveillance de la qualité de l'air en Corse,
- de l'évolution du parc d'étalons d'AIROBEP destiné à la maîtrise métrologique de ses analyseurs de station.

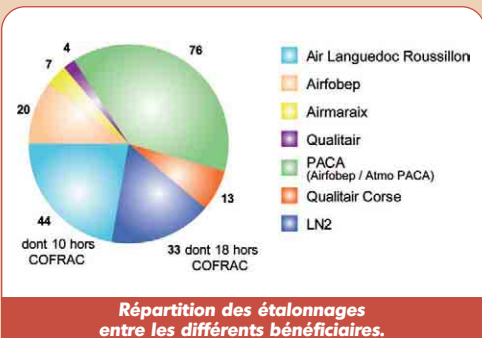
Le LN2 a respecté les plannings d'étalonnages figurant sur les revues de contrat 2006. Le délai moyen d'immobilisation d'un objet à étalonner en mono-point est de 1 jour.

Un nombre significatif d'étalonnage hors portée d'accréditation du COFRAC a été réalisé en 2006 pour AIR LANGUEDOC ROUSSILLON et pour AIRFOBEP. Ce sont principalement :

- des étalonnages multipoints d'étalons ozone,
- des étalonnages de systèmes à dilution portables destinés aux opérations de qualification des analyseurs.

Le nombre d'étalonnages hors planification est resté faible en 2006.

4 étalonnages ont été demandés : 3 pour des générateurs dynamiques d'ozone et 1 pour une bouteille basse concentration de NO. Les étalonnages des ET2-3 O₃ hors planification sont justifiés par des retours de réparation ou des dérives.



Incertitudes d'étalonnage : L'objectif d'incertitude maximale de 5 % fixée dans la revue de contrat a été respectée en 2006. Les incertitudes d'étalonnage dépendent des incertitudes liées :

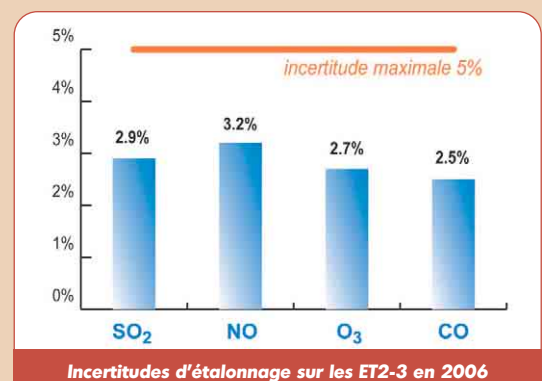
- aux étalons supérieurs,
- aux matériels utilisés,
- à la méthode d'étalonnage,
- aux moyens humains,
- au milieu,
- à l'objet étalonné lui-même.

Ces incertitudes sont donc amenées à évoluer dans le temps en fonction de ces différentes familles de facteurs d'influence.

En 2006, les incertitudes présentent une tendance à la baisse pour le SO₂ et le CO, à la stabilité pour l'ozone et une hausse sensible pour le NO. Cette hausse correspond à la prise en compte dans le calcul de l'incertitude sur les étalonnages des ET2-3 d'une dérive ponctuelle de l'étalon de référence du LN2, sans incidence sur la qualité des étalonnages.

Polluant	Tendance 2006
SO ₂	↓
NO	↑
CO	↓
O ₃	→

Incertitudes d'étalonnage



nage en 2006

► Accréditation COFRAC

Le COFRAC a décidé l'accréditation initiale du laboratoire niveau 2 pour une période de 4 ans et 9 mois à compter du 1er février 2005 pour :

Divers étalonnages du domaine "Chimie et Matériaux de Référence - Mélange de Gaz" en SO₂, NO, CO et O₃.

Le laboratoire niveau 2 est accrédité sous le numéro 2-1722 et la portée d'accréditation est précisée sur le site du COFRAC <http://www.cofrac.fr>

L'accréditation COFRAC atteste de la compétence du laboratoire pour la réalisation des étalonnages précisés dans la portée. Il apporte la reconnaissance de la conformité du système qualité mis en œuvre à la norme ISO/CEI 17025, version de septembre 2005.



Le laboratoire inter-régional d'étalonnage à Martigues est accrédité par le COFRAC selon le référentiel ISO 17025 de septembre 2005

Revue de contrat :

Etablie entre le LN2 et ses différents bénéficiaires (Air Languedoc Roussillon, Qualitair Corse, AtmoPaca et Airfobep), cette revue précise le domaine d'étalonnage, la méthode d'étalonnage utilisée, les objectifs d'incertitudes, les moyens, le parc des transferts à étalonner et les plannings annuels des étalonnages. La revue de contrat est validée pour 1 an par le représentant du laboratoire niveau 2 et les différents bénéficiaires.

Prêt des ET2-3 du LN2 :

Le LN2 propose le prêt d'étalons ET2-3 gaz, de moyens de mesure en débit et de cales étalons aux AASQA signataires de la convention de coopération inter-régionale. En 2006, le LN2 a prêté son compteur gaz haut débit.

Coût d'un étalonnage gaz :

En 2006, le prix de revient moyen d'un raccordement d'un ET2-3 s'élève à 400 €.



Glossaire 1

ppb : partie par milliard, la concentration en gaz est exprimée sans unité, en volume par volume, 1 ppb est la quantité de volume par unité de volume multipliée par 1 milliard.

ppm : partie par million, 1 ppm = 1000 ppb.

LN2 : Laboratoire niveau 2 de Martigues.

ET1-2 : étalon de transfert du niveau 1 vers le niveau 2 (permet le raccordement des étalons de référence de niveau 2).

ET2-3 : étalon de transfert du niveau 2 vers le niveau 3 (permet le raccordement des analyseurs de site et les étalons de contrôle).

Étalonnage mono-point : étalonnage réalisé en 1 point au voisinage de la concentration de la chaîne nationale d'étalonnage.

Étalonnage multipoints : étalonnage réalisé en plusieurs points, permettant d'évaluer la linéarité d'un analyseur.

2

► Les comparaisons interlaboratoires

Le LN2 participe régulièrement à des campagnes de comparaisons inter laboratoires. Ces exercices sont de très bons indicateurs du niveau de qualité des étalonnages. Ces comparaisons permettent, par ailleurs, de détecter d'éventuels dysfonctionnements en cas d'obtention d'écarts statistiquement significatifs.

En 2006, le LN2 a participé à une campagne de comparaisons inter laboratoires organisée au laboratoire du grand sud ouest (LGSO) situé à l'ORAMIP (Observatoire Régional de l'Air en Midi-pyrénées). Les 7 laboratoires de niveau 2 français étaient représentés.

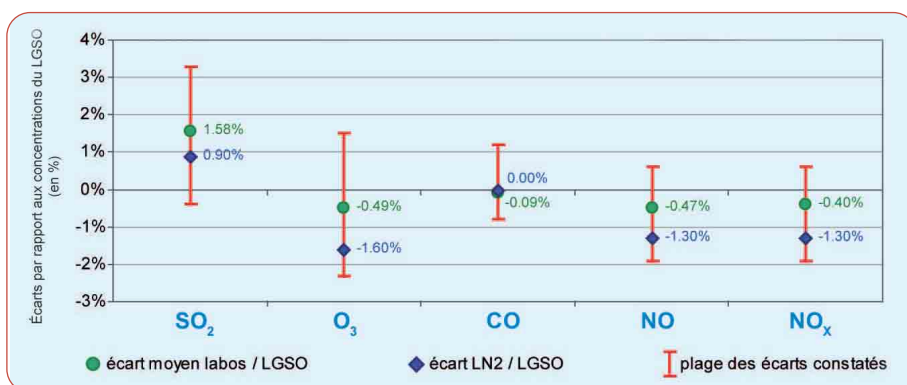
La méthode adoptée pour cette intercomparaison est une comparaison directe entre les concentrations des ET2-3 annoncées par les laboratoires participants et celles déterminées par le LGSO à l'aide de ses analyseurs de référence préalablement réglés avec ses étalons de référence.

L'air zéro a été évalué durant cet exercice. Celui-ci doit avoir une concentration inférieure à ± 1 ppb en SO_2 , NO-NO_x et O_3 , et inférieure à $\pm 0,1$ ppm en CO .

Ces campagnes ont permis d'évaluer les étalonnages réalisés par les différents laboratoires aux points d'étalonnage de la chaîne nationale.

La qualité des étalonnages réalisés par le laboratoire d'AIROBEP sur les gaz SO_2 , NO-NO_x , CO , O_3 et en air zéro a été confirmée à cette occasion.

Résultat de la comparaison interlaboratoires 2006



Ce graphique présente par polluant :

- Les écarts relatifs constatés entre les concentrations déterminées par le LGSO et le LN2.
- Les écarts relatifs moyens constatés entre les concentrations déterminées par le LGSO et l'ensemble des laboratoires participant à l'inter comparaison.
- La dispersion des écarts constatés.

La ligne de base correspond à la concentration déterminée par le LGSO.

RESULTATS

Les comparaisons inter laboratoires 2006 n'ont révélé aucun écart significatif.

Les étalonnages réalisés par le LN2 ainsi que sa référence en air zéro ont été validés durant cet exercice.

► Autres intercomparaisons et essais

Ozone :

Une inter-comparaison entre le LNE et les 7 laboratoires niveau 2 en ozone a été organisée par le LNE pour évaluer la faisabilité de cet exercice avant de l'envisager directement avec les AASQA. Le matériel employé pour cette inter-comparaison est un générateur portable (ANSYCO KT-03M) appartenant au LNE.

Les laboratoires niveaux 2 ont réalisé des étalonnages de l'ANSYCO en 2 points (100 et 200 nmol/mol) selon leur mode opératoire interne. Le LNE a étalonné l'ANSYCO, avant et après son expédition aux différents laboratoires participant, selon sa propre méthode.

Selon l'estimateur statistique utilisé par le LNE, les écarts entre les résultats d'étalonnage de certains laboratoires niveau 2 et ceux du LNE sont jugés significatifs. Globalement, les concentrations en ozone mesurées par les laboratoires niveau 2 sont inférieures à celles mesurées par le LNE.

Ozone (suite)

L'analyse de cette intercomparaison montre que les méthodes d'étalonnage utilisées par le LNE et les laboratoires de niveau 2 sont différentes. En effet, le LNE fixe un temps de mise en œuvre de l'ANSYCO très largement supérieur à celui pratiqué par des laboratoires niveau 2, ce dernier correspond aux conditions d'utilisation des générateurs portables O₃ dans les AASQA. L'intercomparaison n'a donc pas été réalisée dans les mêmes conditions. Le mesurande considéré par le LNE est différent de celui considéré par les laboratoires de niveau 2. Par conséquent, l'inter-comparaison a été invalidée.

Cette conclusion rappelle que les inter-comparaisons restent des exercices délicats pouvant être influencés par un grand nombre de composantes. Ces dernières doivent être considérées dans l'interprétation des résultats afin de valider les performances des laboratoires participants ou isoler les écarts significatifs.

RESULTATS

La méthode d'intercomparaison a été ainsi améliorée pour être plus pertinente lors des prochains exercices qui concerneront directement le LNE et les AASQA.

Essais NO₂ :

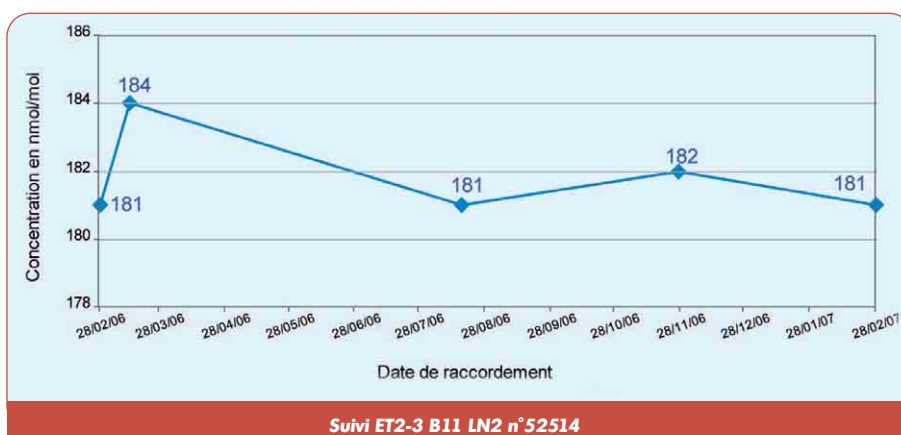
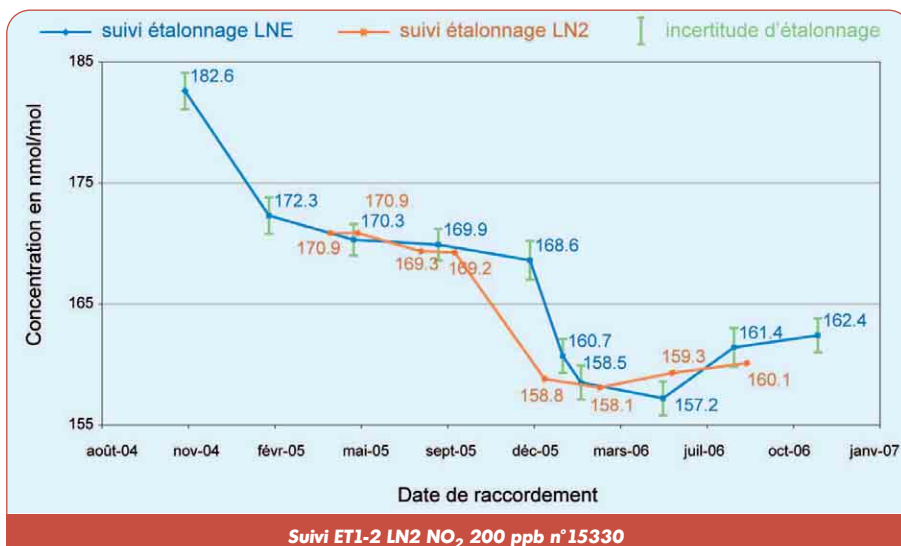
ET1-2 :

Les étalonnages des ET1-2 NO₂ du LN2 se sont poursuivis en 2006. Ces étalonnages visent à mettre en place une chaîne nationale d'étalonnage sur ce composé. Les écarts constatés entre les concentrations de l'ET1-2 déterminées par le LNE et le LN2 d'AIROBEP sont inférieurs à 1,5%. Cet étalon présente des dérives globalement inférieures à 1% mais qui peuvent ponctuellement dépasser les 6%. Cet étalon ne peut donc pas être utilisé sans être étalonné systématiquement avant utilisation.

ET2-3 NO₂ du LN2 d'AIROBEP :

Le LN2 dispose d'un ET2-3 NO₂. Il évalue son utilisation sur les sites de mesure. Cet étalon est une bouteille de 1,5 m³ pouvant être facilement transportée sur le terrain. Les critères surveillés sont la stabilité de sa concentration et le temps de réponse. Cet ET2-3 est étalonné trimestriellement au LN2 d'AIROBEP et démontre une bonne stabilité depuis sa mise en service (étendue : 3 ppb). La dérive de cet étalon est différente de celle de l'ET1-2.

Le temps de réponse de cet étalon reste toutefois long, il faut au minimum 1h30 d'injection pour arriver à la saturation et la concentration réelle de la bouteille.



RESULTATS

Les essais d'étalonnage de bouteille NO₂ se sont poursuivis en 2006 sur les ET1-2 et ET2-3 du LN2.

2

L'étalonnage des grandeurs physiques

Le LN2 propose aux AASQA signataires de la convention d'étalonnage, le raccordement de 4 grandeurs physiques : le débit, la masse, la température et la pression. Les capacités et les performances répondent aux besoins techniques des associations de surveillance de la qualité de l'air.

► Bilan des raccordements



Pression

Pression

Le laboratoire niveau 2 a étalonné 7 baromètres. Ce sont principalement des équipements intégrés aux débitmètres. AIRFOBEP et AIR LANGUEDOC ROUSSILLON disposent de baromètres électroniques spécifiques qui permettent d'obtenir une incertitude de mesure plus faible.

Température

Le laboratoire niveau 2 a étalonné 11 chaînes de température. Ces chaînes sont équipées de sondes de température ambiante ou à immersion, de type Pt100 ou thermocouple K.

Ces chaînes de mesure de température peuvent être intégrées à des moyens de mesure tels que des débitmètres.

Les étalonnages ont été réalisés sur la gamme 0°C à 350 °C.



Température



Masse

Masse

Le laboratoire niveau 2 a effectué 2 étalonnages de cales étalons pour le contrôle des balances des TEOM. Ce nombre d'étalonnage est exceptionnellement faible du fait de la stabilité des cales étalons utilisées et de la périodicité d'étalonnage choisie. Ces cales étalons sont conçues à partir des filtres de collection classiques pour TEOM, la membrane filtrante est supprimée afin d'éviter les variations de masse dues à l'humidité et à des pollutions particulières.

Les cales étalons ont une masse située dans la plage 70 mg à 120 mg, la variation de leur masse reste inférieure à 0,1 %.

Débit

Le laboratoire niveau 2 a réalisé 21 étalonnages en 2006 sur la plage 5 Nml/min à 30 Nml/min. Les débitmètres étalonnés sont principalement des :

- Débitmètres à piston de graphite (BIOS DryCal ou DC-Lite) utilisés pour l'étalonnage de débitmètres, de régulateurs de débit massique ou le contrôle des TEOM,
- Débitmètre à orifice sonique (Chinook Engineering Streamline Pro) utilisés pour l'étalonnage et le contrôle des TEOM,
- Compteur (Agilent ADM3000) utilisés pour l'étalonnage des débits d'échantillonnage des analyseurs de COV.

La périodicité des étalonnages de ces débitmètres varie entre 6 mois et 2 ans.

Les incertitudes élargies relatives d'étalonnage constatées n'ont pas évoluées depuis 2004 démontrant ainsi une stabilité des étalons et des débitmètres utilisés par les AASQA.

Le compteur gaz ACTARIS type Delta G40 du laboratoire niveau 2 a été mis à disposition pour l'étalonnage et le contrôle du débit d'un préleveur haut débit (DIGITEL DA80).



Débit

Grandeurs physiques : capacité d'étalonnage du LN2

Grandeur physique	Usage objet à étalonner	Méthode	Meilleures incertitudes du LN2
Pression atmosphérique P	Etalonnage TEOM	Comparaison à l'étalon de référence du LN2 en 1 point, à pression ambiante	$\pm (2,5 \cdot 10^{-5} \times P + 0,14) \text{ hPa}$
	Etalonnage baromètre site de mesure		
Débit D	Etalonnage TEOM	Comparaison à un étalon de travail, sur air ambiant généré par un TEOM entre 1l/min et 3l/min et 14,5 l/min et 17 l/min	$\pm (4,9 \cdot 10^{-3} \times D + 0,04) \text{ ml/min}$
	Etalonnage RDM	Comparaison à l'étalon de référence du LN2 en azote de qualité 5.0 Débit de 5 Nml/min à 30 Nl/min	$\pm (3 \cdot 10^{-3} \times D + 0,017) \text{ ml/min}$
Température T	Etalonnage thermomètre	Comparaison à un étalon de référence du LN2 dans un banc d'étalonnage de 50 °C à 350 °C et dans la glace fondante à 0°C	A zéro degré : $\pm 0,06 \text{ °C}$ Entre 50 °C et 350 °C : $\pm (1,3 \cdot 10^{-3} \times T + 0,05) \text{ °C}$
	Mesure température ambiante	Comparaison à un thermomètre de travail dans une enceinte fermée entre 20 °C et 40 °C	$\pm 0,4 \text{ °C}$
Masse m	Contrôle microbalance des TEOM	Comparaison aux étalons de référence du LN2 entre 40 mg et 130 mg	Entre 50mg et 90 mg : $\pm (6 \cdot 10^{-3} \times m) \text{ mg}$ Entre 90 mg et 120 mg : $\pm (-2 \cdot 10^{-2} \times m + 2,34) \text{ mg}$

Glossaire 2

TEOM : analyseur de poussières permettant la mesure en temps réel de la masse de particules en suspension de diamètre inférieur ou égal à 10 µm ou 2,5 µm selon le prélèvement choisi.

DIGITEL DA80 : préleveur haut débit pour la mesure des hydrocarbures aromatiques polycycliques.

COV : composés organiques volatiles.

Pt100 : sonde à résistance de platine, sa résistance faisant 100 ohms à 0°C et 138,4 ohms à 100 °C.

Thermocouple K : le thermocouple génère une différence de potentiel fonction de la température. Le thermocouple K permet de mesurer des températures comprises entre -200 °C à 1200 °C.

3

Contrôle qualité de la mesure

Le contrôle à distance

Amélioration des performances des cartes de contrôle

La performance d'une carte de contrôle est fonction de sa capacité à anticiper les dérives significatives et à masquer les "fausses" alarmes ou dérives intempestives. Cette performance est aussi fonction de la période de référence choisie. En 2006, AIRFOBEP a évalué le principe des cartes de contrôle utilisées pour le suivi à distance de ses analyseurs, afin d'améliorer leur performance.

Les cartes actuellement utilisées par AIRFOBEP sont de type SHEWHART. Ces cartes permettent de prendre en compte les dérives rapides, c'est à dire de forte amplitude. Mais elles ne sont pas assez fines pour détecter les dérives faibles et lentes. Ce fonctionnement est critique dès lors que les limites de contrôle obtenues à partir de la période de référence sont proches de 5 %, car les normes européennes exigent une action appropriée en cas de dépassement de cette limite. Il est donc important d'anticiper le dépassement de ce seuil afin de pouvoir planifier une intervention et conserver la meilleure exactitude des mesures. Cette capacité d'anticipation a été testée avec un autre type de carte de contrôle normalisée : la carte EWMA (norme NF X 06-031-3).

Avantage des cartes EWMA

Les cartes à moyennes mobiles avec pondération exponentielle (EWMA) permettent de détecter des dérèglages de faible ou moyenne amplitude tout en restant simples à mettre en œuvre et à utiliser.

Cette carte repose sur la prise en compte des résultats de contrôle précédents et plus exactement la moyenne pondérée de la moyenne présente et des moyennes précédentes calculées comme suit :

$$z_i = \lambda \bar{x}_i + (1-\lambda)z_{i-1}$$

avec $0 < \lambda \leq 1$ où

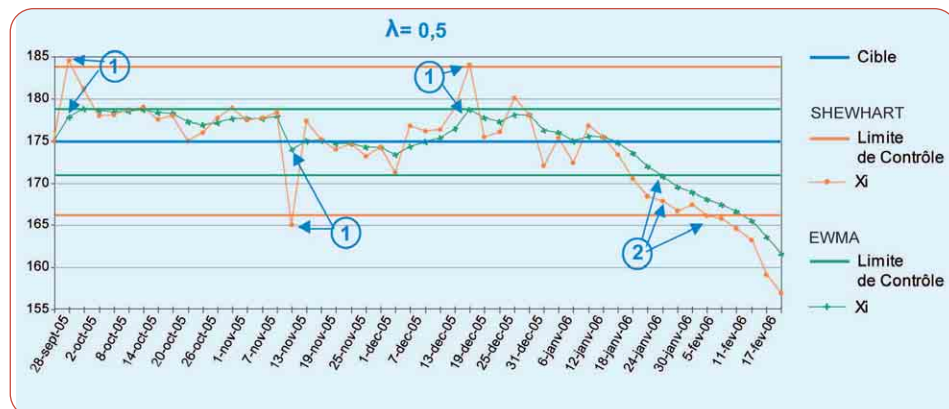
- z_i = valeur placée sur la carte de contrôle
- \bar{x}_i = moyenne de l'échantillon i
- λ = valeur du paramètre de lissage

Plus λ est proche de 0, plus on tient compte du passé, plus les variations brusques sont lissées. Plus λ est proche de 1, moins on tient compte du passé et donc moins les faibles variations sont détectées (si $\lambda = 1$ la carte obtenue est une SHEWHART).

Les limites de contrôle sont spécifiques à ce type de carte et tiennent compte du λ choisi.

La périodicité des contrôles impacte sur le fonctionnement des cartes, il est donc important d'optimiser cette fréquence afin de gagner en efficacité.

Suivi automatique de l'AC31M n°864 station Pagode



Suivi par cartes de contrôle de type SHEWHART et EWMA d'un analyseur NO

- 1 la carte de type SHEWHART détecte une variation supérieure à ses limites de contrôle calculées à 5 %, c'est une fausse alerte car l'analyseur retourne dans sa plage de fonctionnement correct. La carte EWMA élimine ce faux défaut
- 2 La carte EWMA détecte un incident, la carte SHEWHART le détecte 3 contrôles après, la carte EWMA permet d'anticiper la limite autorisée des 5% et de conserver les mesures effectuées par l'analyseur, jusqu'à l'intervention sur l'analyseur.

Des analyseurs de SO_2 , NO et O_3 ont été suivis avec les deux types de carte sur le réseau AIRFOBEP.

- Le fonctionnement de la carte EWMA a pu être validé,
- Des valeurs type du λ , en fonction de l'écart type déterminé durant la période de référence de la carte, ont pu être déterminées.

L'intégration des cartes de type EWMA dans le contrôle à distance est envisagée par AIRFOBEP pour 2007.

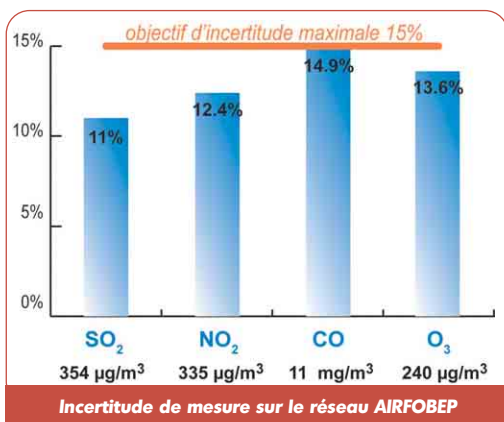
Incertitude de mesure

En 2006, l'estimation des incertitudes de mesure en station a été affinée. Ceci est rendu possible grâce :

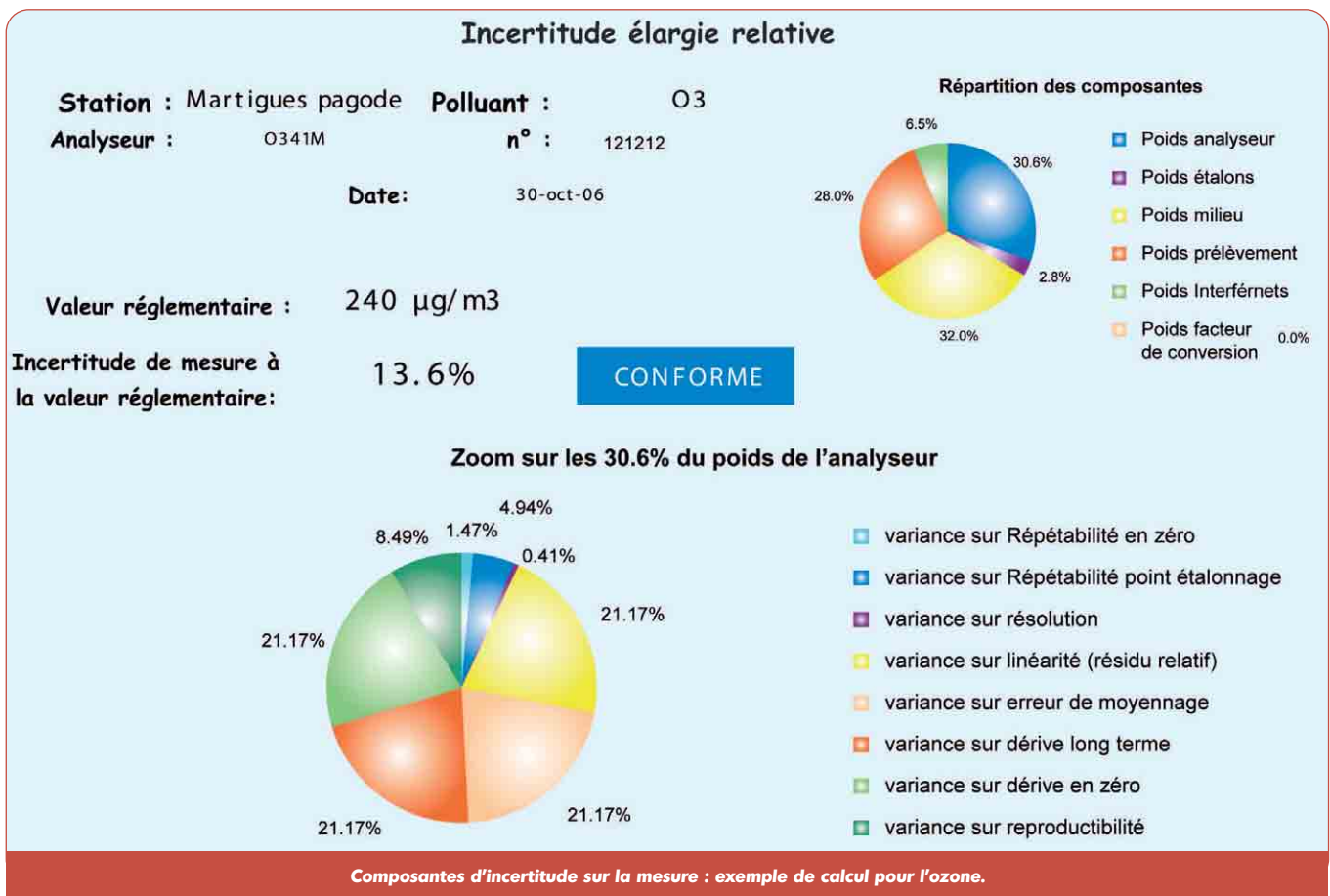
- aux résultats obtenus par les essais de qualification des analyseurs réalisés sur site,
- aux résultats du laboratoire de réception d'Air Languedoc Roussillon pour les analyseurs neufs,
- aux contrôles automatiques des analyseurs,
- aux données sur les étalons.

Le modèle de calcul de l'incertitude est très proche de celui indiqué dans les normes européennes NF EN 14211, NF EN 14212, NF EN 14625 et NF EN 14626 pour les valeurs horaires. L'incertitude est donc estimée aux points réglementaires définis pour les différents polluants.

Le calcul de l'incertitude de mesure permet de détailler le poids des différentes familles de source d'incertitude, qui diffère selon le polluant considéré, et de cibler les actions à mener sur les composantes prédominantes.



En 2006, les résultats obtenus répondent, en terme de performance, aux exigences des directives européennes (15%) pour les polluants gazeux.



Qualification des analyseurs

Exigences et besoin

Les normes européennes (NF EN 14211, NF EN 14212, NF EN 14625, NF EN 14626) définissent des exigences pour chaque étape dans le cycle de vie d'un analyseur (pour la mesure des polluants : SO₂, NO-NO_x, O₃ et CO).

Dans le cas des AASQA de la région PACA, les analyseurs neufs sont évalués avant leur mise en service. L'évaluation de type est du ressort du LCSQA. L'évaluation de l'individu est faite par le laboratoire de réception de AIR LANGUEDOC ROUSSILLON (AIR-LR).

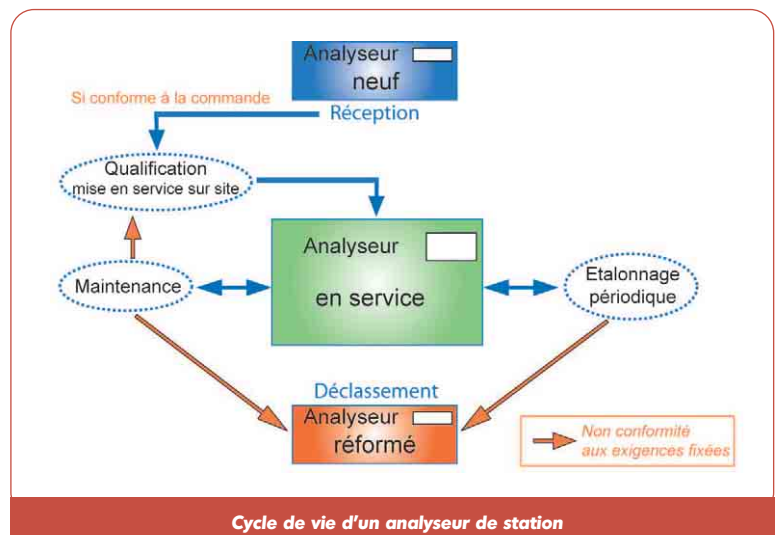
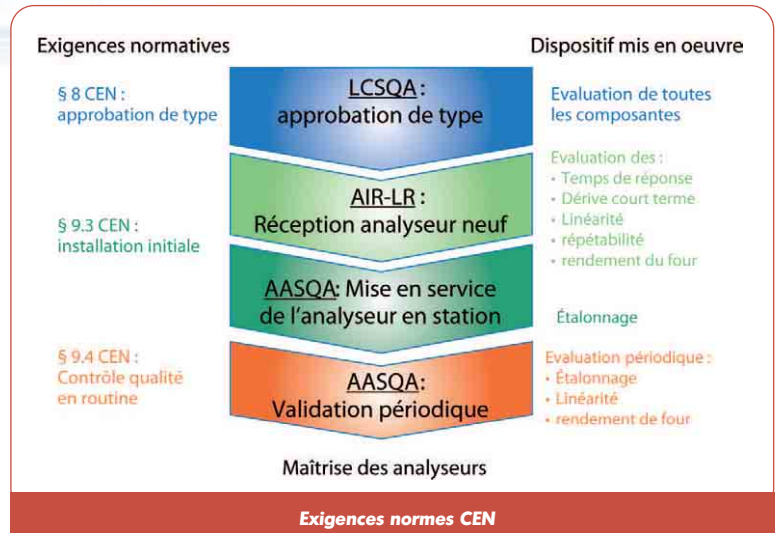
Une part importante échoit aux AASQA afin de maintenir à niveau les performances des analyseurs et la qualité des mesures qu'ils fournissent.

En plus des étalonnages périodiques des analyseurs garantissant la traçabilité des mesures aux étalons nationaux, les caractéristiques métrologiques de ces derniers doivent être surveillées régulièrement pour répondre aux exigences des normes européennes.

AIRFOBEP a choisi de réaliser cette surveillance sur les sites de mesure. Ce mode de fonctionnement permet :

- Une évaluation des caractéristiques métrologiques (linéarité et répétabilité) des analyseurs in situ,
- Le maintien des cartes de contrôle sur les analyseurs,
- Diminuer les risques de dégradation des analyseurs durant leur transport,
- Homogénéiser les pratiques de contrôle sur les analyseurs,
- Améliorer l'efficacité.

Cette approche nécessite donc des moyens de qualification adaptés et performants permettant de vérifier avec exactitude ces caractéristiques.



Les moyens de qualification

Les moyens de qualification choisis permettent de vérifier l'ensemble des performances "terrain" demandées dans les normes européennes :

- Le générateur dynamique d'ozone (ANSYCO type KT-O3M)
- Le diluteur portable (CALIBRAGE AIRCAL 100)
- Le diluteur portable (ANSYCO KT-GPT)

Ces moyens sont étalonnés périodiquement au Laboratoire d'étalonnage d'AIRFOBEP afin d'assurer leurs performances. Les résultats de ces étalonnages permettent d'évaluer les reproductibilités des différents moyens.

Contrôle	Exigences	SO ₂	CO	NO-NO _x -NO ₂	O ₃
Linéarité	0%, 20%, 60% et 95% plage de mesure (concentrations répétées 2 fois)	CALIBRAGE AIRCAL 100			ANSYCO KT-O3M
Rendement du four de conversion	Essai à 2 niveaux de concentration : 50% et 95% plage de mesure			ANSYCO KT-GPT	

Domaine d'utilisation des moyens de contrôle

CALIBRAGE AIRCAL 100	ANSYCO KT-GPT	ANSYCO KT-O3M
* Etalonnage en débit du RDM « gaz à diluer » en 10 points * Etalonnage en débit de la buse sonique « gaz de zéro » * Etalonnage en $\mu\text{mol/mol}$ de bouteille haute concentration	* Etalonnage en multipoints NO en nmol/mol * Etalonnage en NO_2 à 130 nmol/mol et 250 nmol/mol	* Etalonnage en multipoints : 50 nmol/mol , 100 nmol/mol , 150 nmol/mol , 200 nmol/mol et 240 nmol/mol

Suivi des moyens de qualification

Performances de l'ANSYCO KT-GPT :

Dilution NO

Consigne	Moyenne	CV répétabilité	CV reproductibilité
200	201.4 nmol/mol	0.7%	0.9%

TPG NO_2

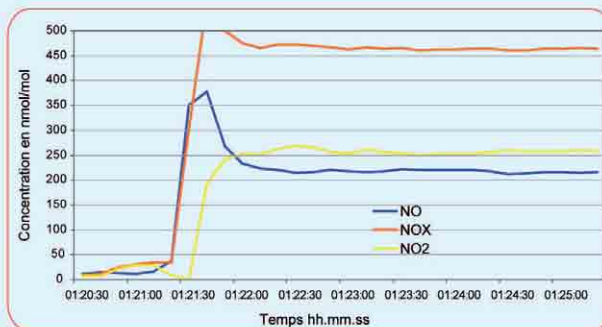
Consigne	Moyenne	CV répétabilité	CV reproductibilité
50	51.9 nmol/mol	1.0%	1.0%
100	99.1 nmol/mol	0.9%	1.5%

Dilution NO_x

Consigne	Moyenne	CV répétabilité	CV reproductibilité
200	200.6 nmol/mol	0.2%	0.7%

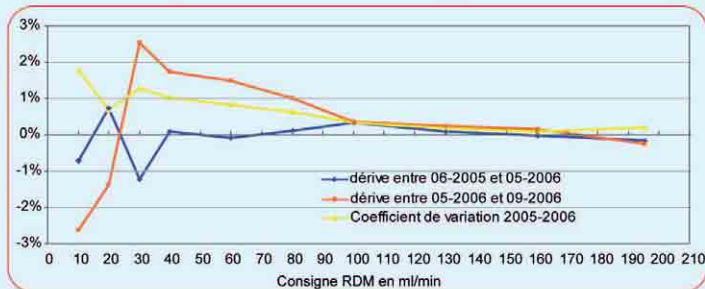
Génération O_3

Consigne	Moyenne	CV répétabilité	CV reproductibilité
100	96.2 nmol/mol	0.3%	1.0%



Le temps de réponse du KTGPT est d'environ 3 minutes en génération de NO_2 .

Evaluation des performances du calibrage de l'AIRCAL 100 en débit :



Évolution des dérives du RDM

Le RDM (Régulateur de Débit Massique) présente une dérive faible tout particulièrement à partir de 40% de sa gamme de fonctionnement. Son coefficient de variation sur 2 années reste proche ou inférieur des 1% à partir de 10% de sa gamme de fonctionnement.

► Réalisation des qualifications sur site

Les essais de qualification sur site des analyseurs, à l'aide du CALIBRAGE AIRCAL 100, incluent :

- une répétabilité en 5 injections au point zéro ainsi qu'au point d'échelle,
- une linéarité sur 4 points injectés à 2 reprises.

Ces essais nécessitent :

- 1h de mise en chauffe de l'outil de qualification
- moins de 6 h d'essais pour la qualification de 2 analyseurs ($\text{NO}_x + \text{SO}_2$)
- environ 14 l de gaz de haute concentration consommé (fonction de la concentration de la bouteille haute teneur)
- 1 déplacement sur site.

► Conclusions

La méthode de qualification des analyseurs sur les sites de mesure adoptée par AIRFOBEP est efficace.

Elle permet de :

- maîtriser les caractéristiques métrologiques des analyseurs,
- répondre aux exigences contraignantes des normes européennes,
- maîtriser les coûts de maintenance en diminuant les déplacements et les unités d'œuvre associées.

Ce mode de fonctionnement nécessite cependant des moyens de qualification performants et parfaitement maîtrisés. Les capacités d'étalonnage du laboratoire d'AIRFOBEP permettent la maîtrise et l'usage de ses moyens de qualification.

Ces qualifications seront déployées sur l'ensemble du réseau d'AIRFOBEP en 2007. Elles seront élargies à l'évaluation des rendements de four convertisseur. L'objectif, en 2007, est que plus de 40% des analyseurs soient qualifiés et validés.

Qualification sur site des analyseurs :

- Maîtrise métrologique
- Conformité avec les normes européennes
- Maîtrise des coûts.

La réception des analyseurs

Fonctionnement : Le pôle Métrologie d'Air Languedoc-Roussillon (Air LR) à Montpellier dispose de moyens matériels et humains pour réaliser la réception métrologique des analyseurs du parc PACA et LR. Cette réception est faite dans le cadre de la convention inter-régionale de Métrologie. Elle concerne les analyseurs neufs de SO_2 , O_3 , NO_x et CO . Chaque réception fait l'objet d'un rapport détaillé décrivant les caractéristiques évaluées, leurs résultats et leurs conformités aux exigences.

Organisation : Un planning prévisionnel de réception est établi chaque année. Les AASQA signataires de la convention font expédier, par le fournisseur, leurs analyseurs neufs directement à Air LR.

Méthodes et modes opératoires :

1/ Réception administrative :

Réception des appareils dans leur caisse de transport.
Déballage et vérification visuelle de l'état général de l'appareil.
Vérification de la conformité au bon de commande.

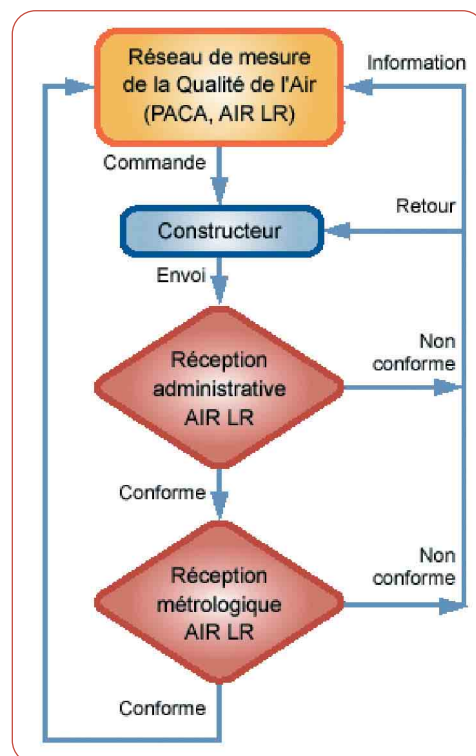
2/ Réception métrologique :

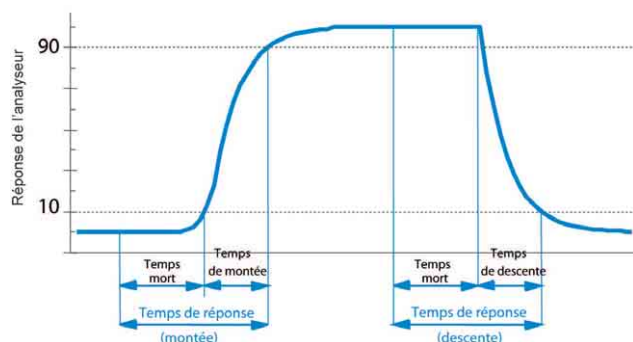
Cette réception est faite selon les pratiques définies par l'INERIS (document de novembre 2005 - version finale - "Contrôles métrologiques périodiques et à réception des analyseurs par les AASQA, conformément aux exigences normatives européennes" - révision 2005).

Les principales caractéristiques évaluées sont la linéarité, la répétabilité et le temps de réponse.



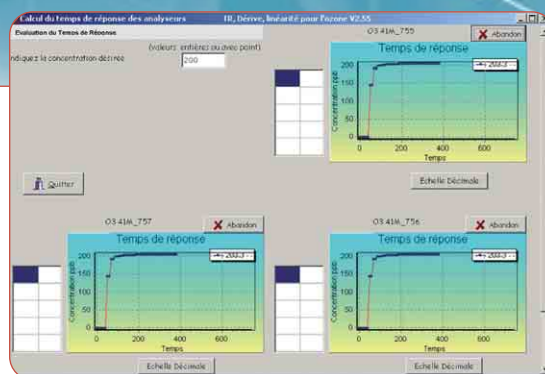
Le laboratoire de réception
de Montpellier.





Réponse d'un analyseur lors de la détermination du temps de réponse (t_r).

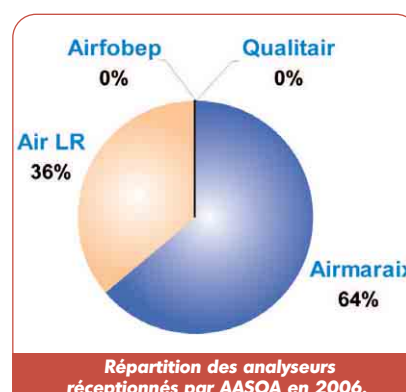
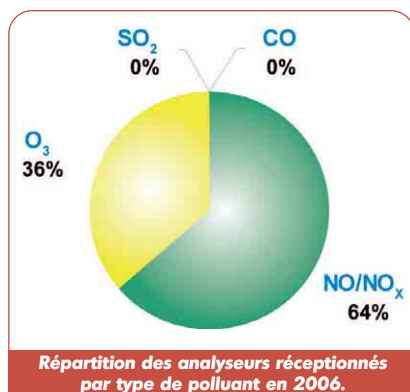
Exemple d'évaluation lors de la réception métrologique : le temps de réponse
 Le temps de réponse (t_r) est égal au temps écoulé entre le début de la variation brutale de concentration à l'entrée échantillon de l'analyseur et le moment où 90% de la lecture finale et stabilisée de la concentration appliquée est atteinte.



Bilan des réceptions réalisées en 2006 :

Au cours de l'année 2006, le laboratoire de Air LR a réceptionné 11 analyseurs dont un analyseur déjà en service.

Polluant	Nombre d'appareils neufs	Nombre de non conformité	Commentaires
NO/NO _x	7	2	Instabilité sur la mesure du zéro. Absence de signal : L'embase PM s'est désolidarisée pendant le transport
O ₃	4 (dont 1 appareil déjà en service.)	3	Sortie des plages de tolérances du signal UV . Temps de stabilisation de la réponse des générateurs O ₃ internes très long (plus de 15 minutes pour 2 appareils)



4

La maintenance des analyseurs

Le projet "Maintenance phase II"

Airbobep et Atmo Paca disposent d'un réseau d'analyseurs de mesure de la qualité de l'air implantés dans la région Provence-Alpes-Côte-d'Azur. Le bon fonctionnement de ces analyseurs est assuré par une maintenance appropriée et le suivi de chaque association. Cette maintenance est sous traitée. Un contrat, qui engage chaque association et le sous traitant, spécifie l'organisation, les procédures et les moyens à mettre en œuvre, pour assurer une maintenance de qualité. Le but du projet "maintenance phase II", mené en 2006 par les deux associations, pour renouveler ce contrat de maintenance est :

- d'intégrer les nouvelles pratiques de maintenance,
 - de réaliser une large consultation des opérateurs de maintenance.
- Ce projet de renouvellement a été mené dans le cadre d'une démarche régionale commune.

L'étude technico-économique, une donnée d'entrée pour le projet

Une étude technico-économique (1) confiée à un opérateur externe (LECES) et menée en 2005 a défini :

- les pratiques régionales de la maintenance sur la base des besoins et exigences actuels et futurs,
- les différents modes d'organisation d'une maintenance régionale,
- les modes d'organisation les plus appropriés, sur la base d'un comparatif technico-économique.

Sur la base des résultats de cette étude, les administrateurs des deux associations décident de privilégier le scénario alliant la mutualisation régionale et l'externalisation de l'activité de maintenance.

Le projet "maintenance phase II" concrétise cette décision et valorise les résultats de l'étude LECES :

- en utilisant le cahier des charges régional issu de cette étude,
- en reprenant l'analyse de la valeur du comparatif technico-économique dans la consultation et dans la négociation avec les prestataires potentiels.

Une équipe projet et une planification faite dans le cadre du groupe de travail régional (GTR)

Le projet a été mené dans le cadre de la mission régionale "Chaîne de mesure". Il a été piloté par le GTR. Une équipe, constituée des représentants des deux associations, a été mise en place pour mettre en œuvre et suivre le déroulement du projet. Les étapes du projet ont été planifiées pour aboutir à un début des travaux du nouveau contrat fixé, au 1^{er} janvier 2007.

Tâche	Cahier des charges	Appel d'offre	Consultation	Contrat	Début des travaux
Echéance	Juillet 2006	Août 2006	Octobre 2006	Novembre 2006	1 ^{er} janvier 2007

Planification du projet : Objectif de début du nouveau contrat de maintenance : 1^{er} janvier 2007.

Un cahier des charges précis et exhaustif, qui précise les récentes exigences réglementaires et normatives et décrit les nouvelles pratiques des deux associations

Le cahier des charges de la prestation :

- intègre les besoins et les contraintes, actuels et futurs, de chaque association,
- anticipe la mise en œuvre des nouvelles exigences réglementaires et normatives,
- tient compte du retour d'expérience acquis à travers les pratiques des années précédentes,
- met en œuvre les techniques et les méthodologies développées dans le cadre de la mission "chaîne de mesure" ainsi que les pratiques de maintenance reconnues des autres AASQA au niveau national.

(1) Cette étude a été financée par l'ADEME.

LES DONNEES DE BASE : LES EQUIPEMENTS A MAINTENIR
 PERFORMANCES REQUISES ET CRITICITE DES EQUIPEMENTS
 DEFINITION DES ELEMENTS DU PLAN DE MAINTENANCE
 LES METHODES DU PLAN DE MAINTENANCE
 PROCESSUS, PROCEDURES ET MODES OPERATOIRE
LES MOYENS
 MOYENS HUMAINS, MOYENS MATERIELS, INFRASTRUCTURES
ORDONNANCEMENT ET LANCEMENT DES TRAVAUX
 PLANIFICATION, LANCEMENT DES TRAVAUX, DISPONIBILITE
 GESTION DES MATERIELS
RETOUR D'EXPERIENCE
 COMPTE RENDU D'INTERVENTIONS
 HISTORIQUE, REUNION MENSUELLE
HYGIENE ET SECURITE
CONTROLE DE LA PRESTATION

Le plan de maintenance : extrait du cahier des charges

Une consultation élargie à tous les opérateurs

Une procédure de consultation a été définie pour assurer :

La publicité du marché · La mise en concurrence · La collégialité de la décision

La publicité sur le marché de prestation de maintenance a été assurée grâce la parution d'un avis appel d'offre dans le journal officiel du 20 juillet 2006. Quatre opérateurs ont répondu à l'avis d'appel d'offre. Deux ont fait une offre technique et financière dans les délais fixés par la procédure de consultation.

Un choix de partenaire, argumenté et consensuel

Une grille d'analyse a été établie pour aider à la classification des offres. Cette grille tient compte :

- de la réponse aux exigences fonctionnelles,
- de la réponse aux exigences non fonctionnelles, telles que les références dans le secteur de la maintenance et de la qualité de l'air,
- du coût de la prestation et sa répartition entre les différents postes.

La grille a été pondérée pour tenir compte de la hiérarchisation des critères d'attribution telle qu'elle a été précisée dans l'avis d'appel d'offre.

Un comité de sélection technique interne à chaque association suivi d'une concertation régionale ont validé le choix final du partenaire. Le partenaire choisi est celui dont l'offre est incontestablement la meilleure. Elle est avantageuse à double titres :

- le coût le plus bas, dans la limite des budgets prévus par les deux associations,
- la proposition technique précise et complète montrant une maîtrise de la prestation demandée.

«OFFRE ECONOMIQUEMENT LA PLUS AVANTAGEUSE APPRECIEE EN FONCTION DES CRITERES ENONCES CI-DESSOUS : (PAR ORDRE DE PRIORITE DECROISSANT) :

- PROPOSITION TECHNIQUE,
- COUT DE LA PRESTATION,
- REFERENCES DANS DES PRESTATIONS SIMILAIRES.

*Hiérarchisation des critères d'attribution.
Extrait de l'avis d'appel d'offre.*

LE NOUVEAU CONTRAT A ETE REDIGE SUR LA BASE :

- DES ELEMENTS DU CONTRAT ACTUEL,
- DES PRECISIONS FIGURANT DANS LE CAHIER DES CHARGES,
- DES RECOMMANDATIONS NORMATIVES (NF X-60-318).

Le contrat de maintenance 2007

En conclusion : Le déroulement du projet "maintenance phase II" et ses résultats ont permis une mutualisation des moyens et des compétences ainsi qu'un gain certain dans le coût de la prestation de maintenance.

Démarche régionale commune : Mené dans le cadre de la mission régionale "chaîne de mesure", le projet de renouvellement du contrat de maintenance a bénéficié de la mutualisation des moyens et des compétences présents dans les deux associations. La démarche régionale commune, tout en cherchant l'optimisation dans des économies d'échelle, a respecté les exigences et les contraintes propres à chaque association. Ceci vaut pour le cahier des charges commun comme pour le déroulement de la procédure de consultation et de contractualisation.

Optimisation des pratiques : Le projet de renouvellement a été l'occasion d'introduire dans la prestation de maintenance :

- les nouvelles exigences réglementaires et normatives,
- le nouveau contexte (parc) et les nouvelles pratiques des associations,
- les nouveaux outils mis en place dans le cadre de la mission régionale (le LN2 par exemple).

Le nouveau contrat se veut plus en phase avec la réalité des pratiques dans les associations et plus proactif par rapport aux besoins et exigences à venir.

Optimisation des coûts : Le nouveau contrat permet un gain certain en terme de coût pour les deux associations.

- Un première partie de ce gain est directement lié à la mutualisation.

Dans l'offre choisie, la mutualisation permet mécaniquement une économie de l'ordre de 8% sur le montant global de la prestation. Ce qui correspond à une réduction des coûts de l'ordre de 45 000 €.

- L'autre partie du gain provient du fait que la consultation a été réalisée sur la base du parc actuel des équipements et des nouvelles pratiques de la maintenance.

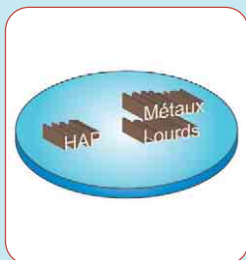
POUR AIRFOBEP, PAR EXEMPLE :

AU TOTAL, LE GAIN EST DE L'ORDRE DE 13% PAR RAPPORT AU COUT DE LA PRESTATION DE BASE EN 2005. CE QUI REPRESENTE PLUS DE 40 000 €.

EN 2007, UN INVESTISSEMENT INITIAL EST NECESSAIRE POUR ASSURER UNE BONNE TRANSITION, LE NOUVEAU CONTRAT PERMETTRA DEJA UN GAIN DE L'ORDRE DE 20 000 €.

LE NIVEAU DE 13% D'ECONOMIE SERA EFFECTIF A PARTIR DE 2008.

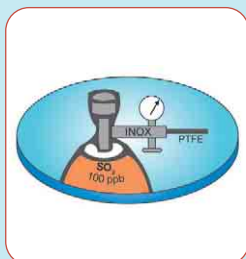
Zoom : Participation au groupes de travail liés à la ch



LE GROUPE DE TRAVAIL NATIONAL "POLLUANTS DE LA 4^{ÈME} DIRECTIVE FILLE ET PLOMB" :

Le groupe de travail s'est attaché à définir une stratégie nationale de mesure des Métaux Lourds et des HAP en accord avec la réglementation européenne. Différents points ont été éclaircis :

- l'évaluation préliminaire,
- la mise en place de la surveillance pérenne à la fois dans les zones rurales, industrielles et urbaines.



GROUPE DE TRAVAIL NATIONAL ETALONNAGE

Le groupe de travail a travaillé sur la norme NF X 43-055 de mars 1999 qui vise à remplacer les normes NF X 43-053, NF X 43-054 et NF X 43-055. Elle décrit des méthodes d'obtention et les précautions d'utilisation de gaz d'étalonnage utilisés par les analyseurs de la qualité de l'air.

Le texte proposé à la commission X43D devra à nouveau passer en enquête probatoire en 2007.



LA COMMISSION DE SUIVI "PARTICULES" :

La correction de la mesure des particules en suspension (PM) était au centre des travaux de la commission en 2006. La commission a suivi :

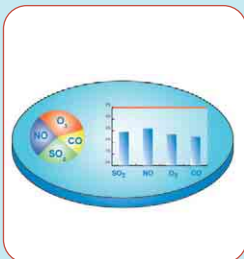
- la validation de l'équivalence des nouvelles métrologies qui s'affranchissent du biais lié à la fraction volatile de la pollution particulaire,
- les travaux de mise en œuvre opérationnelle de cette métrologie dans les associations.

La correction des mesures des PM était opérationnelle sur tout le réseau ATMO à partir du 1^{er} janvier 2007.



CHAÎNE NATIONALE D'ÉTALONNAGE :

- Les écarts d'étalonnages en NO_2 entre le LNE et les laboratoires de niveau 2 sont satisfaisants. Ces étalonnages seront poursuivis en 2007.
- L'intercomparaison O_3 réalisée entre le LNE et les laboratoires de niveau 2 a été invalidé, les méthodes utilisées étant différentes
- Les concentrations de la chaîne nationale d'étalonnage restent inchangées.



GROUPE DE TRAVAIL NATIONAL INCERTITUDE :

Le groupe a poursuivi la rédaction d'un guide pratique sur le calcul de l'incertitude de mesure de la qualité de l'air. Ce guide comporte 5 parties :

1. généralités sur les incertitudes, estimation des incertitudes sur les mesures :
2. automatiques en SO_2 , NO-NO_x , NO_2 , O_3 et CO ,
3. du benzène par méthode manuelle du tube à diffusion,
4. du dioxyde d'azote par méthode manuelle du tube à diffusion,
5. en concentration massique de particules mesurée en automatique.

Les parties 1 et 2 de ce guide portant sur les généralités du calcul des incertitudes de mesure et sur les incertitudes sur les mesures automatiques en SO_2 , NO-NO_x , NO_2 , O_3 et CO devraient être éditées par l'AFNOR en fascicule de documentation.



Route de la Vierge
13500 Martigues
Tél. : 04 42 13 01 20 • Fax : 04 42 13 01 29
E-mail : airfobep@airfobep.org
Site : www.airfobep.org



67-69 Avenue du Prado
13286 Marseille cedex 06
Tél. : 04 91 32 38 00 • Fax : 04 91 32 38 29
E-mail : airmaraix@airmaraix.org
Site : www.atmopaca.org



Les Echelles de la Ville - Antigone
3 place Paul Bec - 3400 Montpellier
Tél. : 04 67 15 96 60 • Fax : 04 67 15 96 69
E-mail : info@air-lr.org
Site : www.air-lr.org

Pilote de la mission régionale
« Chaîne de mesure des polluants »

Partenaires

Avec le soutien de

