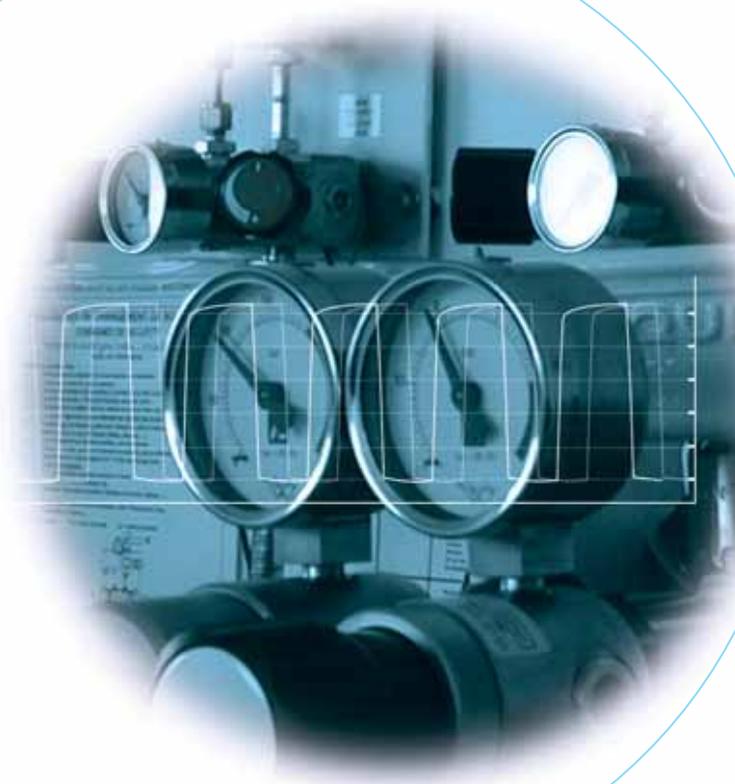


Bilan d'activité 2008

Chaîne
de mesure
des polluants



Sommaire

Bilan d'activité 2008

Chaîne de mesure des polluants

03 Bilan d'activité 2008

Le laboratoire d'étalonnage niveau 2

04 Le LN2, maillon de la chaîne nationale

05 L'accréditation Cofrac

06 L'activité étalonnage des gaz en 2008

08 L'activité étalonnage des grandeurs physiques en 2008

10 L'exercice d'intercomparaison ozone

Métrologie

12 L'état de l'art

13 Les cartes de contrôle

14 La qualification des analyseurs

16 La réception des analyseurs

Incertitudes de mesure

18 Les résultats en 2008

Mesure des particules en suspension

20 La nouvelle métrologie des PM



La chaîne de mesure

Au cœur du métier des associations 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.

Les tâches prioritaires pour les activités liées à la chaîne de mesure sont :

- **Le raccordement métrologique aux étalons nationaux** : toutes les mesures sont raccordées par une chaîne ininterrompue aux étalons nationaux.
- **Le contrôle continu des équipements** : la maintenance métrologique et technique des équipements de mesure est réalisée et optimisée pour répondre aux exigences des normes et de l'état de l'art.
- **La maîtrise de l'évolution de la chaîne de mesure** : une veille technologique, normative et réglementaire sur la métrologie des polluants est assurée.

Exercice d'intercomparaison pour les AASQA du Sud-Est

En mars 2008, AIRFOBEP a organisé un exercice d'intercomparaison pour les AASQA du Sud-Est : AIR Languedoc-Roussillon, Atmo PACA, Qualitair Corse et AIRFOBEP.

Cet exercice a réuni les quatre associations de surveillance de la qualité de l'air du Sud-Est. Il concernait la mesure automatique de l'ozone (O_3), polluant critique en période estivale.

L'organisation réussie et les résultats satisfaisants de cet exercice valident la compétence technique des participants pour la mesure de ce polluant.

Nouvelles actions pour maîtriser la métrologie des PM

AIRFOBEP poursuit ses travaux pour mieux maîtriser la nouvelle métrologie des particules en suspension (PM). Une étude, menée en 2008, visait à optimiser l'ajustement et la représentativité de la mesure des PM.

Cette étude a réalisé des investigations sur :

- l'évaluation métrologique des TEOM-FDMS,
- la validation technique des données de mesure,
- la représentativité de la station de référence.



Glossaire 1

AASQA : Association agréée de surveillance de la qualité de l'air.

LCSQA : Laboratoire central de surveillance de la qualité de l'air.

LNE : Laboratoire national de métrologie et d'essais.

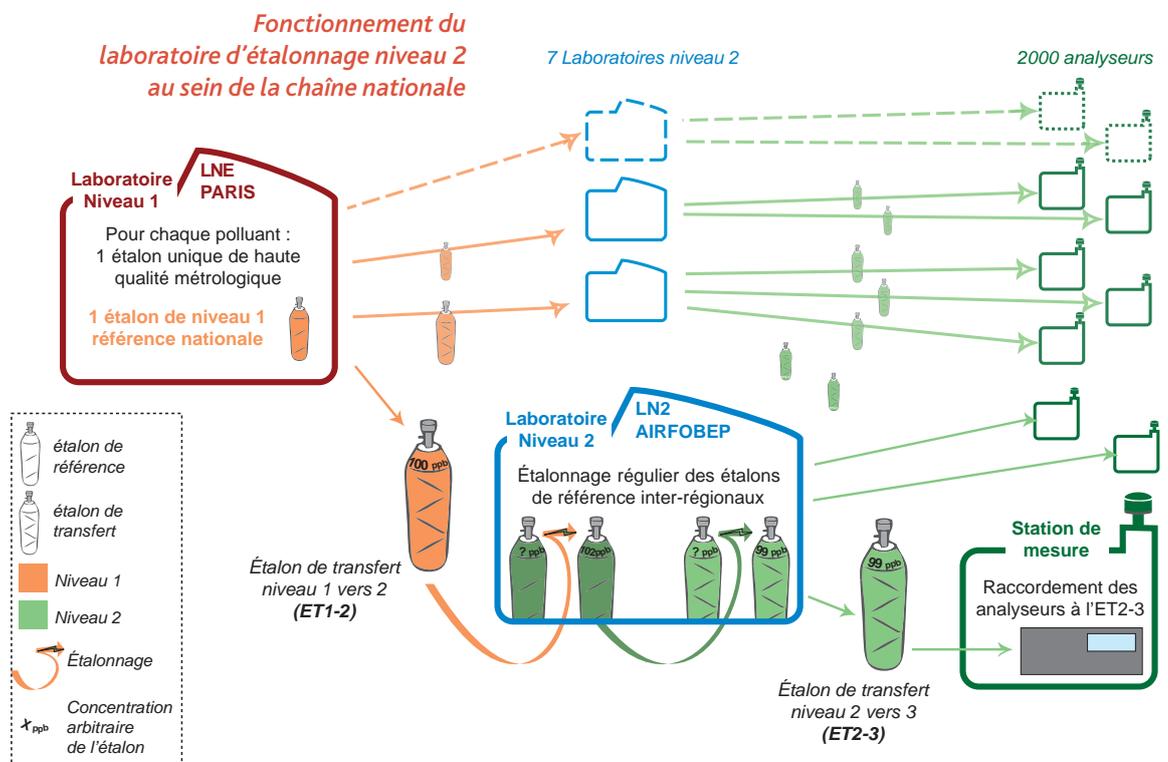
LN2 : Laboratoire d'étalonnage niveau 2.

Le laboratoire d'étalonnage niveau 2

Le LN2, maillon de la chaîne nationale



Le laboratoire d'étalonnage niveau 2 (LN2) est la « pierre angulaire » de la qualité de la chaîne de mesure. L'implantation d'un laboratoire niveau 2 dans la région Provence-Alpes-Côte d'Azur 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 de la qualité de l'air, effectuées par toutes les associations agréées pour la surveillance de la qualité de l'air (AASQA) de France.



La chaîne nationale d'étalonnage permet de raccorder 5 polluants dans une gamme de valeurs prédéfinies.



Glossaire 2

EIL : Exercice interlaboratoires.

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 des étalons de contrôle).

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.



L'accréditation Cofrac



Le Cofrac a décidé l'accréditation initiale du LN2 à compter du 1^{er} février 2005 pour divers étalonnages du domaine « Chimie et matériaux de référence - Mélange de gaz » en SO₂, NO, O₃ et CO.

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. Cette accréditation est confirmée par le Cofrac environ tous les dix-huit mois lors d'audits de surveillance.

Le laboratoire interrégional d'étalonnage à Martigues est accrédité par le Cofrac (sous le numéro 2-1722), selon le référentiel ISO/CEI 17025.

La portée d'accréditation est précisée sur le site du Cofrac <http://www.cofrac.fr>

Exercice de comparaison interlaboratoires des LN2

L'exercice de comparaison interlaboratoires (EIL) des LN2 s'est déroulé en septembre 2008. Il a été organisé par AIRPARIF (Île-de-France), avec la participation des sept laboratoires de niveau 2 français. Le protocole repose sur des injections de gaz de concentration inconnue dans les analyseurs des participants, préalablement réglés à l'aide de leur ET2-3.

Les résultats aux concentrations de la chaîne nationale d'étalonnage, pour le LN2 d'AIRFOBEP, n'ont présenté aucun écart significatif.

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



Le laboratoire d'étalonnage niveau 2

L'activité étalonnage des gaz en 2008



Bouteille Praxair ET2-3.

À savoir

Revue de contrat : Établie entre le LN2 et ses différents bénéficiaires (AIR Languedoc-Roussillon, Atmo PACA, Qualitair Corse, 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. Les revues de contrat sont validées pour un an par le représentant du laboratoire d'étalonnage niveau 2 et les différents bénéficiaires.

Certificats d'étalonnage : Depuis 2007, le LN2 n'émet plus que des certificats d'étalonnage numériques transmis par courriel aux bénéficiaires selon un protocole reconnu par le Cofrac.

Prêt d'étalons du LN2 : Le LN2 propose le prêt d'étalons ET2-3 gaz ainsi que des moyens de mesure en débit et des cales étalons aux AASQA signataires de la convention de coopération interrégionale. En ce qui concerne les ET2-3 gaz, le LN2 a prêté en 2008 son générateur portable ozone durant une journée.

Coût d'un étalonnage gaz : En 2008, le prix de revient moyen d'un raccordement d'un ET2-3 est estimé à 400 €.

Le délai d'immobilisation d'un objet à étalonner (mono-point) est d'une journée.

Bilan des raccordements parc et planification

Le LN2 a réalisé 212 étalonnages en 2008, un nombre resté constant par rapport à 2007.

Les plannings d'étalonnage indiqués dans les revues de contrat 2008 ont été globalement respectés.

Les étalonnages en SO₂ du mois de mai n'ont toutefois pas pu être réalisés suite à un dysfonctionnement majeur de l'analyseur de référence. Sa remise en service, conditionnée par le retour à ses performances métrologiques initiales, a nécessité cinq mois de travail.

6 étalonnages hors planification ont été demandés en 2008 impliquant quatre journées d'étalonnage supplémentaires à l'activité du LN2.

Notons que la part d'étalonnages hors de la portée d'accréditation a de nouveau augmenté cette année. Cette hausse de 40 %, soit 50 étalonnages, entraîne environ 20 % de journées supplémentaires consacrées aux étalonnages pour les bénéficiaires.

Incertitudes d'étalonnage

L'objectif d'incertitude maximale de 5 % fixé dans les revues de contrat a été respecté en 2008. Les incertitudes d'étalonnage dépendent :

- des incertitudes liées aux étalons supérieurs,
- des matériels utilisés,
- de la méthode d'étalonnage,
- des moyens humains et du milieu,
- de 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.

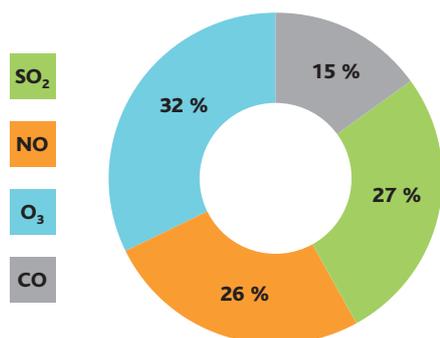
En 2008, les incertitudes d'étalonnages restent stables par rapport à 2007.



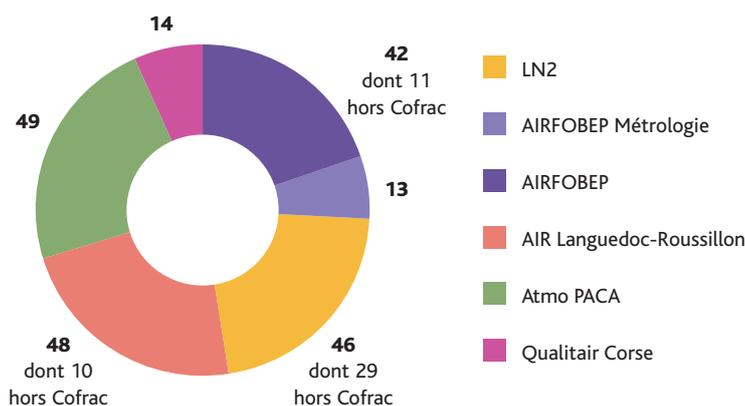
Diluteur / TPG portable Ansyco KT-GPT.

Bilan des raccordements à la chaîne nationale d'étalonnage gaz en 2008

Répartition des étalonnages par polluant



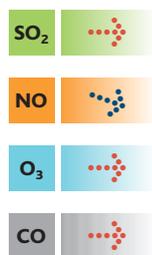
Répartition des étalonnages entre les différents bénéficiaires



Bilan des incertitudes d'étalonnage gaz en 2008

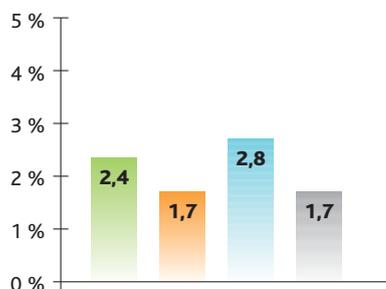
Incertitudes d'étalonnage par polluant

tendance 2008



Incertitudes d'étalonnage sur les ET2-3

incertitude maximale 5 %



Étalonnage du dioxyde d'azote (NO₂)

Dans le cadre d'une chaîne nationale d'étalonnage pour le NO₂, AIRFOBEP participe à une opération pilote entre les différents LN2 et le LNE. Les étalonnages des ET1-2 NO₂ du LN2 ont continué en 2008.

AIRFOBEP poursuit les essais d'étalonnage de bouteilles NO₂ sur les ET1-2 et ET2-3 du LN2.

AIRFOBEP a remplacé, sur son réseau de mesure, l'utilisation d'ET2-3 de type bouteille basse concentration par un diluteur / TPG * portable (Ansyco KT-GPT).

Cet équipement est plus stable dans le temps et permet d'évaluer aisément les rendements de four de conversion NO_x selon les exigences de la norme NF EN 14211 : **méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et en monoxyde d'azote par chimiluminescence.**

* TPG : Titrage en phase gazeuse.



Bilan des raccordements

En 2008, le LN2 a assuré la maîtrise de 47 chaînes de mesure de grandeurs physiques appartenant à ses bénéficiaires. Cette maîtrise est décrite dans les différentes revues de contrat qui précisent :

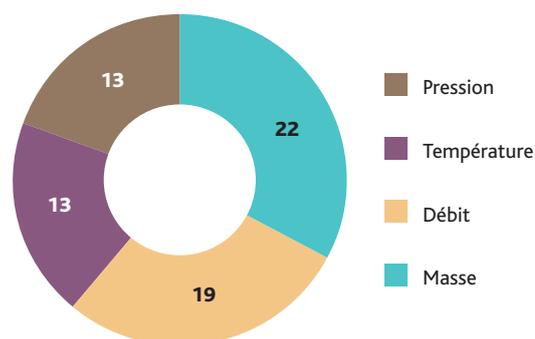
- les moyens de mesure maîtrisés,
- les méthodes et les moyens d'étalonnage utilisés,
- les incertitudes d'étalonnage associées,
- la planification annuelle des raccordements,
- le parc des instruments à étalonner.

Ces revues de contrat sont révisées en début d'année.

En 2008, 67 étalonnages ont été réalisés, dont 5 hors planification.

Le LN2 a mis à disposition de ses bénéficiaires, durant vingt-sept journées, son compteur gaz Actaris type Delta G40 pour l'étalonnage et le contrôle du débit des préleveurs haut débit (Digitel DA80).

... Nombre d'étalonnages par grandeur physique



... Capacités d'étalonnage du LN2 par grandeur physique

Grandeur physique	Usage objet à étalonner	Méthode	Meilleures incertitudes du LN2
Pression atmosphérique (P)	<ul style="list-style-type: none"> • étalonnage TEOM • étalonnage baromètre du site de mesure 	comparaison à l'étalon de référence du LN2 en un point, à pression ambiante	$\pm (2,5 \cdot 10^{-5} \times P + 0,14)$ hPa
Température (T)	<ul style="list-style-type: none"> • étalonnage 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	<ul style="list-style-type: none"> • à zéro degré : $\pm 0,06$ °C • entre 50 °C et 350 °C : $\pm (1,3 \cdot 10^{-3} \times T + 0,05)$ °C
	<ul style="list-style-type: none"> • mesure température ambiante 	comparaison à un thermomètre de travail dans une enceinte fermée entre 20 °C et 40 °C	$\pm 0,4$ °C
Débit (D)	<ul style="list-style-type: none"> • étalonnage 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	$\pm (4,9 \cdot 10^{-3} \times D + 0,014)$ ml/min
	<ul style="list-style-type: none"> • étalonnage RDM 	comparaison à l'étalon de référence du LN2 en azote de qualité 5.0 débit de 5 Nml/min à 30 Nl/min	$\pm (3 \cdot 10^{-3} \times D + 0,017)$ ml/min
Masse (m)	<ul style="list-style-type: none"> • contrôle microbalance des TEOM 	comparaison aux étalons de référence du LN2 entre 40 mg et 130 mg	<ul style="list-style-type: none"> • entre 50 mg et 90 mg : $\pm (6 \cdot 10^{-3} \times m)$ mg • entre 90 mg et 120 mg : $\pm (-2 \cdot 10^{-2} \times m + 2,34)$ mg

Glossaire 3

Digitel DA80 : Préleveur haut débit pour la mesure des Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques.

Partisol : Équipement pour le prélèvement des PM.

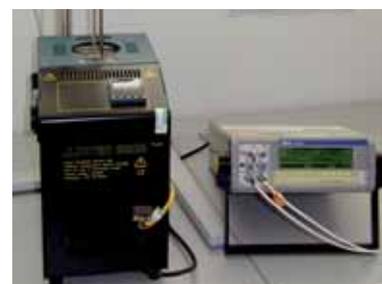
RDM : Régulateur de débit massique.

TEOM : Analyseur de poussières permettant la mesure en temps réel de la masse des PM ($\varnothing \leq$ à 10 μm ou 2,5 μm) selon le prélèvement choisi.

Banc d'étalonnage masse.



Banc d'étalonnage température.



Le laboratoire d'étalonnage niveau 2

Exercice d'intercomparaison Ozone 2008



Un exercice de comparaison interlaboratoires a été réalisé au LN2 d'AIRFOBEP en mars 2008.

Cet exercice concerne la mesure de l'ozone. L'objectif de l'exercice est de valider, via une intercomparaison, les méthodes et les étalons utilisés par les associations de surveillance de la qualité de l'air bénéficiaires du LN2.

Les laboratoires représentant les quatre associations ont participé à cette intercomparaison :

- AIRFOBEP LN2
en qualité de laboratoire de référence
- AIRFOBEP réseau de mesure
- AIR Languedoc-Roussillon
- Atmo PACA
- Qualitair Corse

Principe de l'intercomparaison

L'exercice se déroule en quatre étapes :

1. Chaque participant règle son analyseur.
2. Le LN2 règle son analyseur de référence avec ses étalons de référence.
3. Des concentrations inconnues sont ensuite injectées simultanément dans les analyseurs des participants par l'intermédiaire d'un manifold.
4. Le participant relève la mesure faite par son analyseur selon son propre mode opératoire. Une seule lecture par concentration générée est réalisée par les participants.

Pour les étapes de réglage, les concentrations considérées sont le « zéro » et le point d'échelle de la chaîne nationale. Des concentrations expérimentales sur toute la gamme de mesure des analyseurs ont été générées et mesurées par les participants.



L'exercice de comparaison interlaboratoires Ozone 2008 à Martigues : des moyens importants mis en œuvre.

Caractéristiques des matériels mis en œuvre par les participants

Laboratoire	Polluant	Analyseur	Étalon
AIRFOBEP LN2	Air zéro		bouteille Praxair 5.7
	O ₃	O ₃ 41M Environnement s.a.	49CPS TEI
AIRFOBEP	Air zéro		bouteille Air liquide 5.7
	O ₃	O ₃ 41M Environnement s.a.	KT 03M Ansyco
AIR Languedoc-Roussillon	Air zéro		KT 03M Ansyco
	O ₃	O ₃ 41M Environnement s.a. O ₃ 400E API Envitec	KT 03M Ansyco KT 03M Ansyco
Atmo PACA	Air zéro		KT 03M Ansyco
	O ₃	O ₃ 42M Environnement s.a.	KT 03M Ansyco
Qualitair Corse	Air zéro		KT 03M Ansyco
	O ₃	49i TEI	KT 03M Ansyco



PLUS D'INFOS

« EIL Ozone »

Rapport AIRFOBEP - Mars 2008

www.airfobep.org

Résultats de l'intercomparaison

Il est convenu que la valeur assignée, ou valeur de référence, est la concentration mesurée par l'analyseur du laboratoire d'étalonnage de niveau 2. Cet analyseur est directement raccordé à l'étalon de référence du LN2 qui est utilisé pour le raccordement des étalons des participants.

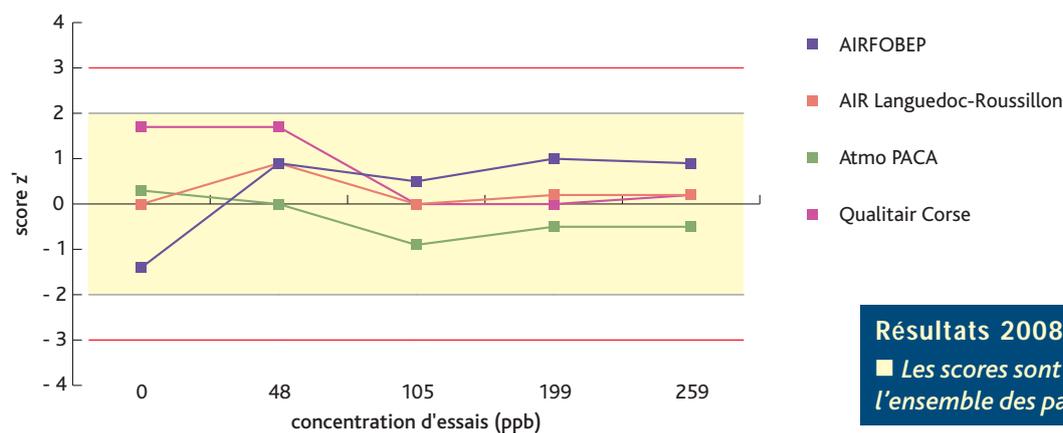
Bien que sans influence sur l'interprétation des résultats, les mesures considérées comme aberrantes par le test de Grubbs sont écartées de l'analyse.

La statistique de performance retenue pour l'évaluation des résultats est le **score z'**.

Le score z' est calculé pour chaque résultat de l'intercomparaison. La performance du résultat est évaluée à partir des critères suivants :

- $|z'| \leq 2$ = satisfaisant
- $2 < |z'| < 3$ = discutable
- $|z'| \geq 3$ = insatisfaisant

Performances des participants : score z' sur les résultats de l'intercomparaison



Résultats 2008

■ Les scores sont satisfaisants pour l'ensemble des participants. ■■■

Métrie

L'état de l'art



Répondre aux exigences des normes CEN

En 2008, AIRFOBEP a poursuivi la mise en place des normes européennes sur son réseau de mesure : NF EN 14211, 14212, 14625 et 14626 relatives aux polluants SO₂, NO-NO₂, O₃ et CO.

L'application de ces normes nécessite la mise en œuvre de moyens et de méthodes au niveau :

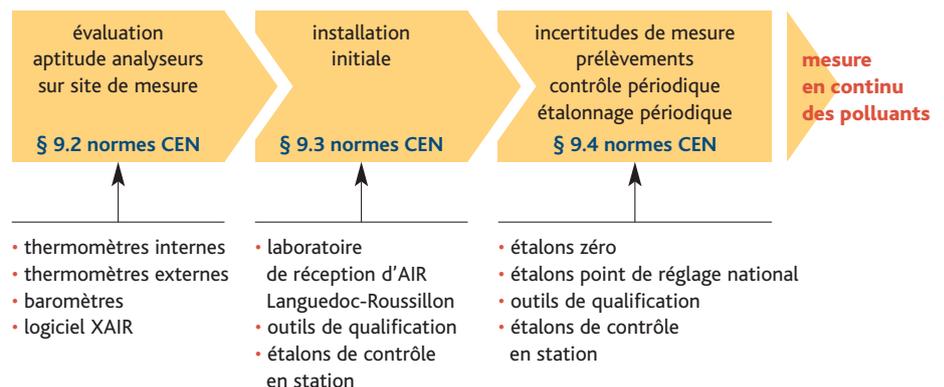
- **organisationnel** (achats, plan de maintenance...),
- **technique** (évaluation des sites de mesure, maîtrise des moyens de mesure...).

AIRFOBEP a mis en œuvre les moyens et les méthodes afin de répondre progressivement aux exigences des normes CEN, tout en maîtrisant les coûts induits.

Exigences européennes et moyens engagés par AIRFOBEP

Les exigences des normes CEN portent sur l'ensemble du processus de mesure :

1. L'évaluation de l'aptitude de l'équipement de mesure sur site.
2. L'installation initiale de l'équipement de mesure.
3. Le contrôle qualité du fonctionnement de l'équipement de mesure.



Des moyens et des méthodes pour optimiser le plan de maintenance

Certaines spécificités d'AIRFOBEP, telles que l'externalisation de la maintenance technique, l'ont amené à adapter ses moyens et méthodes. Le plan de maintenance des équipements et les fréquences d'intervention sur les sites de mesure ont été ainsi optimisés en tenant compte de l'expérience acquise et des exigences des normes européennes.

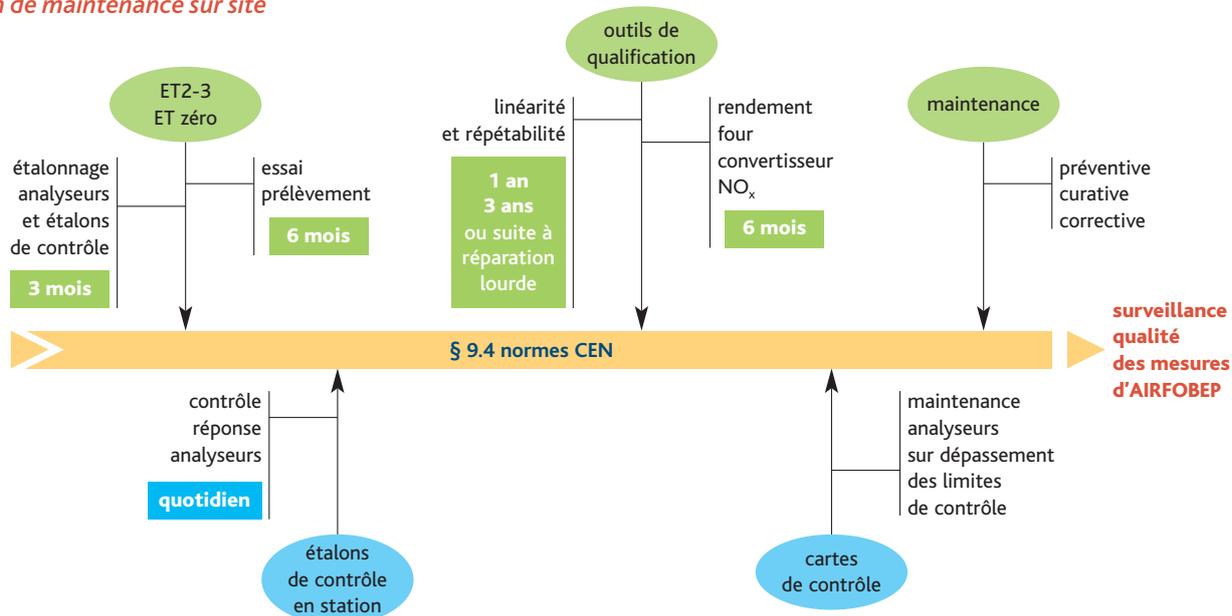
Cela est rendu possible grâce à :

- la mise en œuvre de moyens portables permettant de réaliser, sur site, l'intégralité des évaluations des performances métrologiques,
- l'utilisation, la multiplication et l'amélioration des méthodes de suivi à distance de la réponse des analyseurs (étalons et cartes de contrôle).



Station mobile.

Plan de maintenance sur site



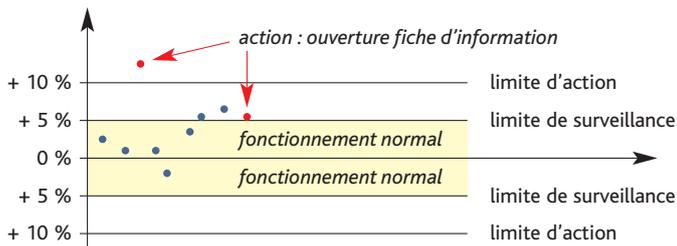
les cartes de contrôle

Les cartes de contrôle sont le moyen de suivi à distance adopté par AIRFOBEP. Elles permettent un suivi quotidien des résultats des étalonnages automatiques.

Principe de surveillance de la réponse des analyseurs



écart entre concentration lue et concentration cible



En 2008, AIRFOBEP a mis en œuvre une méthodologie simple et efficace pour le suivi des cartes de contrôle.

Les cartes de contrôle sont construites et exploitées à partir de deux limites fixées par rapport aux exigences normatives. Des critères d'action sont associés à chacune de ces deux limites. Les actions engagées sont systématiquement tracées sur le système documentaire d'AIRFOBEP.

Ce mode de suivi permet de :

- **surveiller les dérives des analyseurs** à partir de l'utilisation directe des résultats des étalonnages automatiques,
- **éviter les interventions intempestives** sur les sites de mesure pour de « fausses alarmes » et maîtriser ainsi les coûts induits par ce type de surveillance tout en maintenant les objectifs qualité sur la mesure.

Perspectives 2009

■ AIRFOBEP travaille sur l'amélioration de la méthode de suivi des cartes de contrôle. Des développements sont en cours pour intégrer des traitements statistiques des résultats des étalonnages automatiques sur le principe des cartes Shewart ou EWMA. ■ ■ ■

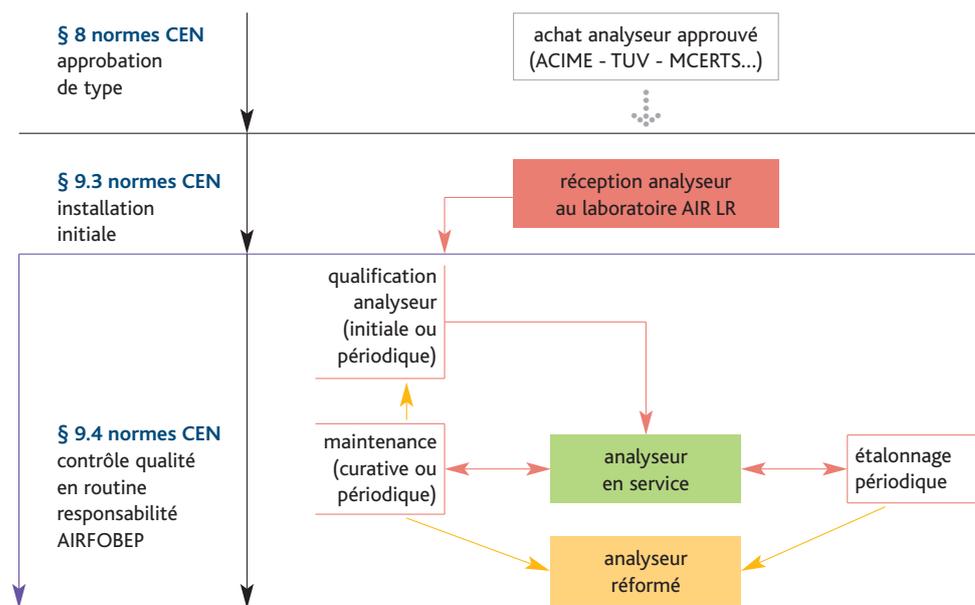
Illustration de la méthode de suivi des cartes de contrôle, mise en œuvre par AIRFOBEP

Métrie

La qualification des analyseurs



Application des normes CEN au sein d'AIRFOBEP



Exigences et besoins

Les normes européennes CEN définissent des exigences à chaque étape du cycle de vie d'un analyseur :

- **L'évaluation avant la mise en service** : pour les AASQA des régions Paca, Corse et Languedoc-Roussillon, les analyseurs neufs sont évalués avant leur mise en service. L'évaluation de type est du ressort du LCSQA ou des organismes de certification. L'évaluation de l'individu est faite par le laboratoire de réception d'AIR Languedoc-Roussillon (AIR LR).
- **Le contrôle qualité** : une part importante échoit aux AASQA quant au maintien à niveau des performances des analyseurs et à la qualité des mesures qu'ils fournissent.

Des étalonnages périodiques des analyseurs garantissent la traçabilité des mesures aux étalons nationaux. Les caractéristiques métrologiques des analyseurs doivent être surveillées régulièrement et répondre aux exigences précisées dans les normes CEN.

AIRFOBEP a choisi de réaliser cette surveillance sur les sites de mesure.

Ce mode de fonctionnement permet :

- d'évaluer les caractéristiques métrologiques (linéarité et répétabilité) des analyseurs in situ,
- de maintenir les cartes de contrôle sur les analyseurs,
- de diminuer les risques de dégradation des analyseurs durant leur transport,
- d'homogénéiser les pratiques de contrôle sur les analyseurs,
- d'améliorer l'efficience.

Les moyens de qualification

Ce mode de fonctionnement nécessite des moyens de qualification adaptés et performants permettant de vérifier avec exactitude les caractéristiques métrologiques. Les moyens actuellement engagés par AIRFOBEP ont prouvé leur efficacité en permettant l'évaluation et la qualification à ce jour de 29 analyseurs.

Ces moyens sont :

- l'Ansyco KT-O3M (O_3),
- le calibrage Aircal 100 (SO_2 , NO- NO_x et CO),
- l'Ansyco KT-GPT pour les rendements des fours de conversion NO_x .

La contrainte principale de ces équipements est l'obligation de présence d'un technicien durant toute la durée des essais, un temps relativement long lorsqu'il s'agit d'évaluer la linéarité des analyseurs de SO_2 , NO- NO_x et CO par exemple.

AIRFOBEP s'est donc penchée sur l'automatisation de ces essais « in situ ». Le matériel recherché devait répondre à plusieurs critères :

- **performances métrologiques**,
- **facilité et souplesse d'utilisation** (paramétrage de différentes séquences d'essais, nombre d'analyseurs sous test, étalonnage en débit du diluteur),
- **gestion complète du cycle d'essais** (essais, acquisition des données, édition de rapport),
- **réduction des coûts de réalisation des essais**.

Le choix s'est orienté vers le GasMix, un diluteur développé par la Société Alytech, qui offre de grandes performances métrologiques. Il est facile à utiliser grâce à son interface de commande et de configuration ainsi qu'à sa technologie. Le GasMix acquis possède quatre RDM et permettra un large choix d'essais. Un ordinateur portable lui est associé afin de le piloter et d'acquérir les mesures de l'analyseur sous test. Les coûts d'utilisation seront réduits. Le choix des RDM du gaz à diluer permet une consommation très faible du gaz de haute concentration. La génération du gaz de zéro est obtenue par un compresseur de 20 L/min associé à des épurateurs chimiques classiques (gel de silice, purafil, charbon actif et sofnocat 514).



GasMix avec PC et interface de commande.

La partie consacrée à l'acquisition des mesures des analyseurs ainsi que le traitement de ces dernières avec la génération automatique d'un rapport selon les besoins d'AIRFOBEP (séquences utilisées et critères de conformité) est en cours de développement.

Deux niveaux d'accès à l'interface de commande du GasMix sont définis :

- un mode « par défaut » permettant son utilisation classique,
- un mode « administrateur » permettant son étalonnage et son réglage en débit.

L'intervention du technicien pour la réalisation d'une qualification d'un analyseur se limite aux différents raccordements fluides et numériques, puis au choix et au lancement de la séquence d'essais appropriée. L'ensemble des séquences d'essais sont configurées et enregistrées. Les débits générés par le GasMix sont enregistrés à une fréquence choisie entre 1 et 10 Hz.

L'intervention, hors transport des matériels sur le site de mesure, nécessitera moins d'un quart d'heure.

Perspectives 2009

■ Le GasMix sera déployé sur le réseau d'AIRFOBEP pour la réalisation des qualifications des analyseurs de SO_2 , NO- NO_x et CO, l'acquisition ainsi que la rédaction de rapport seront finalisées. Dès que cet outil sera validé par des essais terrain, il remplacera le calibrage Aircal 100 qui sera dédié à d'autres fonctions.

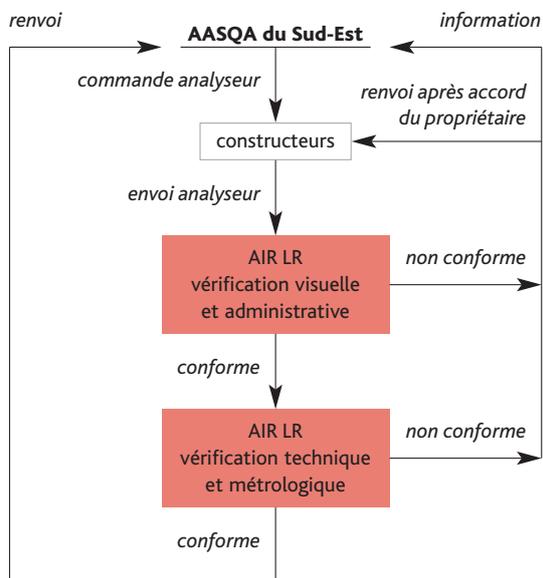
■ Ce changement d'outil permettra une réduction importante de temps et un gain financier, tout en conservant la maîtrise technique des analyseurs de terrain. ■ ■ ■

Métrie

La vérification des analyseurs



Gestion de la vérification métrologique des analyseurs neufs de SO_2 , $NO-NO_x$, O_3 et CO



Vérification visuelle

- réception des appareils dans leur caisse de transport,
- vérification de l'état général du colis et de l'appareil si nécessaire.

Vérification administrative

Vérification de la conformité au bon de commande

- conformité de prix, de type et de quantité
- présence des kits de maintenance, des options et de la documentation, etc.

Enregistrement dans le système qualité

Mise en place des fiches d'enregistrement

- fiche de vie
- fiche de contrôle et de vérification de l'étalonnage

Vérification technique et métrologique

Vérification du bon fonctionnement de l'analyseur automatique

- vérification de l'aspect intérieur/extérieur de l'appareil et retrait des protections de transport
- vérification de la présence des filtres de protection et de la conformité des branchements
- installation et mise sous tension
- vérification de l'absence d'alarmes
- mise en chauffe de l'appareil pendant 4 heures au minimum
- vérification de l'étanchéité du circuit fluide lorsqu'il est réalisable sans danger pour l'analyseur
- vérification des paramètres de fonctionnement
- vérification des sorties analogiques et/ou de la transmission numérique
- vérification du fonctionnement des électrovannes

Évaluation des caractéristiques métrologiques et vérification du respect des critères de conformité (cf. guide Ineris/nov.2005)

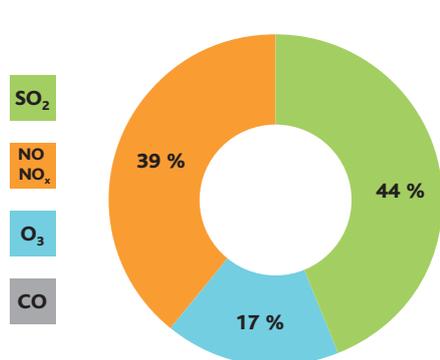
- paramétrage préalable (gamme, retrait des corrections automatiques, protocole de communication, etc.)
- stabilité de la mesure (test complémentaire mis en place par Air LR)
- temps de réponse,
- dérive à court terme,
- linéarité,
- répétabilité,
- rendement du four convertisseur pour les analyseurs $NO-NO_x$ seulement,
- paramétrage final (gamme, reprogrammation des corrections automatiques, protocole de communication, etc.)

Bilan des vérifications réalisées en 2008

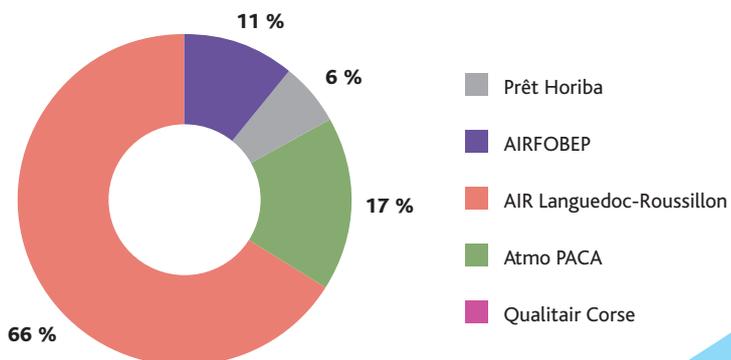
Au cours de l'année 2008, le laboratoire AIR Languedoc-Roussillon a vérifié 18 analyseurs, dont 13 déjà en service. Les 5 analyseurs neufs vérifiés sont conformes.

Polluant	Nombre d'analyseurs neufs	Nombre d'analyseurs en fonctionnement de routine	Nombre de non-conformités fonctionnelles	Nombre de non-conformités métrologiques selon normes CEN	Description des non-conformités
SO ₂	3	5	0	3	<ul style="list-style-type: none"> résultat de la dérive non-conforme pour le point de consigne et/ou pour le point zéro
NO-NO _x	2	5	0	2	<ul style="list-style-type: none"> résultat de la dérive non-conforme pour le point de consigne résultat sur les différences relatives et absolues entre le temps de montée et le temps de descente, non-conforme analyseur non-linéaire
O ₃	0	3	1	0	<ul style="list-style-type: none"> fuite sur le circuit fluide

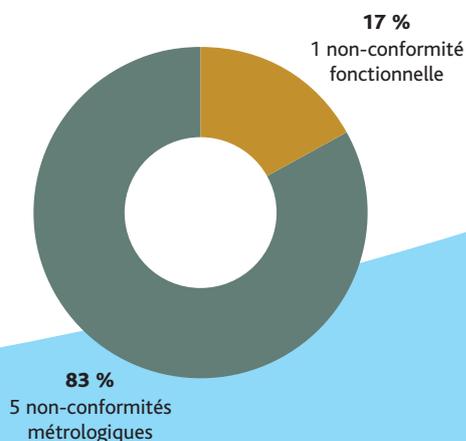
↳ Répartition des analyseurs vérifiés par type de polluant



↳ Répartition des analyseurs vérifiés par AASQA



↳ Type de non-conformités observées



Incertitudes de mesure

Les résultats en 2008



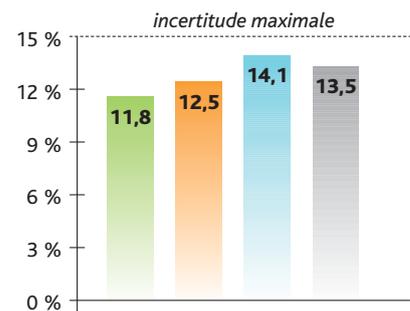
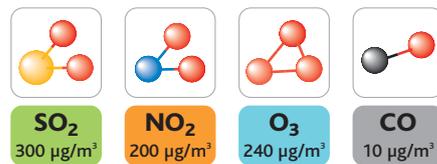
En 2008, AIRFOBEP a estimé ses incertitudes de mesure à partir du modèle de calcul indiqué dans le fascicule de documentation « FD X 43-070-2 » d'avril 2007 édité par l'Afnor. Ce modèle repose sur la méthode d'évaluation du « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » (GUM).

Les résultats sont très voisins de ceux obtenus à partir du modèle de calcul indiqué dans les normes européennes.

Le modèle de calcul est alimenté à partir :

- des données AIRFOBEP obtenues à partir d'essais sur le réseau d'analyseurs de surveillance,
- des données fournies par le LN2 d'AIRFOBEP,
- des résultats d'approbation de type,
- d'autres sources telles que les normes européennes, les données d'essais du LCSQA.

Suivi des incertitudes élargies de mesure



En 2008, les incertitudes de mesure obtenues aux valeurs limites horaires répondent à la limite de 15 % fixées dans les directives européennes.

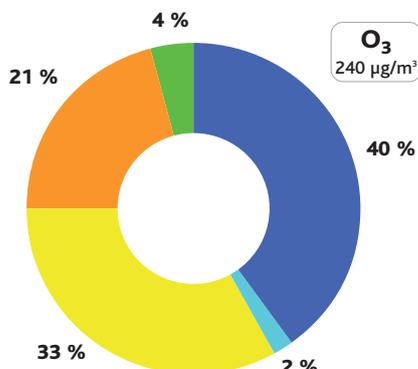
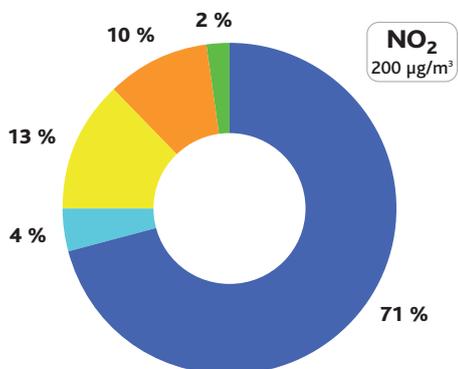
Le poids des sources d'incertitudes diffère en fonction du polluant considéré. Pour chaque polluant, l'analyse de ces différentes composantes permet de cibler les plus importantes. Des actions pourront ainsi être engagées pour réduire le poids de ces composantes et diminuer ainsi l'incertitude de mesure.

L'amélioration des méthodes de suivi, la systématisation des qualifications des analyseurs, l'amélioration des sites de mesure sont autant de facteurs contribuant à mieux estimer et maîtriser les incertitudes de mesure.

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left[\frac{\delta f}{\delta f_i} \right]^2 x u^2(x_i) + 2 \times \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=1}^n$$

Répartition des composantes d'incertitudes



- Poids de l'analyseur
- Poids du milieu
- Poids du prélèvement
- Poids des étalons
- Poids des interférents
- Poids du facteur de conversion

Collaboration



AIRFOBEP et AIR Languedoc-Roussillon ont travaillé ensemble pour développer un outil de calcul permettant d'appréhender les différentes composantes influentes de l'incertitude. Ce travail répond à un besoin exprimé par les bénéficiaires du laboratoire d'étalonnage niveau 2.

La vocation de cet outil n'est pas d'estimer les incertitudes de mesure. C'est un outil d'aide à la décision. Il permet aux AASQA, par identification des composantes d'incertitudes les plus influentes, de prioriser les essais à mener dans ce domaine. L'utilisateur peut, par exemple, modifier le poids des composantes « milieu » en entrant les plages de variations constatées sur le terrain, afin de voir l'influence relative de celles-ci sur l'incertitude finale.

L'estimation des incertitudes de mesure donnée par cet outil repose sur le modèle indiqué dans les normes européennes. Il est alimenté à partir de données provenant des essais d'approbation de type et d'autres données externes aux AASQA. Il ne doit pas être exploité en l'état mais enrichi par les données de chaque AASQA.

Incertitude élargie relative

Analyseur : 23438 Polluant : O₃

Valeur réglementaire : 240 µg/m³

Incertitude de mesure à la valeur réglementaire : 11.3% CONFORME

Répartition des composantes

Poids analyseur Poids milieu Poids étalons
 Poids prélèvement Poids interférents Poids facteur de conversion

Paramètre	Valeur	Unité
Température gaz	20	°C
Température station	20	°C
Humidité	75	%
Vitesse	40	km/h

Retour valeurs initiales

Visualisation des résultats de l'outil de calcul des incertitudes développé par AIRFOBEP et AIR Languedoc-Roussillon.

Mesure des particules en suspension

La nouvelle métrologie des PM



Depuis le 1^{er} janvier 2007, la méthode de mesure des particules en suspension a changé. La nouvelle méthode de mesure, plus précise, détecte une partie non prise en compte jusque-là : la fraction volatile des particules.

Le TEOM-FDMS est un des équipements permettant de réaliser cette nouvelle méthode de mesure. C'est un équipement de mesure complexe qu'il faut maîtriser.

En 2008, AIRFOBEP a mené une étude pour optimiser la mesure des PM par le TEOM-FDMS. L'étude comporte trois axes d'investigation :

- évaluation métrologique du TEOM-FDMS,
- validation des données,
- représentativité de la station de référence.

Évaluation métrologique du TEOM-FDMS

Dans le TEOM-FDMS, la mesure par une microbalance de poussières (TEOM) se fait en deux séquences. L'air échantillonné est séché dans une colonne déshydratante (Nafion) avant d'être dirigé alternativement :

1. Vers le filtre de collection de la microbalance : la variation de masse de ce filtre représente la masse de poussières non volatiles collectées et permet le calcul de la « concentration en poussières non volatiles ».
2. Vers un filtre de purge : le filtre de la microbalance ne collecte plus de poussière, la variation de sa masse est essentiellement causée par la perte des matières volatilisables, elle permet donc le calcul de la concentration en poussières volatiles.

À la suite de ces deux séquences, la concentration de particules dans l'air est obtenue en additionnant la concentration en poussières non volatiles et la concentration en poussières volatiles.

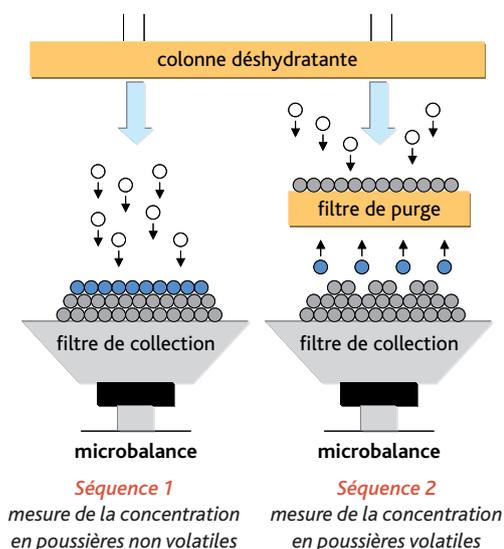
Comme tout équipement de mesure, le TEOM-FDMS nécessite un suivi métrologique, dont le but est de :

- valider son fonctionnement avant sa mise en service,
- vérifier régulièrement et suivre son fonctionnement, notamment par l'étalonnage et le contrôle continu.

La procédure d'évaluation métrologique porte sur :

- la vérification et l'étalonnage des capteurs internes,
- la vérification et l'étalonnage de la microbalance.

Fonctionnement séquentiel du TEOM-FDMS



Étalonnage des capteurs internes

Pour s'assurer de leur bon fonctionnement, les capteurs internes critiques du TEOM-FDMS sont étalonnés.

Les éléments à vérifier en priorité sont :

- la carte analogique,
- la sonde de température ambiante,
- le manomètre interne,
- les régulateurs de débit,
- les sondes d'hygrométrie.

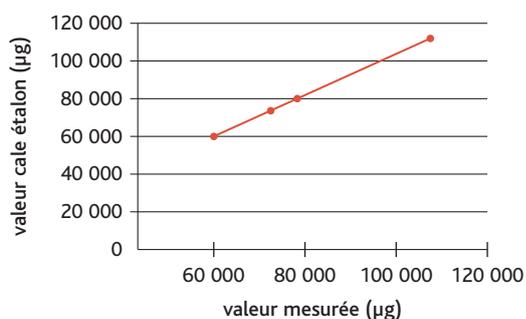
L'hygrométrie dans le circuit fluide du TEOM-FDMS a une grande importance dans le fonctionnement de ce dernier. La représentativité de la mesure de ce paramètre est contrôlée par l'insertion d'un capteur externe au niveau d'un point pertinent du circuit.

Étalonnage de la microbalance

Plusieurs activités ou paramètres métrologiques doivent être évalués et maîtrisés pour s'assurer du bon fonctionnement en routine du TEOM-FDMS :

1. **L'étalonnage** : le coefficient (K0) de la microbalance est vérifié à l'aide de cales étalons maîtrisées au LN2.
2. **La fidélité** : elle est évaluée en « fréquence » et en « masse » à vide et en utilisant une cale étalon.
3. **La linéarité** : moyennant les cales étalons, on représente la fonction « masse mesurée = f (masse étalon) ». La régression linéaire du résultat doit satisfaire des critères établis sur le coefficient de détermination, la pente et les résidus.
4. **La reproductibilité** : deux TEOM-FDMS doivent mesurer simultanément dans les mêmes conditions pour pouvoir déterminer ce paramètre.

Linéarité de la microbalance



TEOM-FDMS en situation à la station de Miramas.



Têtes de prélèvement pour la mesure des particules en suspension dans l'air.

Mesure des particules en suspension

La nouvelle métrologie des PM (suite)



Validation des données du TEOM-FDMS

Avec l'introduction du TEOM-FDMS, la validation technique des données de mesure des PM se trouve modifiée. Les données peuvent être invalidées dans deux cas :

- lorsqu'un dysfonctionnement du TEOM ou du TEOM-FDMS de référence est constaté,
- lorsque la mesure obtenue est jugée aberrante.

Le constat d'un dysfonctionnement est fait grâce au suivi des paramètres techniques des équipements en question. Pour les TEOM et les TEOM-FDMS, il s'agit principalement de :

- la fréquence, le bruit et la saturation du filtre pour la microbalance,
- les températures, humidités et points de rosée de fonctionnement du FDMS.

La mesure peut être jugée aberrante pour plusieurs raisons. Il arrive, par exemple, que la mesure TEOM-FDMS soit inférieure à celle du TEOM. Cela n'est pas toujours cohérent puisque le premier est censé, en général, mesurer une fraction supplémentaire de PM : la fraction volatile. Dans ces cas :

- faut-il invalider systématiquement la donnée de mesure ?
- faut-il raisonner sur les données quart-horaires ou sur les moyennes journalières ?

Trois scénarii de validation ont été testés sur les mesures de l'année 2008. Le traitement des données obtenues montre que :

- le nombre de données validées est sensiblement identique quelle que soit la méthode de validation,
- la moyenne annuelle est très peu sensible ($< 1 \mu\text{g}/\text{m}^3$) à la méthode de validation,
- le nombre de dépassements de seuils varie selon la méthode de validation. Ainsi, un plus grand nombre de jours de dépassement est obtenu avec la validation au pas de temps quart-horaire. La différence reste néanmoins limitée. Elle est inférieure à 5 % pour le seuil de $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en moyenne journalière.

Plus les données négatives sont reconstituées, plus la différence entre les scénarii de validation est importante : une bonne maîtrise du fonctionnement du TEOM-FDMS participe à la réduction des données négatives et donc à la robustesse de la procédure de validation.

Représentativité de la station de référence

Une station de référence est utilisée pour ajuster les mesures des PM dans une zone géographique donnée. Ce fonctionnement choisi au niveau national est justifié par l'hypothèse de l'homogénéité de la fraction volatile dans la zone en question.

Deux couples TEOM/TEOM-FDMS ont été installés dans les sites de Miramas et Châteauneuf / La Mède. Cela permet la mesure de la fraction volatile en ces deux points distants de 25 kilomètres.

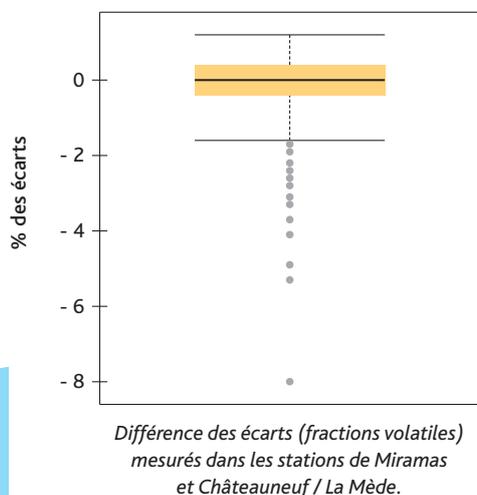
Le traitement des données ainsi obtenues montre que :

1. Globalement, la différence relative entre les écarts est nulle et n'excède que très rarement les 2 %.
2. La différence entre les écarts :
 - a très peu d'influence sur les moyennes annuelles,
 - influence grandement le nombre de dépassements de seuils, particulièrement celui de $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Les résultats obtenus ne remettent pas en cause l'utilisation d'une station de référence.

- Il faut, par contre, veiller à ce que la typologie de cette dernière ne soit pas trop particulière : une station sous influence industrielle ou une station de trafic, par exemple.
- Les différences peuvent aussi être liées à d'autres paramètres comme la reproductibilité, qu'il est important d'évaluer.

Dispersion de la différence relative des écarts



Participation aux groupes de travail liés à la chaîne de mesure en 2008

Groupe de travail national « Incertitudes »

Le groupe a poursuivi la rédaction de guides pratiques sur le calcul de l'incertitude de mesure de la qualité de l'air.

Les parties III, IV et VI concernant les prélèvements en benzène et dioxyde d'azote sur tubes à diffusion, ainsi que le prélèvement par pompage du benzène suivi d'une analyse en laboratoire ont été édités par l'Afnor sous la forme de fascicule de documentation :

- FD X43-070-3,
- FD X43-070-4,
- FD X43-070-5.

Groupe de travail national « Plomb et polluants de la 4^e directive fille »

Le groupe de travail a publié un guide de recommandations nationales en 2008. L'ensemble des thématiques, de la stratégie de mesure aux incertitudes, y sont détaillées.

La commission de suivi « particules »

En 2008, la nouvelle métrologie des particules en suspension est restée au centre des travaux de la commission. Des points, très pratiques dans la mise en œuvre de cette métrologie, ont notamment été abordés :

- le contrôle qualité des équipements comme le TEOM-FDMS : un guide pratique a été édité à partir des travaux de la commission,
- la procédure de validation des données de mesure des PM.

Des travaux ont également été initiés en perspective de l'application de cette métrologie à la mesure des PM 2.5.



Route de la Vierge
13500 Martigues

Tél. : 04 42 13 01 20 • Fax : 04 42 13 01 29
Courriel : airfobep@airfobep.org
Site : www.airfobep.org

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

Bénéficiaires du laboratoire d'étalonnage



Les Échelles de la Ville - Antigone
3, place Paul-Bec - 34000 Montpellier
Tél. : 04 67 15 96 60 • Fax : 04 67 15 96 69
Courriel : info@air-lr.org
Site : www.air-lr.org



146, rue Paradis
13006 Marseille
Tél. : 04 91 32 38 00 • Fax : 04 91 32 38 29
Courriel : nous.contacter@atmopaca.org
Site : www.atmopaca.org



Lieu-dit Lergie - RN 200
20250 Corte
Tél. : 04 95 34 22 90 • Fax : 04 95 34 25 69
Courriel : info@qualitaircorse.org
Site : www.qualitaircorse.org

Laboratoire de réception

Avec le soutien de

