

Compte-rendu

REUNION LCSQA-LNE/NIVEAUX 2

Date : 17 janvier 2018

Horaires : 10h00 - 16h00

Lieu : LNE, 1 rue Gaston Boissier, 75015 Paris

Présents : Frédéric Marty (AIR PACA), Mickaël Charuel (AIR PL), Christophe Debert (AIRPARIF), Laurent Gauvin (AIRPARIF), Edouard Rey (ATMO Occitanie), Sébastien Dubost (LIM-Atmo Grand EST), Thibaut Saulnier (ATMO Aura), Tatiana Macé (LCSQA/LNE), Christophe Sutour (LCSQA/LNE), Laurent Saragoza (LCSQA/LNE), Fabien Mary (LCSQA/LNE), Thomas Venault (LCSQA/LNE), François Mathé (LCSQA/IMT Lille Douai), Eva Leoz (LCSQA)

Excusés : Olivier Noteuil (Madininair), Emmanuel DURIEZ (ORA Réunion)

1. ORGANISATION NIVEAUX 2 / NIVEAUX 3

Il est fait un point sur l'organisation de la chaîne d'étalonnage entre les niveaux 2 et les niveaux 3 suite à la régionalisation.

1) Niveau 2 LIM-Atmo Grand EST :

Le niveau 2 LIM-Atmo Grand EST effectue le raccordement des :

- Etalons d'ATMO Grand Est
- Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Franche Comté pour 2018 ; une réflexion sera menée durant l'année 2018 concernant les raccordements pour la Bourgogne
- Etalons de réserve utilisés par ATMO Grand Est et ATMO Bourgogne Franche Comté
- Etalons de Scal'Air : raccordements réalisés une fois par an pour CO, NO, SO₂ et O₃ (3 diluteurs et 1 KTO3) depuis 2017 ; il est également effectué quelques tests métrologiques pour les appareils neufs

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 238 certificats d'étalonnage (un certificat par point de consigne)
- Prévisionnel 2018 : 210 étalonnages
- 0,7 ETP pour les étalonnages gaz répartis entre deux personnes au laboratoire
- Réalise également des étalonnages pour les grandeurs physiques : température, humidité relative, pression, débit (jusqu'à 30 m³/h), tension (0 à 10 V)

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO à 200 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 1 bouteille de NO₂ à 200 nmol/mol
- 2 générateurs d'ozone

2) LCSQA/IMT Lille Douai :

Depuis juin 2017, le LCSQA/IMT Lille Douai a arrêté ses activités de raccordement pour le réseau ATMO Haut de France.

L'activité s'est recentrée sur l'organisation de CIL (notamment pour les niveaux 2).

L'IMT Lille Douai indique qu'ils auront encore besoin d'étalonnages par le LCSQA/LNE qui seront certainement calés par rapport aux dates des CIL, avec certainement un étalonnage une fois par an. La possibilité de raccordement avant et après la CIL pour les niveaux 2 est évoquée.

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO (concentration à déterminer)
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 1 bouteille de NO₂ à 200 nmol/mol
- 1 générateur d'ozone (étalon de référence)

3) Niveau 2 ATMO Aura :

En 2018, ATMO Aura raccorde l'ensemble des étalons de l'AASQA, ce qui n'était pas le cas en 2017, puisque ATMO Aura ne raccordait pas les étalons de l'Auvergne.

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 209 certificats d'étalonnage (un certificat par point de consigne)
- Prévisionnel 2018 : similaire, car diminution de la périodicité pour le SO₂ (passage à six mois)
- 0,35 ETP pour les étalonnages gaz (1 personne)
- Réalise également des étalonnages pour les grandeurs physiques : température, humidité relative, pression, débit, masses

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO à 800 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 200 nmol/mol
- 2 générateurs d'ozone

4) Niveau 2 Airparif :

Le niveau 2 d'AIRPARIF effectue le raccordement des :

- Etalons d'Airparif
- Etalons d'ATMO Haut de France depuis 2017
- Etalons d'ATMO Normandie (Rouen, Le Havre uniquement) ; cette situation restera pérenne, car ATMO Normandie souhaite garder deux niveaux 2 différents
- Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Bourgogne pour 2018 ; une réflexion sera menée durant l'année 2018 concernant les raccordements pour la Franche Comté

Le niveau 2 d'AIRPARIF ne raccorde plus les étalons de Lig'Air depuis janvier 2018.

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 480 certificats d'étalonnage (un certificat par point de consigne)
- Prévisionnel 2018 : 400 à 450 étalonnages
- 0,8 ETP pour les étalonnages gaz répartis entre trois personnes au laboratoire
- Réalise également des étalonnages pour les grandeurs physiques : température, humidité relative, pression, débit (0 à 50 l/min), tension (0 à 10 V) ; à noter que ces étalonnages prennent de plus en plus d'ampleur
- Qualification de diluteurs
- Vérification de l'air zéro (bonne centaine, il s'agit d'épurateurs par exemple)

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 2 bouteilles de NO à 200 et 800 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 2 bouteilles de NO₂ à 200 et 800 nmol/mol
- 2 bouteilles de BTEX à 10 et 90 nmol/mol
- 1 générateur d'ozone

5) Niveau 2 Air PACA :

Le niveau 2 d'AIR PACA effectue le raccordement des :

- Etalons d'AIR PACA
- Etalons de Qualitair Corse

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 286 certificats d'étalonnage (un certificat par point de consigne) en comptant l'air zéro
- Prévisionnel 2018 : 240 étalonnages gaz (air zéro tous les 6 mois sur des bouteilles)
- 0,4 ETP pour les étalonnages (1 personne) pour les raccordements au SI (gaz, T°C, % HR, Pression et débit) ; les pesées sont effectuées par une autre personne.
- Réalise également des étalonnages pour les grandeurs physiques : température, humidité relative, pression, débit (5 sccm à 1 m³/h), masses (pesée de filtres selon la NF EN 12341, cales TEOM et masses étalons) en laboratoire dédié à la gravimétrie.

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO à 200 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 2 générateurs d'ozone

6) Niveau 2 ATMO Occitanie

Le niveau 2 d'ATMO Occitanie effectue le raccordement des :

- Etalons d'ATMO Occitanie comprenant ceux de Montpellier depuis 2017
- Etalons d'ATMO Nouvelle Aquitaine

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 130 certificats d'étalonnage (un certificat par point de consigne) pour 140 raccordements
- Prévisionnel 2018 : stable
- 0,4 ETP pour les étalonnages gaz (1 personne)

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO à 200 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 1 bouteille de NO₂ à 200 nmol/mol
- 1 générateur d'ozone

7) Niveau 2 Air Pays de Loire

Le niveau 2 d'Air PL effectue le raccordement des :

- Etalons d'Air PL
- Etalons d'Air Breizh
- Etalons d'ATMO Normandie (uniquement pour Caen)
- Etalons de Lig'air depuis janvier 2018

Quelques chiffres :

- Nombre d'étalonnages effectués en 2017 : 176 étalonnages au point échelle, dont 54% pour l'interne ; à noter un volume important de vérifications d'air zéro (74 en 2017)
- Prévisionnel 2018 : 224 étalonnages dont 52 pour Lig'air (et 123 vérifications en air zéro)
- 0,55 ETP pour les étalonnages gaz (1 personne, avec une suppléance assurée par Airparif par accord de coopération mutuelle)
- Réalise également des étalonnages pour les grandeurs physiques : débit (0 à 100 ml/min et 0 à 20 l/min)

Point sur les étalons envoyés au LCSQA/LNE pour raccordement :

- 1 bouteille de NO à 200 nmol/mol
- 1 bouteille de CO à 9 µmol/mol
- 1 bouteille de SO₂ à 100 nmol/mol
- 1 bouteille de NO₂ à 200 nmol/mol
- 2 générateurs d'ozone (1 à terme le temps d'avoir un historique suffisant sur le nouvel instrument)

Bilan :

- Pour 2018, il est donc acté le maintien de 6 niveaux 2 en métropole et deux dans les DOM (Martinique et ORA Réunion), qui résulte d'une réflexion interne menée par les AASQA en 2017.
- Une étude est actuellement menée par le LCSQA/LNE sur le développement d'une nouvelle méthode de vérification de l'air zéro, moins contraignante que celle basée sur le QC-Laser et mise en place par le LCSQA/LNE il y a 5 ans. De ce fait, le LCSQA/LNE ne pourra pas réaliser de vérification d'air zéro en 2018 ; la nouvelle méthode devrait être effective en 2019, si les résultats des essais menés en 2018 sont concluants. Pour pallier ce manque, les niveaux 2 vérifient leur air zéro au cours de la CIL niveau 2 organisée par le LCSQA/IMT Lille Douai ; les AASQA indiquent ne pas faire de vérifications d'air zéro par des structures externes au dispositif de surveillance de la qualité de l'air.
- Concernant le raccordement multi-points en ozone, le LCSQA/LNE indique pouvoir adapter son mode opératoire en fonction du nombre de points demandés par les niveaux 2. Il n'y a donc pas de nécessité d'homogénéiser le nombre et les valeurs des consignes des niveaux 2 pour l'ozone.
- Concernant la possibilité d'étalonner des mélanges gazeux haute concentration suite à la demande de certains niveaux 2, le LCSQA/LNE indique que cela nécessiterait des développements importants (méthode, de mesure, étalons de référence, accréditation...) qui pour l'instant ne peuvent pas être financés dans le cadre de la convention LCSQA avec le ministère en charge de l'environnement.

Actions :

- Le LCSQA/LNE proposera un tableau excel pour compiler l'ensemble des éléments fournis ci-dessus (indiquer le nombre de raccordements et non le nombre de certificats ; demander la proportion par polluant pour avoir une idée des tendances).
- Le LIM-Atmo Grand EST envoie sa carte décrivant les niveaux 2 au LCSQA qui rajoutera les noms des niveaux 2, etc...

Discussion sur les coûts d'étalonnage facturés par les niveaux 2 à leurs niveaux 3 :

Depuis 2014, les niveaux 2 appliquent un tarif de 183 € par raccordement (1/3 de ce coût devrait être pris en charge par l'Etat, ce qui n'est pas effectif en réalité) : ce chiffre est issu d'une réflexion menée en 2014 au niveau d'ATMO France et est le résultat d'une formule adressée à toutes les AASQA. Néanmoins, certains niveaux 2 n'appliquent pas les mêmes tarifs lorsqu'il s'agit de raccordements multi-points : par exemple, AIR PL facture le nombre de points multipliés par 183 €, alors qu'AIRPARIF facture le premier point à 183 €, puis chaque point supplémentaire à 20 €.

2. PERIODICITE DES RACCORDEMENTS DES ETALONS DE TRANSFERT 1 ET 2

T. Macé explique que le budget global du LCSQA pour 2018 sera identique à celui de 2017. De ce fait, pour pouvoir réaliser des actions prospectives, il a été décidé notamment sous l'impulsion du bureau de la qualité de l'air de rationaliser les actions récurrentes telles que les étalonnages.

Par conséquent, compte tenu du retour d'expérience sur les raccordements des étalons 1-2, le LCSQA a proposé, dans un premier temps, un passage à six mois pour CO et SO₂, ce qui est déjà chiffré pour le programme de travail de 2018.

De leur côté, les niveaux 2 ont également réfléchi en interne à cette question de rationalisation des raccordements de leurs ET1-2 et ER2 O₃ et globalement, la plupart souhaitent passer à des étalonnages tous les six mois pour tous les polluants, justifiés par la stabilité des étalons de référence de niveau 2.

Après discussion, les périodicités de raccordement des niveaux 2 de métropole sont résumées dans le tableau ci-après.

Polluant considéré	Niveau 2					
	AIRPARIF	ATMO AURA	AIR PACA	ATMO Occitanie	AIR PL	ATMO Grand-Est
NO	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois
NO ₂	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	-	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois
SO ₂	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois	Tous les 3 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois
CO	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois (maintien de la chaîne CO)	Tous les 6 mois	Tous les 3 mois	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois
Ozone	Tous les 6 mois	Tous les 3 mois (les 2 générateurs en alternance)	Tous les 3 mois (2 générateurs en alternance)	Tous les 6 mois	Tous les 6 mois (1 générateur d'ozone)	Tous les 3 mois (2 générateurs en alternance)
BTX	Tous les 3 mois	-	-	-	-	-

Actions :

- Le LCSQA/LNE réajustera le programme de travail pour 2018 en conséquence.
- Concernant la planification des étalonnages par le LCSQA/LNE, la première session d'étalonnages du planning 2018 est maintenue pour ne pas perturber l'organisation des niveaux 2. Par contre, le LCSQA/LNE proposera aux niveaux 2 une nouvelle planification à mettre en place pour le deuxième semestre en ne maintenant pas le troisième trimestre.
- Pour établir le mieux possible la nouvelle planification, les niveaux 2 adressent au LCSQA/LNE un calendrier identifiant les périodes critiques pour les étalonnages.
- Le LCSQA/IMT Lille Douai informera le LCSQA/LNE du nombre d'étalons à raccorder ainsi que la période envisagée par rapport à la date de la CIL pour les niveaux 2.
- Les niveaux 2 modifieront leurs procédures internes en tenant compte des nouvelles périodicités d'étalonnage.
- Les conventions LCSQA-LNE/Niveaux 2 seront remises à jour.

Discussion sur l'organisation et le financement des transports des étalons 1-2 :

En 2017, le LCSQA/LNE avait souhaité de ne plus prendre en charge le transport du matériel qui n'est pas financé dans le cadre de la convention LCSQA avec le ministère en charge de l'environnement et qui s'avère assez compliqué à gérer en interne. Cette demande n'ayant pu être traitée en 2017, elle est donc remise à l'ordre du jour pour 2018.

ATMO Occitanie indique avoir pris en compte la proposition du LCSQA/LNE et s'être organisé pour financer les transports aller/retour de ses étalons en répercutant le coût sur le prix du raccordement pour le niveau 3.

Actions :

- **Le LCSQA/LNE vérifiera le temps nécessaire en interne pour préparer le matériel, une fois les étalons raccordés et descendus à la réception.**
- **Le LCSQA/LNE transmettra l'information aux niveaux 2 et au vu de cette information, définira un jour de mise à disposition du matériel à la réception du LCSQA/LNE.**
- **En conséquence, à partir de 2018, les niveaux 2 financent les transports aller/retour des étalons ; il incombe aux niveaux 2 de les répercuter si nécessaire sur les coûts des étalonnages.**

Discussion sur la dématérialisation des certificats d'étalonnage :

AIR PL a demandé au LCSQA/LNE s'il était possible de dématérialiser les certificats d'étalonnage.

Action :

- **A dater de la présente réunion, le LCSQA/LNE adressera les certificats d'étalonnage aux niveaux 2 sous format électronique (à préciser éventuellement dans les conventions bilatérales).**

Question sur les fiches de sécurité (FDS) :

Dans certains cas, les fiches de sécurité ne sont pas présentes dans les colis. Les niveaux 2 confirment le fait qu'ils joignent toujours les FDS lors de l'envoi de leurs étalons au LCSQA/LNE, mais qu'il peut arriver qu'elles soient perdues par les transporteurs.

Le LCSQA/LNE explique que les expéditions ne peuvent pas être effectuées en cas d'absence de ces FDS, ce qui retarde de fait la livraison dans les niveaux 2.

Action :

- **Avant sa demande de conditionnement du matériel au service logistique, le LCSQA/LNE vérifiera la présence des fiches de sécurité (FDS). En cas d'absence, le LCSQA/LNE joindra de nouvelles FDS.**

3. REX SUR LA CHAÎNE NATIONALE D'ÉTALONNAGE

Problèmes de matériel au LCSQA/LNE :

Le LCSQA/LNE a identifié des problèmes sur ses analyseurs 42i pour les mesures de NOx. Un tour de table a été réalisé pour connaître les analyseurs de NOx utilisés par les niveaux 2.

- AIRPARIF : AC32M (préférentiellement) et Horiba
- ATMO Occitanie : 42i
- LCSQA/IMT Lille Douai : 42i
- ATMO AURA : 42C
- LIM-Atmo Grand EST : 42i
- AIR PL : Télédynne M200E (API), mais va s'équiper prochainement d'un AC32M
- AIR PACA : Horiba

Problèmes rencontrés par le LIM-Atmo Grand EST :

Ils constatent une augmentation en 2017 des erreurs sur les certificats d'étalonnage du LCSQA/LNE.

Le LCSQA/LNE s'en excuse et indique qu'ils sont en train de mettre en place une nouvelle organisation interne au niveau du laboratoire afin d'éviter ce type de problème ; cette nouvelle organisation devrait prendre effet en février 2018. En effet, il sera confié la partie opérationnelle des étalonnages périodiques de gaz effectués notamment dans le cadre du LCSQA à F. Mary (planification des étalonnages, vérification des étalonnages, signature des certificats d'étalonnage...). Après une période de formation, F. Mary deviendra également suppléant de C. Sutor notamment vis-à-vis du COFRAC.

De plus, le LIM-Atmo Grand EST a identifié un problème sur un mélange gazeux de NO₂ en bouteille portant sur des écarts importants sur les valeurs déterminées lors de deux raccordements successifs. Après investigation, le LIM-Atmo Grand EST a décidé d'étalonner les nouveaux mélanges gazeux de NO₂ par rapport à ses étalons ; en cas d'impossibilité, il sera demandé au LCSQA/LNE de faire deux raccordements à 8 jours d'intervalle.

Problèmes rencontrés par ATMO Occitanie :

ATMO Occitanie indique avoir rencontré un problème sur un détendeur Swagelok neuf équipant une bouteille en 2017, au retour d'un étalonnage effectué par le LCSQA/LNE. Après expertise par le fabricant, il s'est avéré que la vanne ¼ de tour avait été serrée trop fort.

Problèmes rencontrés par AIR PL :

AIR PL a identifié des écarts certes non significatifs entre les valeurs déterminées lors de deux raccordements successifs, mais qui se répercutent néanmoins sur la chaîne d'étalonnage. Par conséquent, l'idée de regrouper le raccordement de plusieurs niveaux 2 pourrait permettre d'identifier une dérive redondante entre plusieurs étalons des niveaux 2 justifiant d'agir en conséquence (analyse de causes, ré-étalonnage éventuel pour confirmation...).

4. POINT SUR LES COMPARAISONS ORGANISEES ENTRE LES NIVEAUX 2 PAR LE LCSQA/IMT LILLE DOUAI

Suite à l'arrêt de ses activités en tant que niveaux 2, le LCSQA/IMT Lille Douai s'est repositionné sur l'organisation des comparaisons interlaboratoires (CIL).

La dernière CIL avait été organisée en 2016. Comme une périodicité de deux ans a été fixée, la nouvelle CIL sera proposée pour 2018 avec le souhait de faire participer des laboratoires étrangers équivalents au LCSQA (Laboratoire Belge et/ou NILU en Norvège), et peut être également un laboratoire privé (Aéroport de Paris).

Actuellement, seuls les polluants gazeux réglementés sont visés à savoir, O₃, SO₂, NO/NO_x, CO dans une matrice « Air sec ».

Le LCSQA/IMT Lille Douai prévoit de faire évoluer le dispositif pour pouvoir intégrer l'humidité relative en tant qu'interférent, proposer d'autres polluants prospectifs tels que NH₃, H₂S, COV... et tester des dispositifs de type micro-capteurs qui pourraient être intégrés dans ce type de CIL.

E. Leoz rappelle que des participants extérieurs au dispositif devront financer leur participation à la CIL.

Concernant l'accréditation selon la norme ISO 17043 de cette activité, E. Leoz indique que dans l'arrêté de 2017, le LCSQA se doit d'être accrédité selon la norme ISO 17025, mais qu'il n'y a aucune obligation concernant la norme ISO 17043. De plus, il n'y a aucune obligation d'être accrédité selon la norme ISO 17025 lorsqu'on est accrédité selon la norme ISO 17043. En conséquence, F. Mathé explique qu'ils travaillent dans le respect des exigences de la norme ISO 17043, mais qu'il n'est pas prévu pour l'instant que le LCSQA/IMT Lille Douai soit accrédité selon ce référentiel.

Action :

- **Le LCSQA/IMT Lille Douai fera rapidement circuler un doodle pour pouvoir fixer les dates de la prochaine comparaison interlaboratoires (CIL) (a priori en septembre/octobre 2018).**

5. POINT SUR LES AUDITS INTERNES DES NIVEAUX 2

Air PL fait part de ses difficultés pour la réalisation des audits internes notamment de son laboratoire et à motiver du personnel pour être auditeur interne.

Actions :

- Les niveaux 2 proposent qu'une liste de nom d'auditeurs internes potentiels soit mise à disposition des AASQA, en identifiant les critères d'habilitation propres à chaque auditeur. Ceci permettrait d'étudier la possibilité de mutualiser les auditeurs entre les AASQA. Cette action pourrait être proposée au club QSE d'ATMO France, car les membres font chaque année un suivi des audits croisés et un recueil des besoins en termes de qualité.
- Le LCSQA pourrait étudier la faisabilité de créer une page du type CS ou GT pour déposer les documents communs (tableaux, etc...).
- Les niveaux 2 pourraient demander au club QSE de leur faire une formation concernant la révision de la norme ISO 17025.
- Le LIM-Atmo Grand EST se renseigne auprès de Guy Clauss pour savoir si l'analyse faite par le LIM-Atmo Grand EST des deux versions de la norme pourrait être mise à disposition de l'ensemble des niveaux 2.
- Le LCSQA/LNE se renseigne également sur la possibilité de mettre à disposition l'analyse faite en interne sur les différences entre les deux versions de la norme.

6. RETOUR D'EXPERIENCE SUR LA METHODE DECRITE DANS LA NORME NF X43-056 (DEROULEMENT, CALCULS DES INCERTITUDES)

F. Marty présente le retour d'expérience d'Air PACA sur l'application de la norme NF X43-056 (cf. présentation en annexe 1).

Pour mémoire, cette norme a été révisée entre 07/2015 et 03/2016 pour une publication AFNOR en février 2017.

Vérification du réglage de l'analyseur (en début et en fin d'étalonnage) : F. Marty considère cette obligation excessive par rapport au risque encouru et l'expérience acquise. La vérification en fin d'étalonnage pourrait être conditionnelle (en lien avec l'expérience acquise).

Réglage au voisinage de la concentration de l'objet à raccorder : lorsque la linéarité est maîtrisée, il serait possible d'étalonner en un seul point. Une simulation réalisée par AIR PACA montre que l'étalonnage en un point en O₃ conduit à une incertitude bien en dessous des 5% exigés par les normes CEN. L'obligation de réglage au voisinage de la concentration de l'objet à raccorder pourrait être également conditionnelle.

Réglage au zéro systématique : Il faudrait vérifier si cette règle peut s'appliquer à tous les polluants (quid du CO₂ voire NH₃ ?).

Dérive de l'AR2 : l'incertitude due à la dérive de l'analyseur n'est pas prise en compte. Si on suit la démarche GUM, il faudrait en effet en tenir compte, ce qui est déjà effectif chez Airparif. Toutefois, Air PL juge que le respect de la limite de répétabilité suffit à justifier d'une non-dérive (respect des conditions de répétabilité, prise en compte dans le budget d'incertitude) et indique que ce point de vue n'a pas été remis en cause lors de son dernier audit Cofrac.

Erreur de réglage : par exemple, un analyseur est réglé à 277 nmol/mol, alors que la valeur de l'étalon est de 276,5 nmol/mol. Cette erreur de justesse devrait être prise en compte dans le budget d'incertitude.

Suite aux discussions, 2 résolutions sont proposées.

Proposition de résolution n°1:

- Toute modification des règles énoncées au paragraphe 5.3.3 de la norme NF X 43-056, concernant le réglage systématique de l'analyseur de référence du niveau 2 doit faire l'objet d'une évaluation de son impact sur la mesure et l'incertitude associée par le niveau 2.

Proposition de résolution n°2:

- En complément des composantes d'incertitude de la chaîne au niveau 2 (indiquées au paragraphe 6.2 de la norme NF X 43-056), il convient d'ajouter la résolution de l'analyseur de référence à la répétabilité sur chaque lecture effectuée.

Actions :

- Chacune des 2 résolutions sera formalisée dans le formulaire rédigé à cet effet par le LCSQA. Ils seront ensuite envoyés aux niveaux 2 pour validation et pour qu'ils complètent le paragraphe sur l'impact économique de la mise en œuvre de la résolution dans l'AASQA.
- Le LCSQA présentera les résolutions au prochain CPS (15/03/18). Les résolutions seront d'application immédiate une fois acceptées.

7. RECUEIL DES BESOINS DES NIVEAUX 2 SUR LES AUTRES POLLUANTS

Le LCSQA souhaite avoir un retour des AASQA concernant les besoins prospectifs sur les nouveaux polluants.

Le LCSQA/LNE indique qu'il va proposer des travaux sur le NH₃ en 2018 afin de développer des étalons de référence qui seront générés par perméation (fractions molaires inférieures à 1 µmol/mol).

L'ensemble des niveaux 2 soutient cette proposition du LCSQA.

Le LIM-Atmo Grand EST indique que les niveaux de NH₃ mesurés dans le Grand Est sont de l'ordre de 60 nmol/mol. Quid des autres AASQA ?

Actuellement, AIR PACA travaille avec des étalons à 1 µmol/mol. Néanmoins, il serait souhaitable, au vu des niveaux de NH₃ mesurés en air ambiant, de disposer d'étalons avec des fractions molaires bien inférieures à 1 µmol/mol à condition que cela soit compatible avec leur stabilité au cours du temps et leur durée de vie.

Airparif explique vouloir commencer des travaux à des niveaux compris entre 200 nmol/mol à 1 µmol/mol.

Les niveaux 2 souhaiteraient que dans une deuxième étape, le LCSQA/LNE développe une méthode pour déterminer les impuretés de BTX, NH₃ et H₂S dans l'air zéro.

Le LIM-Atmo Grand EST informe qu'Air Liquide leur a proposé de constituer un « groupe de construction » afin de discuter sur les besoins prospectifs des AASQA. Il est demandé de manifester l'intérêt à participer à cette réunion (en visio, certainement d'une heure) en février 2018.

Les autres besoins à venir porteraient sur H₂S (ATMO AURA, AIR PACA, ATMO Occitanie, AIR PL), Hg (LIM-Atmo Grand EST), COV (les AASQA pourraient communiquer la liste des besoins).

Le développement d'étalons pour les 31 COV a déjà été effectué par le LCSQA/LNE mais les étalonnages sont très coûteux en termes de mise en œuvre. Il faudrait un volume important d'étalonnages pour que cela soit rentable.

Concernant le CO₂, le LCSQA/LNE a fait les développements nécessaires et la stabilité a été suivie. Le LCSQA/LNE n'est pas accrédité pour le CO₂, mais il dispose de CMC (calibration and measurement capabilities) pour ce composé au niveau international (base BIPM). Le COFRAC commence à être sensibilisé à l'existence de ces CMC.

Airparif aurait besoin de méthane à 5% dans l'He pour leur analyseur SUNSET pour les analyses EC/OC.

Action :

- Les niveaux 2 font parvenir au LCSQA/LNE les valeurs de NH₃ mesurées en air ambiant.

ANNEXE 1



X43-056

Air PACA

REX sur la méthode

- **Vérification du réglage de l'analyseur (au début et en fin d'étalonnage)**
 - Aucune dérive invalidante constatée depuis de nombreuses années
→ *Evolution vers une vérification conditionnelle du réglage de l'analyseur ??*
- **Réglage au voisinage de la concentration de l'objet à raccorder**
→ Quid de l'autorisation d'un réglage en 1 point pour une gamme d'étalonnage en tenant compte de la linéarité de l'analyseur dans le budget des incertitudes.
Cas de l'O₃ par exemple : U > à la méthode X43-056 sur toute la gamme pour un réglage fait à 100 ppb mais reste << 5 % (CEN) :
Exemple en considérant $u^2(\text{lin}) = 1\%$ Célal ajouté à la variance composée :
 - À 50 ppb : U = 1,7 ppb au lieu de 1,6 ppb (X43-056)
 - À 240 ppb : U = 7,2 ppb au lieu de 5,5 ppb (X43-056)
- **Réglage au zéro systématique :**
→ Quid du CO₂ fonctionnant sur une plage de mesure « haute », pas simple pour le NH₃ par exemple.

1 GT LN2 01/2018

www.airpaca.org



X43-056— Prise en compte de nouvelles composantes ?

Air PACA

Résolution AR2

- Sur la lecture ER2 Zéro
- Sur la lecture ER2
- Sur la lecture ET12
- Sur la lecture ET23

Quid prise en compte ? Dans les composantes « lecture » existantes ou en « correction » unique à ajouter au modèle existant ?

Exemple pour du NO, résolution à l'entier :

- Composante de correction unique : + 0,05 ppb sur U ER2
- Sur chaque lecture : + 0,08 ppb sur U ER2

Dérive de l'AR2

- Prise en compte selon évolution de la méthode (« correction » à ajouter au modèle existant ?)
→ *Limite de répétabilité ? Historique dérives ? EMT ? Dérive réelle ?*

2 GT LN2 01/2018

www.airpaca.org



X43-056 – Petite interrogation...

Air PACA

Dans le cas où l'AR2 est réglé à l'aide d'une concentration étalon arrondie

Exemple : Concentration NO fournie par le LNE 217,4 ppb → réglage AR2 à 217 ppb

- Prise en compte du décalage de la lecture lié à l'arrondi dans la formule :

Modèle

$$\bar{C}_{ET} = C_0 + \left(\frac{C - C_0}{L - L_0} \right) \times (L_{ET} - L_0)$$

Modèle X43-056 L_0 et $C_0 = 0$ et $C = L$

$$u^2(\bar{C}_{ER2}) = \frac{1}{(L_{ET1-2})^2} \times \left[(L_{ET1-2} - \bar{L}_{ER2})^2 \times u^2(L_{ER2,0}) + (\bar{L}_{ER2})^2 \times u^2_{r1} \right] + \frac{1}{n} \times u^2_{r2} \\ + \frac{1}{(L_{ET1-2})^2} \times \left[(\bar{L}_{ER2})^2 \times u^2(C_{ET1-2}) + (L_{ET1-2} - \bar{L}_{ER2})^2 \times u^2(C_{ER2,0}) \right]$$

En considérant L_0 et $C_0 = 0$ et $C \neq L$:

$$\rightarrow u^2(\bar{C}_{ET}) = \frac{1}{L^2} \times [L_{ET}^2 \times u^2(C) + (L - L_{ET})^2 \times u^2(C_0)] + \left(\frac{C}{L} \right)^2 \times \left[\left(\frac{L_{ET} - L}{L} \right)^2 \times u^2(L_0) + \left(\frac{-L_{ET}}{L} \right)^2 \times u^2(L) + u^2(L_{ET}) \right]$$

Si $L=C$, l'incertitude calculée est identique entre les deux formules.

L'impact du décalage est non significatif dans le résultat de l'incertitude.

3 GT LN2

01/2018

www.airpaca.org



X43-056– Petite interrogation...

Air PACA

A quel niveau est pris en compte cette erreur de réglage ??

$$u^2(L), u^2(C), ???$$

Ajout de l'erreur sur l'incertitude : élargie de la composante

Pour des valeurs identiques (C, L , autres composantes)

- Impact avec $u^2(L)$: Incertitude élargie 3,2 ppb
- Impact avec $u^2(C)$: Incertitude élargie 3,5 ppb

4 GT LN2

01/2018

www.airpaca.org