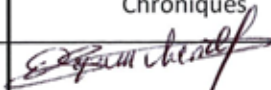


Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

INERIS

INTER-COMPARAISON 2015 SUR LES GRANULOMETRES UFP 3031

O. LE BIHAN, M. DALLE,
Novembre 2015

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Morgane DALLE Olivier LE BIHAN	Olivier AGUERRE-CHARIOL Caroline MARCHAND	Nicolas ALSAC
Qualité	Technicienne et ingénieur de l'Unité NOVA Direction des Risques Chroniques	Responsables des Unités NOVA et CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle CARA Direction des Risques Chroniques
Visa	 	 	



LE LABORATOIRE CENTRAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de Mines Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Écologie, du Développement durable et de l'Énergie (MEDDE). Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au MEDDE et aux AASQA.

L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre des réglementations nationales et européennes mais aussi dans un cadre plus prospectif destiné à fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper les évolutions futures.

TABLE DES MATIERES

RESUME	7
REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS.....	8
1. INTRODUCTION	9
2. PRESENTATION DE L'INTER COMPARAISON.....	9
2.1 Participants.....	9
2.2 Station de mesure	10
2.3 Mise en œuvre du matériel.....	11
2.3.1 UFP 3031	11
2.3.2 SMPS de référence	12
2.3.1 Ligne de prélèvement.....	12
2.4 Transport du matériel	13
2.5 Déroulement de l'intercomparaison.....	13
2.6 Base de données	14
3. VALIDATION DE L'EXERCICE.....	14
3.1 Matériel.....	14
3.1.1 Vérification des appareils.....	14
3.1.1.1 Débits	15
3.1.1.2 Le zéro	15
3.1.2 Ligne de prélèvement.....	15
3.2 Comportement atypique d'un appareil participant (3031_3) : oscillations	16
3.3 Valeur atypique du chargeur d'un instrument (3031_4).....	16
3.4 Valeur non conforme du dernier canal d'un instrument (3031_4)	17
3.5 Conclusion	18
4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET LE SMPS DE REFERENCE PAR REGRESSION ORTHOGONALE	19
4.1 Mode de calcul	19
4.2 Résultats.....	20
4.3 Comparaison avec le SMPS : conclusion	23
5. COMPARAISON ENTRE UFP 3031.....	24
5.1 Régression orthogonale	24
5.1.1 Mode de calcul	24

5.1.2 Résultats 2015.....	24
5.1.3 Conclusion	28
5.2 Intervalle de confiance de reproductibilité (incertitude sur la mesure)	28
5.2.1 Méthode.....	28
5.2.2 Résultats.....	29
5.2.3 Discussion.....	31
5.2.4 Conclusion	32
6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	33
7. REFERENCES.....	35
8. GLOSSAIRE.....	37
9. LISTE DES ANNEXES.....	39

Le granulomètre UFP 3031 est jusqu'ici le principal appareil utilisé par les Associations de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) pour le mesurage des particules ultrafines sur le terrain. Un exercice d'intercomparaison a été organisé en juin 2015, rassemblant cette communauté. Il fait suite à une première édition qui s'est tenue dans les mêmes conditions en juillet 2014.

L'une des spécificités du panel 2015 a été de rassembler, d'une part un ensemble d'appareils bénéficiant des dernières évolutions techniques et d'un contrôle récent chez le constructeur, et d'autre part un appareil n'ayant pas bénéficié de ces évolutions, ni d'un contrôle technique récent.

L'exercice a tout d'abord mis en évidence la nécessité d'améliorer les conditions de transport, pour garantir une meilleure protection du matériel. Il a également permis de constater une amélioration des protocoles de maintenance chez les utilisateurs, avec néanmoins la nécessité de poursuivre les efforts dans ce domaine, en particulier en ce qui concerne le nettoyage de la ligne de prélèvement.

L'exercice 2015 confirme une conclusion de l'étude menée en 2014, à savoir que le canal de mesure dédié à la gamme 200 – 800 nm présente des performances limitées : il est recommandé de limiter son utilisation à un usage « informatif ».

Cet exercice a permis de revenir sur des problèmes techniques rencontrés par deux appareils, problèmes non-invalidants toutefois. Il a également mis en évidence une sur-estimation très importante de la concentration sur le canal 200 – 800 nm d'un participant, en l'occurrence l'appareil n'ayant pas bénéficié de contrôle technique récent.

La comparaison avec un granulomètre (SMPS) de référence fait apparaître un écart en légère augmentation entre 2014 et 2015. Il conviendra à l'avenir de vérifier s'il s'agit d'un écart ponctuel ou d'une réelle tendance. En l'attente, ces résultats tendent à indiquer que les évolutions technologiques mises en place entre l'exercice 2014 et l'exercice 2015 (nouvelle version du logiciel prenant en compte les incidents rencontrés, nouveau chargeur de maintenance plus aisée) n'ont pas entraîné de différence notable sur la mesure.

Des études de cas ont été réalisées en comparant certaines paires d'UFP 3031, mettant en évidence les difficultés rencontrées par l'appareil n'ayant pas disposé de maintenance et de contrôles constructeur récents (> 1 an), et confirmant la nécessité d'une maintenance et d'un contrôle réguliers des matériels.

L'intervalle de confiance de reproductibilité a été déterminé en considérant les appareils de manière indépendante. Cette méthode permet de mener le calcul sur un nombre aussi large que possible d'entités, même si le nombre restreint d'appareils limite d'un point de vue statistique la portée de l'évaluation. L'intervalle de confiance ainsi estimé se situe globalement au dessous de 25 %.

REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS

Les auteurs remercient les participants à l'exercice (AIRAQ, AIR PACA, AIR RA, LCSQA/INERIS), Atmo Picardie pour l'accès au site, et les membres du GT PUF.

1. INTRODUCTION

A partir de 2011, différentes AASQA se sont engagées dans l'étude des particules ultrafines en air ambiant. Désormais rassemblées au sein d'un groupe de travail spécifique (GT « PUF »), elles ont entrepris de fédérer leurs efforts, bénéficiant pour cela du support du LCSQA/INERIS.

Cette mise en réseau a notamment permis à trois AASQA d'harmoniser leur parc instrumental. L'appareil sélectionné est le granulomètre de type UFP 3031, fabriqué par la société TOPAS et commercialisé par la société TSI. La collaboration autour de cette technologie émergente a permis d'obtenir de nombreux résultats, au niveau des prestations assurées par le constructeur, mais aussi au niveau de la mise en œuvre de cette technologie, de l'exploitation des données, etc.

Une action menée pour parvenir à ces résultats est l'organisation d'intercomparaisons, qui permettent d'évaluer la technologie, son comportement dans le temps, mais aussi d'évaluer et d'améliorer les pratiques.

L'étude présentée ici porte sur l'exercice d'intercomparaison réalisé (hors installation/désinstallation) du 16 juin au 29 juin 2015.

L'objectif de cet exercice a été, dans la lignée de l'exercice mené en 2014 [Le Bihan, Dalle et Meunier 2014], de poursuivre l'évaluation de l'UFP 3031, et d'obtenir un retour d'expérience sur les protocoles mis en œuvre par les acteurs français.

Des différences notables par rapport à l'exercice 2014 sont à signaler : si les appareils mis en œuvre en 2014 avaient été récemment contrôlés par le constructeur, cela n'a pas été le cas, de manière volontaire, pour l'un des appareils du panel 2015 ; par ailleurs, à l'exception de cet appareil, l'ensemble des instruments du panel venait d'être mis à jour avec une version améliorée d'une pièce importante, à savoir le chargeur de particules : le but de cette nouvelle version est de faciliter la maintenance, sans modification sur le processus de mesure.

2. PRESENTATION DE L'INTER COMPARAISON

2.1 Participants

Cette intercomparaison a rassemblé quatre participants, dont trois AASQA, et mis en œuvre six appareils UFP 3031.

Les participants ont été les suivants :

- AIRAQ (2 appareils),
- AIR PACA (2 appareils),
- AIR Rhône-Alpes (Air RA) (1 appareil),
- LCSQA/INERIS (1 appareil).

Il est à noter que l'appareil d'AIR RA, malgré une maintenance annuelle très récente chez le constructeur, a connu une défaillance peu de temps avant le début de l'exercice d'intercomparaison. L'ensemble des acteurs (LCSQA/INERIS, AIR RA, constructeur) s'est mobilisé pour diagnostiquer la panne, en l'occurrence électronique. La nature de cette panne a entraîné l'envoi de cet appareil pour réparation et en conséquence son retrait de l'exercice (en première analyse, défaillance de la carte électronique gérant la pompe de prélèvement d'air de l'UFP 3031).

Au final, la base comprend des données validées pour 5 instruments et 3 laboratoires (cf. Tableau 1).

Tableau 1 : nombre de laboratoires et d'instruments ayant participé aux intercomparaisons 2014 et 2015

	2014	2015
Nombre d'instruments	6	Initialement 6 données validées pour 5
Nombre de laboratoires	4	Initialement 4 données validées pour 3

2.2 Station de mesure

L'intercomparaison a eu lieu dans la station de surveillance de la qualité de l'air d'ATMO PICARDIE, dite de la « Faïencerie » située à Creil (60). Cette station de 22 m² est classée urbaine de fond et mesure en continu différents polluants réglementaires.

Cette station dispose de toute une partie destinée à l'organisation d'essais et d'exercices interlaboratoires. Pour ce faire, elle est dotée de nombreux passages de toit (cf. Figure 1, Figure 2). Différents exercices interlaboratoires ont ainsi été organisés par le LCSQA, dans le cadre de ses programmes d'étude annuels (ex. : intercomparaison PM₁₀ [Marlière 2010]).



Figure 1 : intérieur de la station de mesure.



Figure 2 : toit de la station de mesure.

2.3 Mise en œuvre du matériel

2.3.1 UFP 3031

Le granulomètre UFP 3031 a été conçu par la société TOPAS dans le cadre du projet européen UFIPOLNET [Ufipolnet]. Cet appareil est commercialisé par la société TSI, la production étant assurée par la société TOPAS (Dresde, Allemagne). Il est disponible sur le marché français depuis 2009.

Cet appareil est dédié au mesurage de la concentration en nombre dans la gamme allant de 20 à 800 nm, via 6 canaux : 20-30 nm ; 30-50 nm ; 50-70 nm ; 70-100 nm ; 100-200nm > 200 nm.

Cet instrument est un « analyseur de mobilité électrique ». Il est constitué de deux parties, d'une part le tri des particules par classe de taille (en fonction de leur mobilité électrique) et d'autre part leur dénombrement (comptage) par un électromètre.

Contrairement à l'intercomparaison de 2014 où les instruments avaient été mis en œuvre dans les mêmes conditions de fonctionnement, l'intercomparaison de 2015 s'est déroulée avec des appareils présentant différentes configurations (Tableau 2) :

- Trois appareils revenaient de vérification annuelle chez le constructeur et venaient à cette occasion d'être équipés de la nouvelle version de chargeur de particules.
- Un appareil était neuf et possédait donc le nouveau chargeur.
- Il a été fait le choix de ne pas envoyer le dernier UFP 3031 pour un contrôle constructeur en amont de l'intercomparaison. L'intérêt a été ici d'évaluer les performances d'un appareil non-contrôlé récemment, en l'occurrence ~12 mois, et équipé par ailleurs de l'avant dernière version du chargeur et de l'avant dernière version du firmware (20140110 5.3 au lieu du 20141104 5.4 pour les autres).
- Dans le même ordre d'idée, la membrane Nafion de la ligne de prélèvement de ce même appareil n'a pas été changée, contrairement aux quatre autres lignes de prélèvement.

Tableau 2 : configuration des appareils

Code Appareils Participants	Vérification annuelle	Version chargeur	Version firmware	Changement membrane Nafion
3031_1, 3031_2, 3031_3	Récente	Récente	Récente	Récent
3031_7	Récente (appareil neuf)	Récente	Récente	Récent
3031_4	Remonte à 12 mois	Ancienne	Ancienne	Non

Par ailleurs, des réglages identiques ont été mis en œuvre en ce qui concerne la ligne de prélèvement et l'acquisition des données (fréquence quart horaire).

Il est à noter que, à l'exception de l'appareil retiré sur panne, les UFP 3031 ont fonctionné sans interruption durant toute la durée de l'intercomparaison.

2.3.2 SMPS de référence

Un SMPS dit « de référence » a fonctionné à l'identique de l'exercice 2014, parallèlement aux cinq UFP 3031. Le SMPS fourni et mise en œuvre par le LCSQA/INERIS était composé d'un sélecteur en taille de type DMA 3080 (TSI) associé à un compteur de type 3775 (TSI).

Ce SMPS a été configuré de façon à mesurer la même gamme de taille que les UFP 3031, c'est à-dire de 20 nm à 800 nm environ (impacteur : 0.0457, débit de l'aérosol : 0,3 L/min, débit du sheat air : 3 L/min, correction de la multi-charge et de la diffusion). La mesure d'un spectre granulométrique a été étalée sur 5 minutes. Une base de données quart-horaire a été constituée, chaque valeur quart-horaire étant la moyenne de 3 spectres.

Le SMPS a fonctionné sans interruption durant toute la durée de l'intercomparaison.

2.3.1 Ligne de prélèvement

Les cinq UFP 3031 ont été mis en œuvre avec une ligne de prélèvement indépendante, fournies par chaque AASQA. Elle comprend une tête PM10, un cyclone PM1 et un sécheur (membrane nafion destinée à réduire l'humidité relative). Cette mise en œuvre a été réalisée en suivant les prescriptions du constructeur. Les débits de tête de ligne ont été ajustés à 16.7 L/min par le biais d'une pompe installée sur un circuit parallèle. Cette pompe permet également d'assurer le contre-flux nécessaire à la régénération de la membrane nafion (Figure 3).

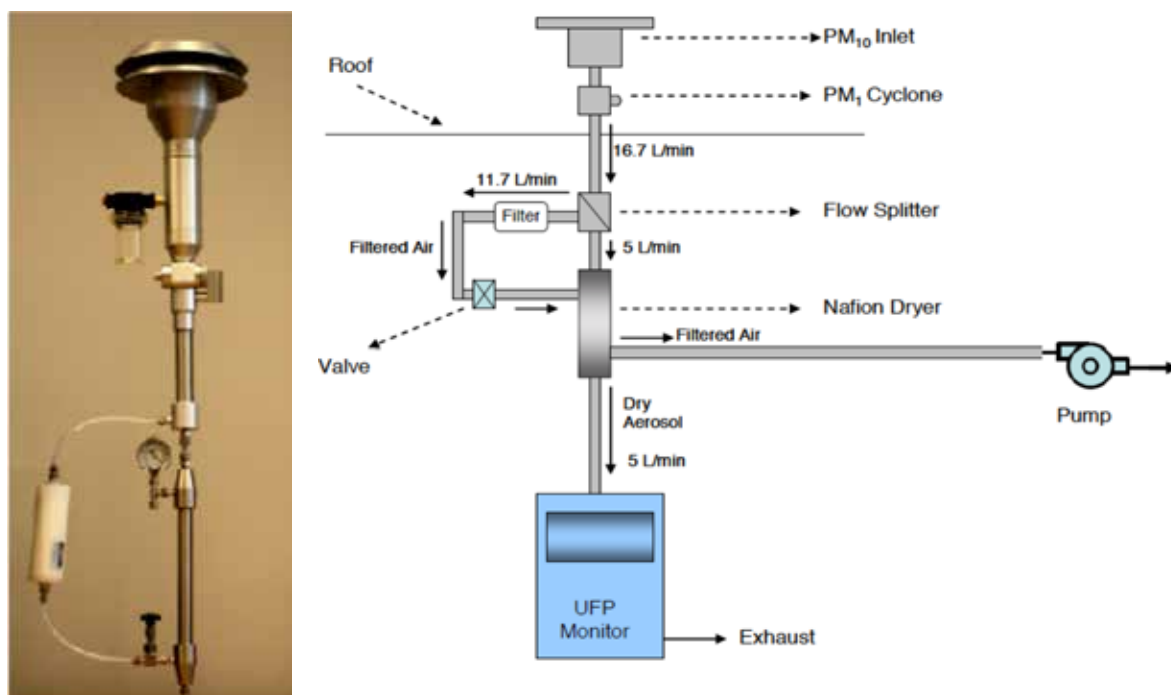


Figure 3 : schéma de la ligne de prélèvement pour l'UFP 3031

Afin de positionner les cinq lignes de prélèvement, l'atelier de l'INERIS a réalisé des pièces permettant le passage de toit, adaptées à la ligne de prélèvement propre au 3031.

Le SMPS a été raccordé à l'une des cinq lignes de prélèvement via un flow-splitter.

2.4 Transport du matériel

A la réception du matériel, bien que pris en charge par deux transporteurs différents, trois colis étaient endommagés. Cela indique que les boîtes de transport doivent faire l'objet d'une attention particulière ; il est recommandé de remplacer les emballages d'origine - en carton- par des boîtes spécifiques, ces précautions pouvant ne pas suffire puisqu'une boîte spécifique -en contre-plaqué- a été légèrement enfoncée.

Ce retour d'expérience incite également à utiliser une boîte spécifique pour la ligne de prélèvement, et tout particulièrement séparer les pièces lourdes –ex. pompe- de pièces fragiles comme les tubes.

2.5 Déroulement de l'intercomparaison

Le LCSQA/INERIS a installé le matériel (SMPS + UFP 3031 + lignes de prélèvements) à partir du jeudi 4 juin 2015. Les derniers matériels ont été réceptionnés le 15 juin, en provenance de chez le constructeur (Cf. calendrier de l'inter-comparaison, Annexe 1).

L'intercomparaison a débuté le mardi 16 juin 2015 à 12H00, et s'est déroulée jusqu'au lundi 29 juin 2015 à 9H00. Elle s'est donc déroulée sur 13 jours avec 310 données horaires validées. A titre informatif, l'objectif de la campagne était d'atteindre un minimum de 100 valeurs horaires validées.

Durant la période de l'intercomparaison, la concentration totale s'est située à une moyenne de 6 500 particules/cm³ avec des *minima* de l'ordre de 1 200 particules/cm³ et des pics allant jusqu'à 23 000 particules/cm³ (Figure 4).

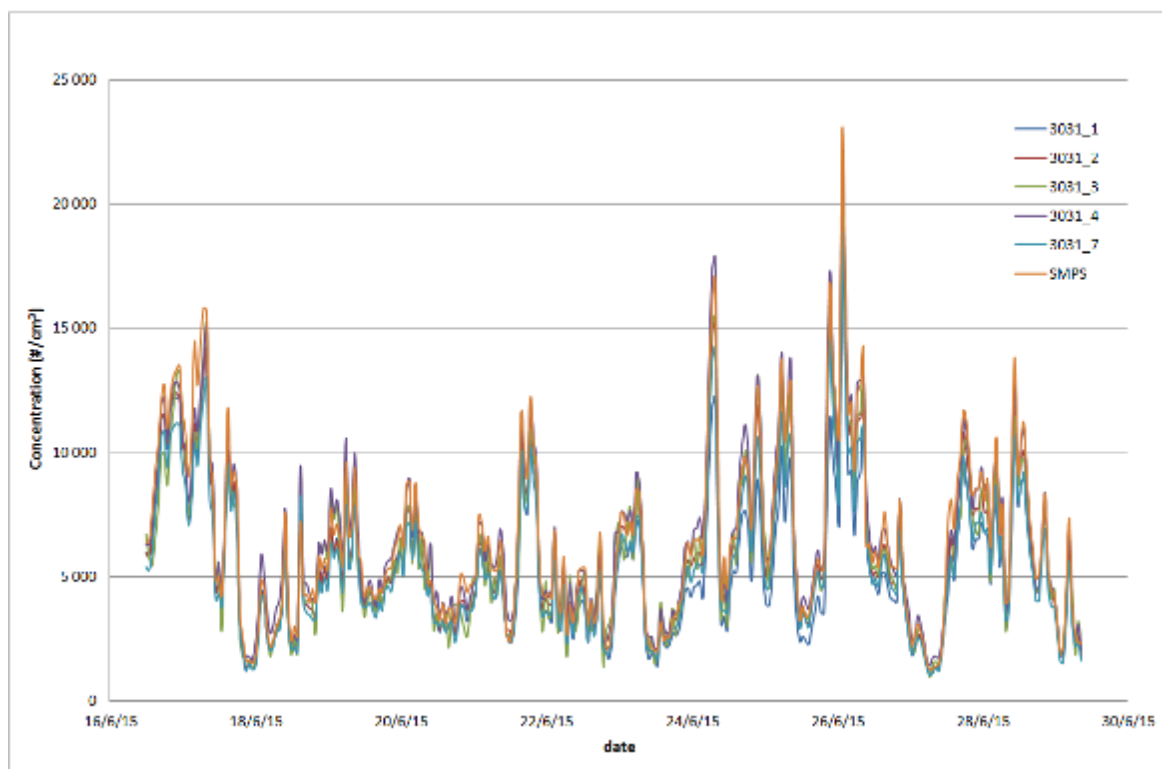


Figure 4 : suivi temporel de la concentration totale des UFP 3031 et du SMPS – nota : les appareils 5 et 6 ne figurent pas dans l'intercomparaison 2015, contrairement à l'intercomparaison 2014

2.6 Base de données

La base de données brute est constituée de valeurs quart horaire car il s'agit du format de la donnée élémentaire fournie par l'UFP 3031. Cette base a ensuite été exploitée pour passer sous la forme de moyennes horaires, forme à partir de laquelle a été réalisée l'exploitation statistique de la campagne.

Comme indiqué en 2.1, il est à noter que chaque appareil est doté d'un numéro qui est conservé d'une année à l'autre afin de faciliter l'utilisation des rapports. Les appareils 5 et 6 ne figurent pas dans la base de données 2015, contrairement à l'exercice 2014.

3. VALIDATION DE L'EXERCICE

3.1 Matériel

3.1.1 Vérification des appareils

La vérification du bon fonctionnement des appareils repose notamment sur le contrôle de débit et du zéro des appareils. Les valeurs obtenues lors du contrôle sont fournies en Annexe 2.

3.1.1.1 Débits

Le débit de chaque tête de ligne a été ajusté à 16,7 L/min au début de l'intercomparaison. Il a été vérifié à la fin de celle-ci : les écarts observés sont inférieurs à 2%.

Les débits d'aspirations des appareils de mesure proprement-dits ont été vérifiés au début et à la fin de l'intercomparaison. Les écarts observés respectent les critères de validation de ces différents appareils (3031, SMPS, CPC). L'ensemble des informations est présenté en Annexe 2.

3.1.1.2 Le zéro

L'étanchéité des cinq lignes de prélèvement a été vérifiée, en réalisant un zéro en tête de ligne, *via* un filtre absolu, au début et à la fin de l'intercomparaison.

3.1.2 Ligne de prélèvement

Il est apparu lors de la préparation de l'intercomparaison, que plusieurs lignes de prélèvement nécessitaient une maintenance (cf. exemple Figure 5). Cette opération a été réalisée en suivant les instructions fournies par le constructeur et conformément aux préconisations du LCSQA [Dalle 2015].

Cela a mis en évidence le besoin de continuer à améliorer la maintenance assurée par les utilisateurs de 3031. En effet, si le constructeur (TSI) prévoit une maintenance annuelle des UFP 3031 (« contrôle constructeur »), celui-ci n'inclut pas la ligne de prélèvement. Il est donc nécessaire que chaque utilisateur intègre les lignes de prélèvement dans ses procédures de contrôle et de maintenance.



Figure 5 : exemple de ligne de prélèvement (impacteur) avant maintenance

3.2 Comportement atypique d'un appareil participant (3031_3) : oscillations

La participation de l'appareil 3031_3 à l'exercice 2014 s'était caractérisée, en base ¼ horaire, par de fortes oscillations [Le Bihan, Dalle et Meunier, 2014]. Le phénomène étant relativement rapide, l'utilisation de moyennes horaires apportait néanmoins un lissage : ce phénomène n'a pas été considéré comme invalidant.

Néanmoins, nous avons cherché à établir si ce phénomène était toujours présent en 2015, ou si des améliorations avaient pu être apportées. En l'occurrence, ce phénomène a été de nouveau observé sur cet appareil lors de l'exercice 2015, mais néanmoins à une moindre échelle (Figure 6). Si ce comportement est non-invalidant, et si une amélioration a été obtenue, il n'en reste pas moins un point de vigilance pour cet appareil.

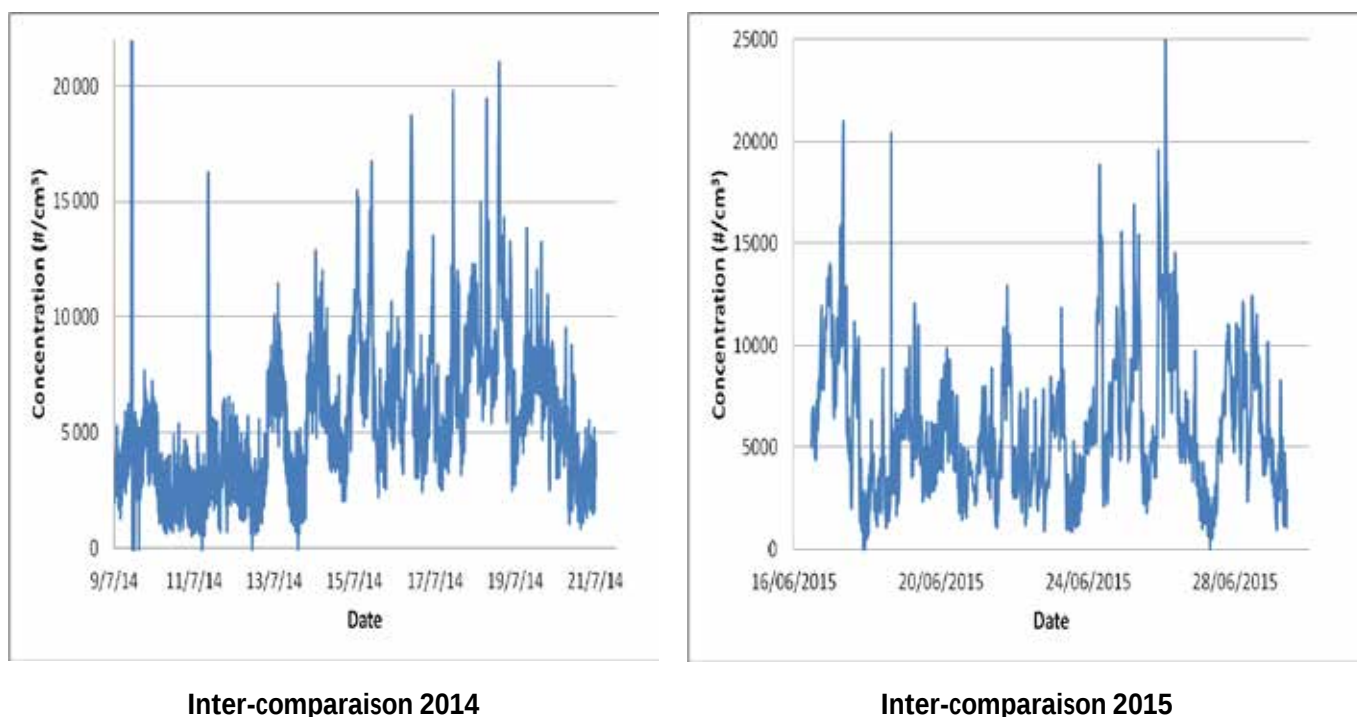


Figure 6 : suivi temporel de la concentration totale mesurée par UFP 3031_3 en base ¼ horaire

3.3 Valeur atypique du chargeur d'un instrument (3031_4)

Le chargeur du 3031 a pour fonction de mettre en charge les particules. Son bon fonctionnement repose notamment sur le suivi de la mesure du débit d'air le traversant. Lors de l'exercice 2014, une dérive avait été observée [Le Bihan, Dalle et Meunier, 2014, chapitre 3.3] au niveau du débit du chargeur d'un appareil (3031_4). La discussion avec le constructeur avait permis d'établir que si cette variation est atypique, elle est prise en compte par l'appareil (logiciel) et n'occasionne pas d'erreur de mesure.

A l'occasion de l'exercice 2015, cet instrument étant à nouveau présent et n'ayant pas encore bénéficié du remplacement de chargeur, ce paramètre a de nouveau été étudié.

En l'occurrence, il présente le même comportement atypique (Figure 7).

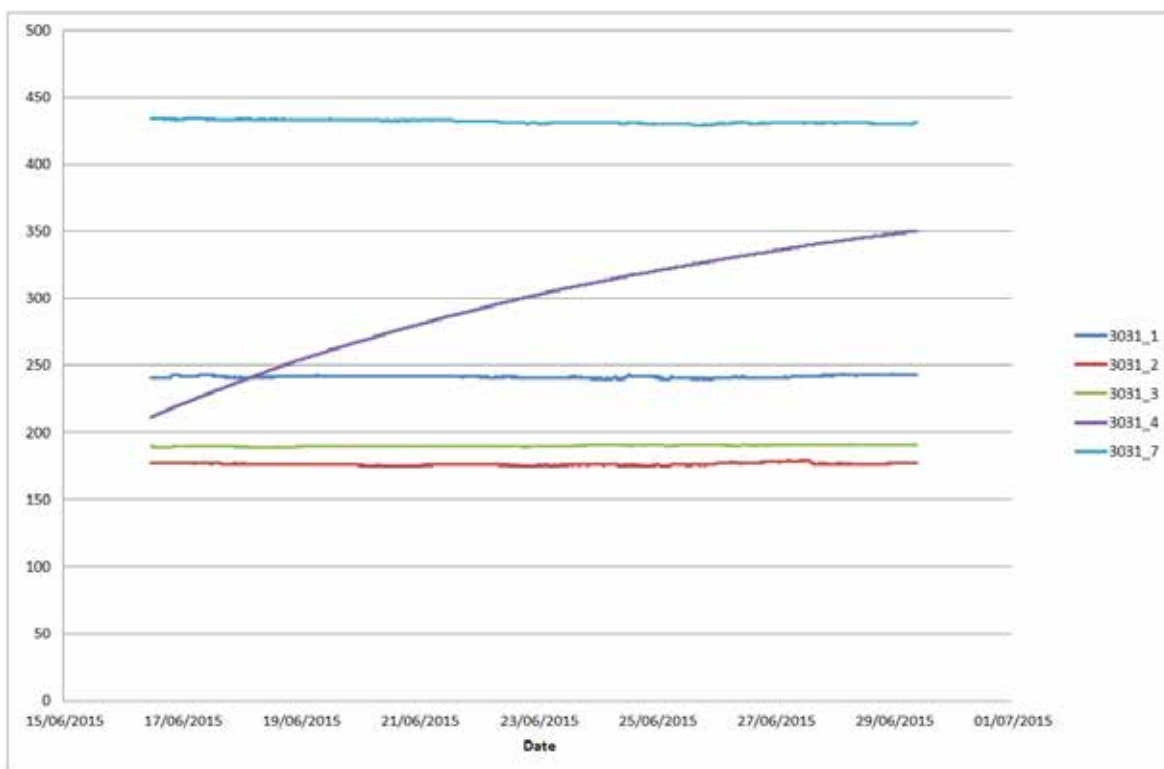


Figure 7 : évolution du débit du chargeur des cinq UFP 3031 durant l'intercomparaison. Unité : bits.

3.4 Valeur non conforme du dernier canal d'un instrument (3031_4)

L'observation du suivi temporel des différents étages a mis en évidence une surévaluation très importante des concentrations fournies par le canal 6 de l'instrument UFP 3031_4 (Figure 8).

Comme nous le verrons plus loin, l'exploitation statistique met en évidence ce dysfonctionnement. Par contre, on ne relève pas ce défaut pour les autres canaux de cet appareil.

Il est à noter que cet instrument est celui n'ayant pas bénéficié d'un contrôle constructeur récent. De plus, il est équipé de la version précédente du chargeur, de la version précédente du logiciel, et il n'a pas bénéficié d'un changement récent de membrane Nafion.

Il s'agit également de l'appareil mentionné dans le chapitre précédent (dérive au niveau du chargeur).

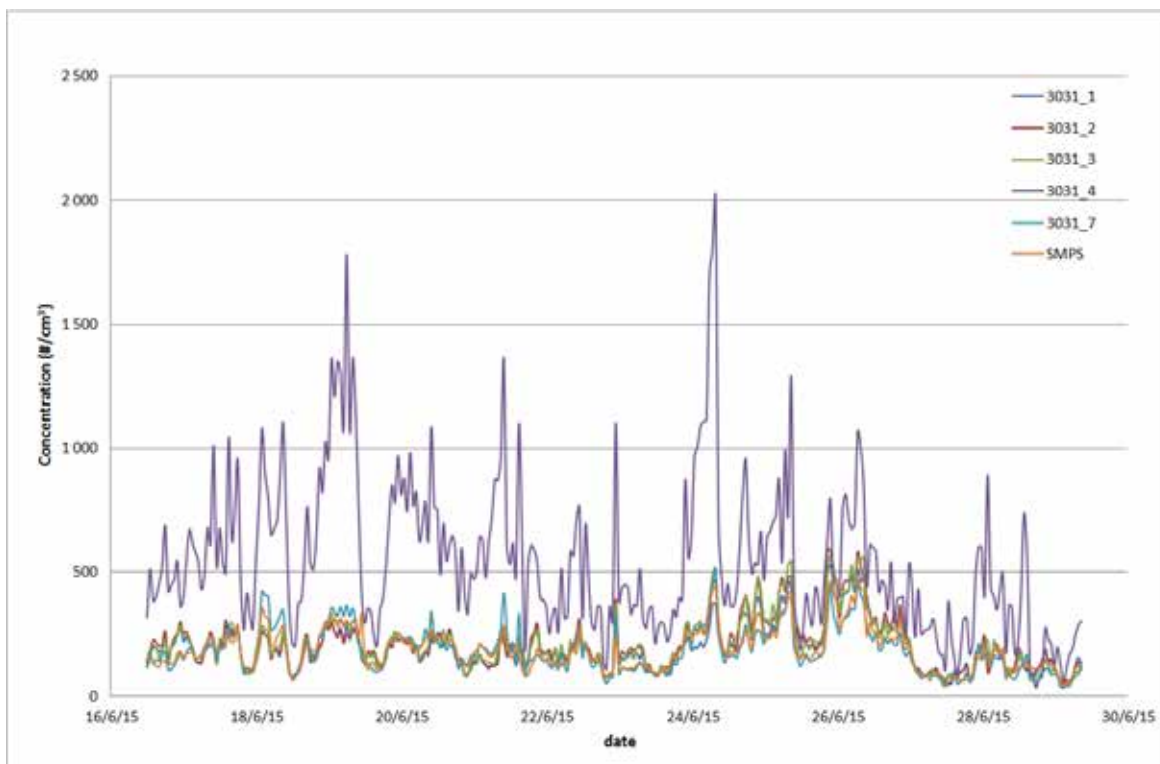


Figure 8 : évolution du canal 6 (200 nm - 800 nm) des cinq UFP 3031 durant l'intercomparaison.

3.5 Conclusion

En conclusion, la phase de préparation de l'intercomparaison, et l'observation des suivis temporels, ont fait apparaître différents points d'attention.

En matière de transport, des boîtes de protection conçues spécifiquement pour l'UFP 3031 sont à privilégier.

En ce qui concerne la maintenance des lignes de prélèvement par les utilisateurs, la situation s'est améliorée mais l'effort doit être poursuivi.

Un appareil, malgré un passage récent chez le constructeur pour contrôle, a été victime d'une panne provoquant son retrait de l'intercomparaison (en première analyse, défaillance de la carte électronique gérant la pompe de prélèvement d'air de l'UFP 3031).

Deux appareils (3031_3 et 3031_4) présentaient lors de l'exercice 2014 des comportements atypiques mais non invalidants. Ces comportements ont à nouveau été observés ; dans le premier cas, ce phénomène est observé à une échelle inférieure ; dans le second cas, un changement de pièce (chargeur) est programmé ce qui devrait supprimer le comportement atypique.

Enfin, le canal 6 (> 200 nm) de l'un des appareils (3031_4) a présenté une sur-estimation anormale. Elle sera étudiée par la suite dans le présent rapport. Il est à noter qu'elle est observée sur l'instrument « ancienne configuration », non-contrôlé récemment.

4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET LE SMPS DE REFERENCE PAR REGRESSION ORTHOGONALE

Lors de l'exploitation des données de l'exercice d'intercomparaison 2014 [Le Bihan, Dalle et Meunier 2014], la comparaison entre les UFP 3031 et un appareil de référence a été réalisée selon deux méthodes de calcul.

La première méthode consiste à déterminer le pourcentage de valeurs horaires ne respectant pas un écart maximum entre UFP 3031 et technique de référence. Le traitement des données réalisé en 2014 a montré que les valeurs sélectionnées pour cet écart maximum ne sont pas réalistes au regard des performances de l'UFP 3031. Maintenir l'utilisation de cette méthode nécessiterait par conséquent une ré-évaluation de ces critères. De plus, les informations pouvant être apportées par cette première méthode sont redondantes avec les informations apportées par la seconde méthode.

La seconde méthode consiste en une comparaison par régression orthogonale. Son utilisation sur la base de données 2014 a mené à des résultats exploitables ; cette méthode a par ailleurs pour avantage d'être utilisée couramment pour évaluer des performances dans un cadre réglementaire.

C'est pourquoi nous proposons de nous limiter à la mise en œuvre de la seconde méthode (régression orthogonale), en l'appliquant suivant le même protocole qu'en 2014.

4.1 Mode de calcul

Cette évaluation est menée sur les données de concentration horaire, selon le même protocole que celui utilisé en 2014. Les concentrations en nombre de particules/cm³ sont évaluées en établissant une régression orthogonale des données de chaque UFP 3031 en fonction du SMPS (granulomètre pris en référence), conformément aux méthodes de démonstration d'équivalence préconisées par le CEN/TC 264.

Les droites de régression orthogonale sont tracées pour chaque canal (de 1 à 6) ainsi que pour la concentration totale (somme des 6 canaux), pour les données horaires, selon l'équation standard : $Y = a X + b$

Avec

Y : les données de l'UFP 3031

X : les données du SMPS (ou d'un second UFP 3031)

a : le coefficient directeur de la droite de régression orthogonale

b : l'ordonnée à l'origine de la droite de régression orthogonale

Evaluation des résultats :

Ce type d'évaluation est généralement basé sur une exigence réglementaire en matière d'incertitude sur la mesure. C'est le cas par exemple pour les PM₁₀ et les PM_{2,5}. Cette exigence permet de définir une exigence sur le coefficient directeur « a », et l'ordonnée à l'origine « b ».

En l'occurrence, il n'existe aucune valeur réglementaire en ce qui concerne la concentration en nombre par classe de taille (ou « distribution en taille »). C'est pourquoi, afin de discuter les résultats, nous proposons un code couleur permettant de classer les différentes valeurs de « a », « b » et du coefficient de corrélation (cf. Tableau 3).

Tableau 3 : évaluation - proposition d'un code couleur

	a	b (p.cm ⁻³) par canal	b (p.cm ⁻³) concentration totale	R ²
vert	[0,85 – 1,15]	[-50 à +50]	[-250 à +250]	≥ 0,95
orange	[0,70 – 0,85[ou]1,15 – 1,30]	[-100 à -50[ou]+50 à +100]	[-500 à -250[ou]+250 à +500]	[0,90 – 0,95[
rouge	< 0,70 ou > 1,30	<-100 ou >+100	<-500 ou >+500	< 0,90

4.2 Résultats

Les résultats détaillés sont présentés de la Figure 9 à la Figure 11, et du Tableau 4 au Tableau 6.

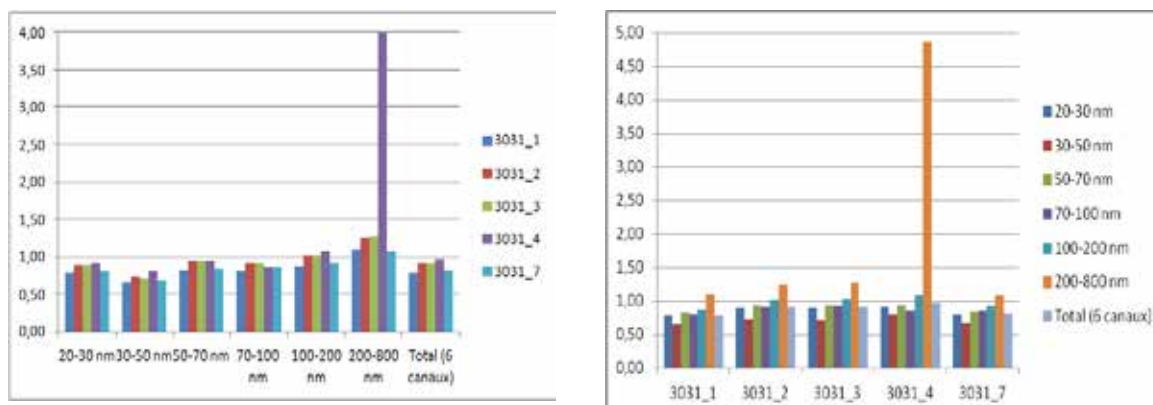


Figure 9 : coefficient directeur a

Tableau 4 : coefficient directeur a

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_7
20-30 nm	0,79	0,90	0,89	0,91	0,80
30-50 nm	0,65	0,73	0,72	0,80	0,67
50-70 nm	0,83	0,94	0,94	0,94	0,84
70-100 nm	0,80	0,91	0,92	0,86	0,85
100-200 nm	0,87	1,02	1,03	1,08	0,92
200-800 nm	1,10	1,25	1,28	4,86	1,08
Total (6 canaux)	0,79	0,91	0,91	0,97	0,82

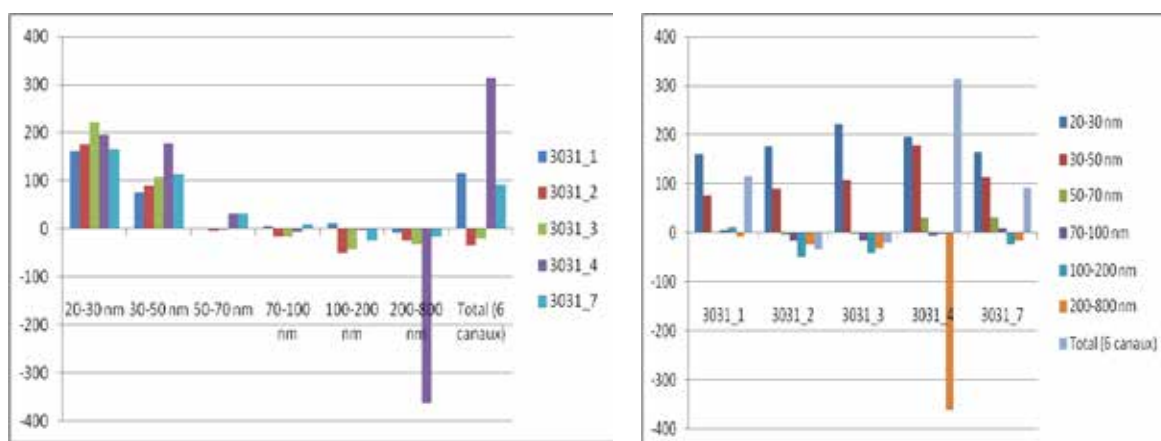


Figure 10 : constante b

Tableau 5 : constante b

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_7
20-30 nm	161,06	175,65	222,42	195,85	165,43
30-50 nm	76,24	88,72	107,58	177,05	114,43
50-70 nm	1,25	-5,26	-2,81	31,83	32,35
70-100 nm	4,58	-16,26	-15,91	-5,79	9,78
100-200 nm	11,02	-50,07	-43,56	-1,99	-23,96
200-800 nm	-7,81	-25,25	-33,46	-362,81	-17,22
Total (6 canaux)	115,60	-33,68	-21,50	313,98	91,34

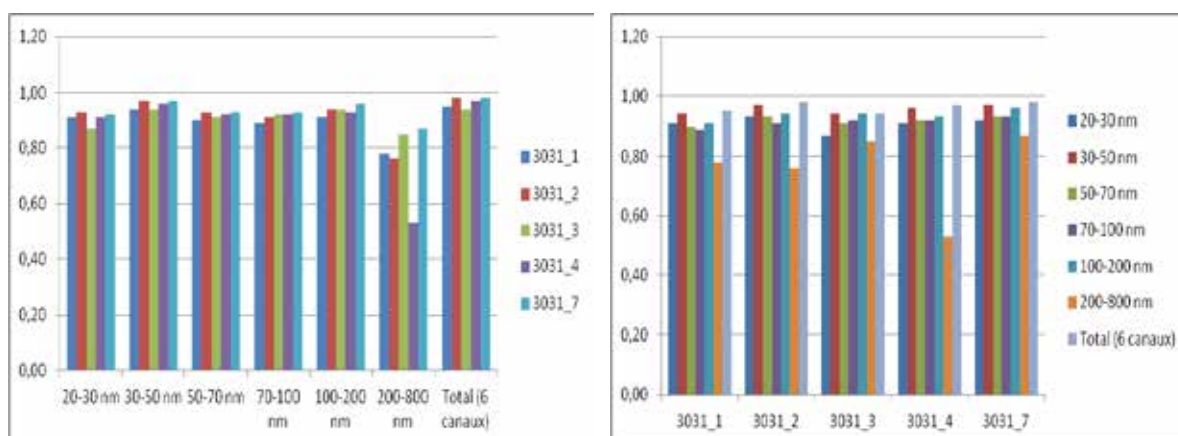


Figure 11 : coefficient de corrélation

Tableau 6 : coefficient de corrélation

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_7
20-30 nm	0,91	0,93	0,87	0,91	0,92
30-50 nm	0,94	0,97	0,94	0,96	0,97
50-70 nm	0,90	0,93	0,91	0,92	0,93
70-100 nm	0,89	0,91	0,92	0,92	0,93
100-200 nm	0,91	0,94	0,94	0,93	0,96
200-800 nm	0,78	0,76	0,85	0,53	0,87
Total (6 canaux)	0,95	0,98	0,94	0,97	0,98

Canal 200 – 800 nm

Le canal 200 – 800 nm du participant 3031_4 se distingue par de très mauvaises performances, perceptibles sur l'ensemble des figures.

De manière plus générale, les performances du canal 200 – 800 nm sont moins bonnes que celles des autres canaux, notamment en ce qui concerne le coefficient de corrélation (Figure 11).

Toutefois, la comparaison entre les tableaux de résultats 2014 et 2015 fait apparaître -à l'exception de l'appareil 3031_4- une amélioration pour le coefficient directeur et l'ordonnée à l'origine. Ainsi, alors que le coefficient directeur se situait en 2014 systématiquement au dessus de 2 pour plusieurs participants, il est en 2015 relativement proche de 1.

Autres canaux

En ce qui concerne les autres canaux, les indicateurs « a » et « b » se situent majoritairement en classe de qualité « verte », tandis que l'indicateur R2 est dominé par la classe « orange ».

Vue générale – comparaison entre 2014 et 2015

Le Tableau 7 propose une comparaison générale entre les exercices 2014 et 2015, pour chacun des trois indicateurs. Cette comparaison montre des résultats relativement comparables s'agissant des paramètres « a » et « b », avec une légère amélioration pour le premier et un léger recul pour le second. A titre d'exemple, la catégorie « rouge » passe de 14% à 9% pour « a », et de 10% à 26% pour « b ».

Par contre, on relève le recul d'une classe de qualité pour l'indicateur « R² » avec le passage d'une couleur dominante verte à l'orange. Ces deux catégories passent respectivement de 71% à 23%, et de 17% à 57%.

Tableau 7 : comparaison 2014 / 2015 – poids (%) de chaque classe de qualité (verte-orange-rouge) – exemple : 55% des coefficients « a » calculés en 2014 se situent dans la classe de qualité « verte » c'est-à-dire dans la gamme [0,85 – 1,15] (cf. Tableau 3)

	2014	2015
a	55%	57%
	31%	34%
	14%	9%
b	71%	63%
	19%	11%
	10%	26%
R²	71%	23%
	17%	57%
	12%	20%

4.3 Comparaison avec le SMPS : conclusion

Le dysfonctionnement du canal 200-800 nm de l'appareil 3031_4 est très bien mis en évidence lors de la comparaison avec le SMPS.

En 2014, la comparaison des différents UFP 3031 avec le granulomètre de référence avait démontré une prédominance des résultats dans la meilleure classe de qualité, quel que soit l'indicateur (« a », « b », ou « R² »). Si la situation reste comparable en 2015 pour les indicateurs « a » et « b », l'indicateur « R² » recule d'un niveau de qualité puisque la classe « orange » devient la classe dominante (57%).

Avec deux indicateurs stables, et un changement sur le troisième indicateur, on peut donc considérer que les performances observées en 2015 sont en léger recul par rapport à 2014.

5. COMPARAISON ENTRE UFP 3031

L'évaluation des performances « intra-technique », c'est-à-dire des UFP 3031 entre-eux, a été menée de trois manières lors de l'analyse des données de l'intercomparaison 2014.

Le premier mode de calcul est issu d'un consensus établi en 2011 entre d'une part le distributeur des UFP, et d'autre part une partie des membres du GT PUF. Ce protocole avait pour but la confrontation à des critères, relativement exigeants, dont il a été montré en 2014 qu'ils n'étaient pas respectés par l'UFP 3031.

Le second (régression orthogonale) et le troisième mode de calcul (intervalle de confiance) sont des outils un peu plus complexes mais couramment utilisés au niveau européen pour l'évaluation des performances instrumentales, notamment dans un cadre réglementaire. Nous avons choisi de concentrer nos efforts sur ces deux derniers modes de calcul.

5.1 Régression orthogonale

5.1.1 Mode de calcul

Le mode de calcul est identique à celui présenté au chapitre 4.1, à ceci près qu'il s'agit ici de travailler par paires, en comparant un UFP 3031 non plus en fonction d'un granulomètre de référence mais en fonction d'un autre UFP 3031.

Quatre paires d'instruments ont été constituées pour permettre cette analyse. La première (paire _2 _3) et la troisième (paire _1 _4) ont été étudiées en 2014. La seconde (paire _4 _7) et la quatrième (paire _1 et _7) sont nouvelles et ont été constituées pour approfondir le cas de l'appareil ayant un contrôle constructeur remontant à une année environ. Des tableaux de comparaison –respectivement et – sont proposés afin d'étudier l'évolution de 2014 à 2015.

Il est important de souligner que cette approche consiste en des études de cas : elle ne constitue en aucun cas une étude statistique de l'ensemble du panel.

5.1.2 Résultats 2015

Les résultats obtenus par cette approche sont présentés de la Figure 12 à la Figure 14 et du Tableau 8 au Tableau 10.

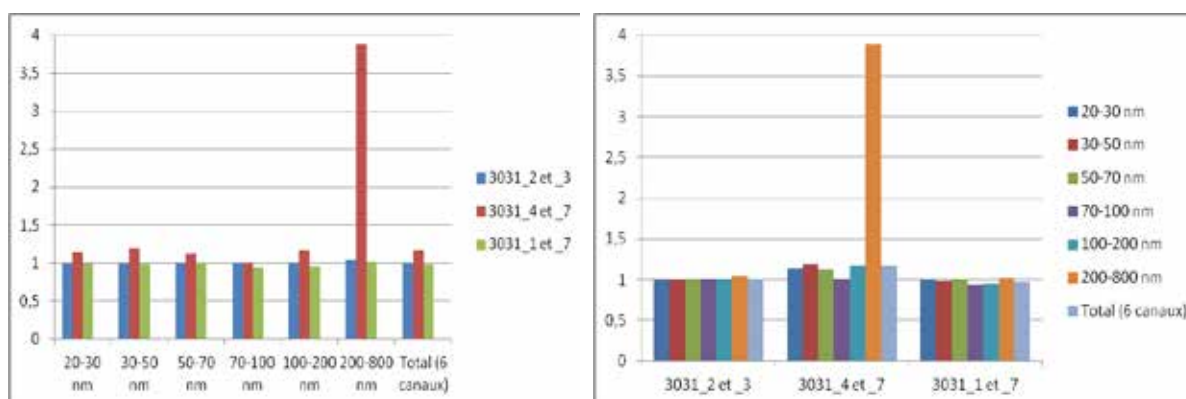


Figure 12 : coefficient directeur a

Tableau 8 : coefficient directeur a

	3031_2 et_3	3031_4 et_7	3031_1 et_4	3031_1 et_7
20-30 nm	0,99	1,14	0,87	0,99
30-50 nm	0,99	1,19	0,82	0,98
50-70 nm	1	1,12	0,89	1
70-100 nm	1,01	1,01	0,93	0,94
100-200 nm	1,01	1,17	0,8	0,95
200-800 nm	1,04	3,89	0,17	1,02
Total (6 canaux)	1,01	1,17	0,82	0,97

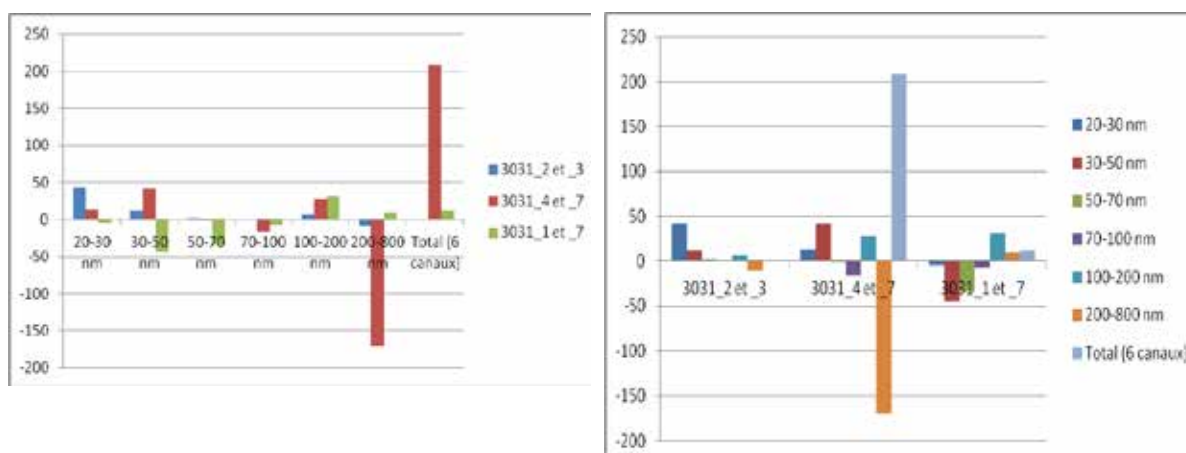


Figure 13 : constante b

Tableau 9 : constante b

	3031_2 et_3	3031_4 et_7	3031_1 et_4	3031_1 et_7
20-30 nm	42,17	13,7	-14,64	-4,55
30-50 nm	12,09	41,31	-72,95	-44,83
50-70 nm	2,09	-1,62	-28,08	-33,96
70-100 nm	1,01	-15,87	8,59	-7,18
100-200 nm	6,98	27,68	15,6	31,43
200-800 nm	-9,84	-170,48	105,13	10,26
Total (6 canaux)	0,83	208,44	-134,51	12,2

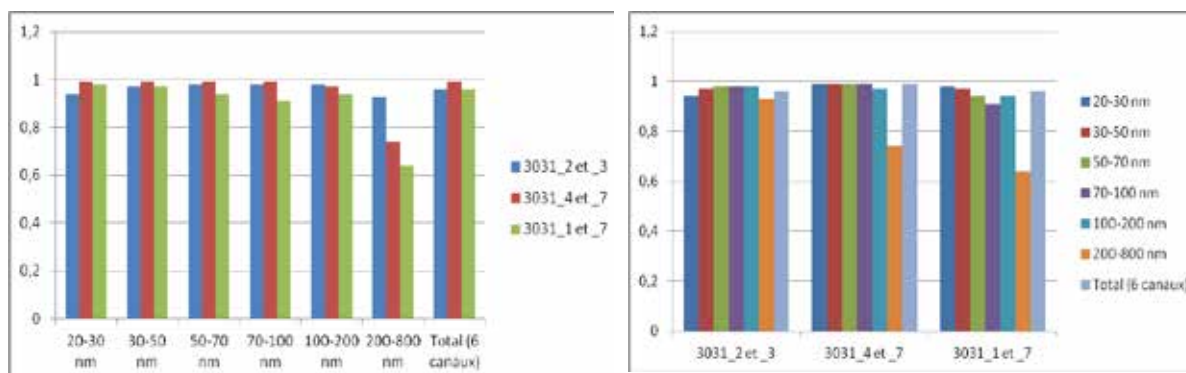


Figure 14 : coefficient de corrélation

Tableau 10 : coefficient de corrélation

	3031_2 et _3	3031_4 et _7	3031_1 et _4	3031_1 et _7
20-30 nm	0,94	0,99	0,97	0,98
30-50 nm	0,97	0,99	0,95	0,97
50-70 nm	0,98	0,99	0,91	0,94
70-100 nm	0,98	0,99	0,89	0,91
100-200 nm	0,98	0,97	0,88	0,94
200-800 nm	0,93	0,74	0,29	0,64
Total (6 canaux)	0,96	0,99	0,94	0,96

Vue générale

Elle permet de comparer l'ensemble des résultats obtenus en 2014 et 2015 pour les trois indicateurs, tout en restant très prudent car il s'agit d'une approche limitée (seule une partie des appareils est considérée).

De manière générale, on peut considérer que les résultats sont globalement stables entre 2014 et 2015, tout en gardant en tête que le choix des paires et leur nombre limité ne donne pas une assise statistique aussi large que les calculs proposés dans le chapitre précédent (comparaison par rapport à une référence) ou suivant (calcul de l'intervalle de confiance). Il est plus intéressant de se concentrer sur les cas particuliers, ce qui est fait plus loin dans le texte.

Tableau 11 : comparaison 2014 / 2015 – pour les 4 paires

	2014	2015
a	79%	71%
	7%	21%
	14%	7%
b	86%	89%
	14%	4%
	0%	7%
R ²	86%	57%
	0%	25%
	14%	18%

Canal 200 – 800 nm

Les études de cas menées ici confirment les performances limitées du canal 200–800 nm, avec par exemple le classement de l'ensemble de la plupart des valeurs de l'indicateur « R^2 » en classe de qualité rouge (Tableau 10).

Paire _2 _3

A l'exception du canal 200 – 800 nm, la paire _2 _3 se distingue par le classement de la quasi-totalité des valeurs des indicateurs « a », « b » et « R^2 » dans la catégorie verte. On observe par ailleurs une amélioration des résultats par rapport à 2014 (Tableau 12).

En conclusion, cette paire présente un écart intra-technique très faible.

Tableau 12 : comparaison 2014 / 2015 – pour la paire 3031_2 et_3

	2014	2015
a	86%	100%
	0%	0%
	14%	0%
b	57%	100%
	29%	0%
	14%	0%
R^2	86%	71%
	0%	29%
	14%	0%

Comparaison de l'appareil _4 avec l'appareil _1 et avec l'appareil _7

Les résultats de la paire _1 _4 sont plus mitigés que ceux obtenus pour la paire précédente. Si l'on met de côté les résultats du canal 200 – 800 nm, on observe que moins de la moitié des valeurs sont en catégorie verte, pour les indicateurs « a » et « R^2 » (Tableau 13). La comparaison de l'appareil _4 avec l'appareil _7 tend dans la même direction, mais avec toutefois une situation nettement moins défavorable au niveau des classes de qualité ; par contre, on relève un coefficient directeur très élevé (>3) pour le canal 200 – 800 nm.

Par ailleurs, la paire _1 _4 a déjà été étudiée en 2014. On relève une dégradation importante des résultats lorsque l'on passe de l'exercice 2014 à l'exercice 2015 (Tableau 13).

Il se trouve que l'appareil _4 n'a pas bénéficié de mise à jour technologique, ni de contrôle récent, ni de changement de membrane Nafion. Sur la base des résultats du chapitre 4, on peut faire l'hypothèse que les changements technologiques n'ont pas ou ont peu influencé les performances des UFP 3031 ; par conséquent, le recul général des performances du participant _4 serait plutôt le fait d'un manque de contrôle et de maintenance complets et récents.

Tableau 13 : comparaison 2014 / 2015 – pour la paire 3031_1 et _4

	2014	2015
a	86%	43%
	0%	43%
	14%	14%
b	100%	71%
	0%	14%
	0%	14%
R ²	86%	29%
	0%	29%
	14%	43%

5.1.3 Conclusion

La comparaison entre UFP 3031 par régression orthogonale a permis de mener quelques études de cas. On relève la convergence marquée des appareils _2 et _3, convergence observée lors des deux exercices.

Le panel 2015 comprenait un appareil n'ayant pas bénéficié de mises à jour et de contrôles récents. La comparaison a mis en évidence des différences, qui sont probablement à rechercher du côté d'un besoin de contrôle et de maintenance. Cette étude de cas confirme l'intérêt d'une maintenance et d'un contrôle systématiques et réguliers des appareils.

5.2 Intervalle de confiance de reproductibilité (incertitude sur la mesure)

5.2.1 Méthode

L'organisation d'exercices d'intercomparaison, sur le terrain, fait partie des travaux récurrents du LCSQA. Le lecteur souhaitant disposer d'une illustration et d'un descriptif détaillé du traitement des données et du calcul statistique, pourra se référer à un exemple récent [Marlière, 2013].

Dans le cas précis des intercomparaisons de 3031 de juin 2014 et juin 2015, le nombre de participants et le nombre d'appareils impliqués (cf. Tableau 1) sont moins importants que de coutume pour ce type d'exercice. Il est donc important de considérer les résultats présentés ici en gardant en tête que la base statistique est modeste.

Cela nous a amené à simplifier la démarche appliquée habituellement, en se limitant au calcul de l'intervalle de confiance de reproductibilité (ou incertitude de mesure). Il est à noter que les données brutes sont évaluées à l'aide du test de Grubbs ; le test de Cochran n'est pas appliqué car il est réservé à des essais impliquant un nombre plus important de laboratoires bénéficiant d'au moins 2 appareils de mesure.

Le calcul de l'intervalle de confiance a été réalisé –comme en 2014- en considérant chaque entité participante (AASQA, LCSQA/INERIS) comme un laboratoire, qu'il dispose d'un ou de deux appareils. A titre d'exemple, avec cette formule, l'exercice 2015 correspond à 3 « entités », deux ayant utilisé 2 appareils (en 2014, 4 « participants » dont 2 paires).

Par ailleurs, dans la présente étude, nous avons utilisé une autre approche, en considérant les appareils de manière indépendante. A titre d'exemple, 5 appareils ont été utilisés en 2015, soit 5 « entités » (6 appareils/ « entités » en 2014).

5.2.2 Résultats

Les résultats obtenus pour l'approche par « laboratoire » sont rappelés dans le Tableau 14, ceci pour les données 2014 et 2015.

Le classement en groupes de qualité (vert, jaune, rouge) montre des résultats comparables entre les deux années, à l'exception du canal 1 qui recule d'un rang. Par contre si l'on regarde l'évolution des valeurs obtenues, on relève une augmentation générale de l'intervalle de confiance, à l'exception du canal 5 qui s'améliore légèrement.

Il est important de souligner que le mode de calcul retenu prend en compte le fait que certains laboratoires disposent de plusieurs appareils : les données attribuées à un laboratoire correspondent à la moyenne des appareils utilisés par celui-ci. L'examen des résultats mené par ailleurs, a montré que ce mode de calcul peine à filtrer les résultats obtenus par un appareil en difficulté, en 2015, sur le canal 6.

Tableau 14 : intervalle de confiance de reproductibilité des différents canaux et pour la concentration totale. Valeurs minimales et maximales ; valeur correspondant à la médiane de la gamme de concentration. ≤ 25% : vert –]25%-50 %] : orange - >50% : rouge. (*) : évolution relative de 2015 par rapport à 2014.

	%	Par laboratoire		
canal		2014	2015	Evolution(*)
1	20 - 30 nm	25	36	44%
2	30 - 50 nm	35	45	29%
3	50 - 70 nm	29	30	3%
4	70 - 100 nm	19	23	21%
5	100 - 200 nm	43	38	-12%
6	200 - 800 nm	190	280	47%
Total	Total	26	42	62%

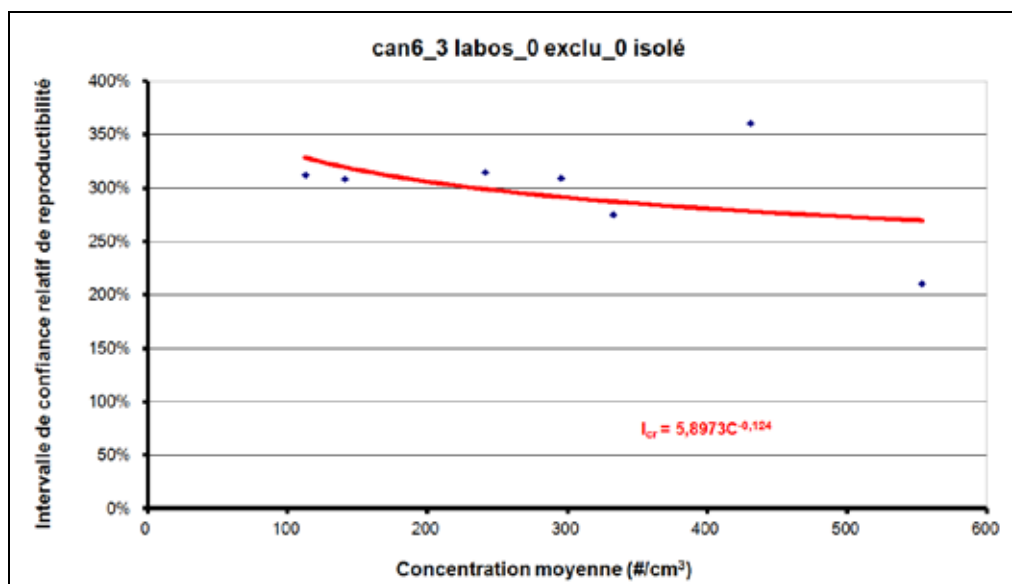
A titre de comparaison, nous avons mené une analyse des résultats considérant non plus des laboratoires, mais les appareils de manière indépendante. Ce second mode de calcul s'avère plus sélectif (Figure 15), et mène à un intervalle de confiance nettement inférieur.

Les résultats présentés dans le Tableau 15 permettent de comparer les exercices menés en 2014 et 2015, selon ce second mode de calcul.

Tableau 15 : intervalle de confiance de reproductibilité des différents canaux et pour la concentration totale. Valeurs minimales et maximales ; valeur correspondant à la médiane de la gamme de concentration. ≤ 25% : vert –]25%-50 %] : orange - >50% : rouge. . (*) : évolution relative de 2015 par rapport à 2014.

	%	Appareils indépendants		
canal	canal	2014	2015	Evolution (*)
1	20 - 30 nm	19	23	21%
2	30 - 50 nm	22	25	14%
3	50 - 70 nm	23	17	-26%
4	70 - 100 nm	15	13	-13%
5	100 - 200 nm	33	23	-30%
6	200 - 800 nm	150	90	-40%
Total	Total	20	24	20%

Ce second mode de calcul mène à un classement en groupes de qualité (vert, jaune, rouge) relativement différent : la situation s'améliore avec le passage de la majorité des résultats du groupe « orange » vers le groupe « vert ». L'une des explications serait que l'étape de mise à l'écart de données aberrantes (test de Grubbs) fonctionne mieux : le lissage opéré au sein d'un laboratoire limite cette élimination ; en effet, si l'on compare les résultats obtenus en 2015 pour le canal 6 (Figure 15, Tableau 14, Tableau 15), ils sont bien meilleurs dans le cas du calcul par « appareils indépendants » (90 % contre 280 %), sachant que le nombre de données écartées est largement supérieur, c'est-à-dire 59 valeurs contre 0 sachant que ces 59 valeurs concernent uniquement l'appareil en difficulté et qu'elles constituent 65 % des données fournies par celui-ci.



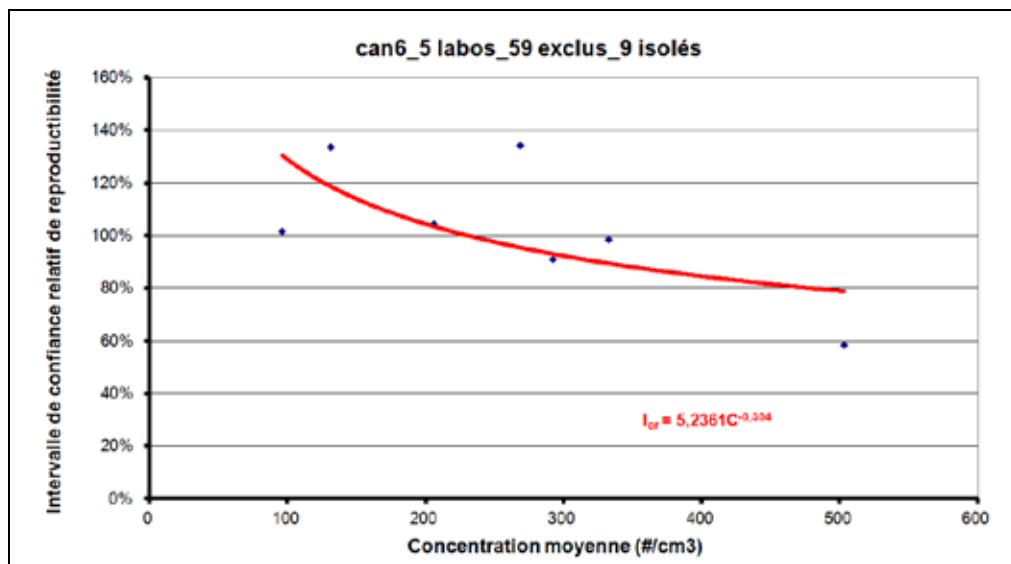


Figure 15 : comparaison de l'intervalle de confiance calculé par « laboratoires » (figure du dessus) ou par « appareils indépendants » (figure du dessous) – cas du canal 6, intercomparaison 2015

Le classement en groupes de qualité (vert, jaune, rouge) montre des résultats comparables entre 2014 et 2015, avec une amélioration pour le canal 5.

Si on compare non plus les groupes de qualité mais les valeurs elles-mêmes, on observe un recul de la qualité de l'intervalle de confiance pour les canaux 1 et 2, et à l'inverse une amélioration pour les canaux 3 à 6. L'évolution observée pour la concentration totale est probablement influencée par celle des canaux 2, et à moindre échelle 1, qui constituent une part élevée de cette concentration totale en nombre.

5.2.3 Discussion

Comparaison des deux modes de calcul

L'exploitation statistique d'un exercice d'intercomparaison est d'autant plus fiable que le nombre de laboratoires et d'instruments impliqués est important. Avec 3 laboratoires et 5 instruments validés pour cette exploitation statistique, l'exercice 2015 est éloigné de ces conditions optimales.

Deux modes d'exploitation statistique ont été utilisés. Le mode « par appareil » a pour inconvénient de faire disparaître la notion de laboratoire. Par contre, il propose une certaine simplicité avec un calcul unique (contre 2 phases de calcul dans le cas du mode « laboratoire »). De plus, il travaille sur un nombre plus important d'entités à savoir 5, contre 3 dans le mode « laboratoire ». Par ailleurs, il a montré une meilleure faculté de tri des données : il a été capable de détecter le cas d'un canal défectueux (canal 6 de l'appareil _4), et d'en écarter un nombre significatif de données.

En conclusion, le mode de calcul « par appareils indépendants » semble plus adapté au vu des effectifs actuels en laboratoires et appareils.

Classe de qualité de l'intervalle de confiance

Le mode de calcul « par laboratoire » situe l'ordre de grandeur de l'intervalle de confiance de l'UFP 3031 dans une gamme allant de 25 % à 50 %. Ceci est valable à la fois pour les données 2014 et 2015, le canal > 200 nm étant mis à part.

Le mode de calcul « par appareil » donne de meilleurs résultats puisqu'il situe l'ordre de grandeur dans la gamme < 25 % (canal > 200 nm mis à part).

Pour rappel et à titre de comparaison, dans le domaine de la surveillance des PM₁₀ et PM_{2,5}, l'incertitude sur la mesure ne doit pas dépasser 25 % pour les mesures fixes, et 50 % pour les mesures indicatives (cf. Directive 2008/50/CE).

Evolution des performances du parc

La comparaison entre les résultats 2014 et 2015 montre une certaine proximité ; le mode de calcul « par laboratoire » indiquerait un léger recul des performances, contrairement au mode de calcul « par appareil » qui indique un maintien voir une légère amélioration de ces performances.

Rappel important, si le panel 2014 était constitué d'appareils nouvellement contrôlés, le panel 2015 comprenait volontairement un appareil dont le contrôle constructeur remontait à plus d'une année.

5.2.4 Conclusion

En préambule, soulignons que les calculs présentés ci-dessus confirment la difficulté à réaliser des calculs statistiques sur les données d'intercomparaison produites en 2014 et 2015, du fait d'effectifs modestes en participants et matériels.

Un nouveau mode de calcul -par « appareils indépendants »- a été présenté et appliqué aux données 2015 et 2014 ; s'il ne permet plus de prendre en compte d'éventuelles différences entre laboratoires, il permet par contre d'assurer une meilleure détection/filtration des valeurs aberrantes, et d'augmenter le nombre « d'entités » sur lequel sont réalisés les calculs.

Le calcul de l'intervalle de confiance calculé pour les données 2015, permet de confirmer des observations réalisées en 2014, à savoir le manque de qualité du canal 200 – 800 nm, avec, quelque soit le calcul, un intervalle de confiance de reproductibilité très éloigné d'un seuil de 50 %. Ceci confirme la nécessité d'exploiter avec prudence les données fournies dans cette gamme de taille.

Si l'on met de côté ce canal, l'intervalle de confiance estimé par le mode de calcul par « appareils indépendants » se situe au dessous de 25 %.

6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Un exercice d'intercomparaison a été organisé en juin 2015, rassemblant la communauté des AASQA françaises utilisatrices de granulomètres UFP 3031.

Cet exercice fait suite à une première édition, qui s'est tenue dans les mêmes conditions en juillet 2014.

L'une des spécificités de l'exercice 2015 réside dans la mise en place, depuis l'exercice 2014, d'évolutions techniques (changement de chargeur) et logicielles. Une autre particularité porte sur la participation d'un appareil n'ayant pas bénéficié de ces évolutions, ni d'un contrôle technique récent chez le constructeur, ni de changement récent de membrane nafion (séchage de l'air avant mesurage).

La phase de préparation de la campagne a mis en évidence une amélioration des protocoles de maintenance chez les utilisateurs, avec néanmoins la nécessité de poursuivre les efforts dans ce domaine, plus précisément en ce qui concerne la ligne de prélèvement. Cette phase a également fait apparaître un besoin d'équipement en boîtes de transport spécifiques à l'UFP 3031 et à sa ligne de prélèvement, avec un objectif d'utilisation sur le long terme, contrairement aux emballages fournis par le constructeur qui relèvent plus du mono-usage.

L'exercice 2015 a permis de revenir sur des problèmes techniques rencontrés par deux appareils (pour l'un, instabilité des concentrations mesurées en base quart-horaire ; pour l'autre, dérive sur un indicateur lié au chargeur). Il a également permis de détecter une sur-estimation très importante de la concentration sur le canal 200 – 800 nm d'un participant, en l'occurrence l'appareil n'ayant pas bénéficié de contrôle technique récent.

Comme cela a été relevé en 2014, le canal de mesure dédié à la gamme 200 – 800 nm présente des performances limitées : cela confirme la nécessité de limiter son utilisation à un usage « informatif ».

L'évaluation des performances a été menée à l'aide de trois approches, sélectionnées sur la base de l'expérience acquise en 2014.

La comparaison avec un SMPS de référence a été réalisée à l'aide d'une régression orthogonale. Elle fait apparaître des performances en léger recul entre 2014 et 2015. Il conviendra à l'avenir de vérifier s'il s'agit d'un écart ponctuel ou d'une réelle tendance. En l'attente, ces résultats tendent à indiquer que les changements technologiques menés entre 2014 et 2015 (chargeur plus aisé à nettoyer, logiciel amélioré pour prendre en compte les incidents) n'ont pas entraîné de différence notable sur la mesure.

Des études de cas ont été menées en comparant différentes UFP 3031, deux à deux. Cela a permis de confirmer les difficultés individuelles. Tout particulièrement, l'appareil n'ayant pas disposé de maintenance et de contrôle récents depuis 12 mois a présenté une sur-estimation significative sur un canal ; plus largement, il présente une baisse de performance par rapport à l'exercice 2014 ; ceci confirme la nécessité d'une maintenance et d'un contrôle réguliers des matériels, et plus précisément plaide pour un passage annuel chez le constructeur.

L'intervalle de confiance de reproductibilité a été déterminé à l'aide d'une nouvelle approche, considérant non plus des « laboratoires » mais les appareils de manière indépendante. Cette méthode permet une meilleure prise en charge des valeurs aberrantes, et permet de mener le calcul sur un nombre plus important d'entités. L'ordre de grandeur de l'intervalle de confiance ainsi estimé se situe globalement au dessous de 25%.

7. REFERENCES

Dalle 2015 - « Recommandations quant à l'utilisation de l'UFP 3031 », rapport LCSQA, DRC-15- 144358-12401A

Le Bihan, Dalle et Meunier 2014 – « Inter-comparaison 2014 sur les granulomètres UFP 3031 », rapport LCSQA, DRC-15- 144358-12985A

Marlière 2013 – « Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison des moyens mobiles nationaux (Besançon 2013) », rapport LCSQA, 2013.

Marlière 2010 - Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Intercomparaison européenne PM10 avec TEOM FDMS

8. GLOSSAIRE

Abréviations	Libellés
PUF	Particules ultrafines, c'est à dire particules de diamètre inférieur à 100 nm.
SMPS	Scanning Mobility Particle Sizer. Granulomètre permettant de réaliser la mesure en temps réel de la distribution en taille, dans une gamme allant généralement de 10-20 nm jusqu'au voisinage du micron.

9. LISTE DES ANNEXES

Annexes	titres
Annexe 1	Agenda de l'intercomparaison
Annexe 2	Résultats obtenus lors de la vérification des appareils
Annexe 3	Intervalle de confiance de reproductibilité : exemples de résultats détaillés

ANNEXE 1

Rétrospective de l'intercomparaison

Date	Objet
19 mai	Réception de la ligne de prélèvement de RA, en provenance de RA
26 mai	Réception de l'UFP 3031 et de la ligne de prélèvement de PACA, en provenance de PACA
28 mai	Journée technique à destination des techniciens utilisateurs de granulomètres UFP3031 Réception des 2 lignes de prélèvement d'AirAq
29 mai	Date initialement prévue pour débiter l'inter-comparaison. Cette date a été reportée au 12 juin, à la demande de TOPAS qui a prit du retard dans ses contrôles annuels.
4 juin	Réception de 2 UFP 3031 (RA et INERIS) en provenance de TOPAS. Installation de 3 UFP 3031 (PACA, RA et INERIS).
8 juin	L'UFP 3031 de RA ne fonctionne plus.
11 juin	Réception du nouveau UFP 3031 de PACA, en provenance de PACA. Installation de l'UFP 3031 de PACA ainsi que du SMPS.
12 juin	Deuxième date fixée pour débiter l'inter-comparaison. Celle-ci doit de nouveau être décalée, toujours à la demande de TOPAS.
15 juin	Réception des 2 UFP d'AirAq, en provenance de TOPAS. Installation des 2 UFP d'AirAq.
16 juin	Début de l'inter-comparaison.
29 juin	Fin de l'inter-comparaison.
1 ^{er} juillet	Départ des appareils de l'INERIS vers les AASQA.

ANNEXE 2

SUIVI DES APPAREILS

Début de l'intercomparaison : mardi 16 juin à 12h00

	3031_1 INERIS 3300902401	3031_2 AirAq2 3301202401	3031_3 AirAq2 3301202402	3031_4 PACA4 3301202408	3031_6 RA6 3301102408	3031_7 PACA7 3301502401
dates	04/06/15 12/06/15 15/06/15	15/06/15	15/06/15	04/06/15 12/06/15 15/06/15	04/06/15 12/06/15 15/06/15	12/06/15 15/06/15
débit 3031 (1)	5.01 4.96 4.99	5.12	5.22	5.07 5.1 5.13	5.03 0 0	5.16 5.18
débit boucle (2)	12.26	12.23	12.5	12.17	12.18	11.7 12
débit tête (3)	16.7 16.75	16.8	16.8	16.8 16.8	16.7	16.7
Manomètre de la ligne de prélèvement (4)	-0.425	-0.85	-0.7	-0.625	/	-0.6
3031/horloge parlante	OK	OK	OK	OK	/	OK
Zéro (5)	OK 15/06 11:00	OK 15/06 14:39	OK 15/06 14:26	OK 12/06 15:00	/	OK 12/06 15:00
Firmware version	20141104 5.4	20141104 5.4	20141104 5.4	20140110 5.3	20141104 5.4	20141104 5.4

Spécification sur le débit de l'UFP 3031 (1) : le mode d'emploi constructeur indique que le débit doit être de 5 Lpm ; par contre il ne fixe pas de critère associé.

Dans le cadre des échanges assurés avec le constructeur, celui-ci a proposé dans un premier temps une valeur à respecter de +/-0,05 Lpm ; si ce critère est respecté lors du contrôle annuel chez le constructeur, il s'avère qu'il n'est pas réaliste sur le terrain. Plus récemment, le constructeur a proposé une nouvelle valeur à respecter de +/- 0,1, en recommandant de procéder si nécessaire à un ajustement.

Le retour d'expérience acquis par le LCSQA/INERIS montre qu'une valeur de +/- 0,2 Lpm serait beaucoup plus réaliste. Il s'agit de la valeur qui a été appliquée lors des intercomparaisons 2014 et 2015.

Spécification sur le débit de la ligne de prélèvement, et plus précisément sur la boucle (2) : le mode d'emploi du constructeur fixe une valeur cible de 11,7 Lpm, mais ne fixe pas de critère.

Dans le cadre des échanges assurés avec le constructeur, celui-ci a proposé une valeur à respecter de +/-1 Lpm.

Spécification sur le débit de la tête de prélèvement (3) : le mode d'emploi constructeur indique que le débit doit être de 16.7 Lpm ; par contre il ne fixe pas de critère associé.

Cet ajustement est réalisé en début de campagne par l'opérateur LCSQA/INERIS, et vérifié en fin de campagne. Le critère retenu est celui suggéré par ailleurs pour le débit de boucle (2).

Manomètre de la ligne de prélèvement (4) : ce paramètre donne une indication de dépression au niveau du sécheur ; il vise à alerter en cas de dysfonctionnement majeur au niveau de la pompe ou du sécheur. Toutefois, le mode d'emploi constructeur ne fournit aucune spécification sur ce paramètre.

Le LCSQA/INERIS a décidé de documenter ce paramètre (archivage de données) afin de mieux évaluer l'intérêt de ce paramètre, et d'établir un critère interne d'alerte.

Spécification sur le zéro (5) : le mode d'emploi ne fixe pas d'exigence sur ce point de contrôle. Le critère fixé par le LCSQA/INERIS est une concentration de 0 p/cm³.

SMPS	15/06/15	Critère INERIS
SMPS avant impacteur	0.317	+/- 10%
SMPS après impacteur	0.317	+/- 10%
débit affiché	0.310	+/- 10%
débit 3775 2011	0.318	+/- 10%
Horloge SMPS	Synchronisée ce jour	/
Zéro SMPS	OK 15/06 13 :00	Obtention du zéro

Fin de l'intercomparaison : le lundi 29 juin à 9h00

	3031_1 INERIS 3300902401	3031_2 AirAq2 3301202401	3031_3 AirAq2 3301202402	3031_4 PACA4 3301202408	3031_6 RA6 3301102408	3031_7 PACA7 3301502401
date	29/06/15	29/06/15	29/06/15	29/06/15	29/06/15	29/06/15
débit 3031 (1)	4.98	5.0	5.07	5.06	/	5.21
débit boucle (2)	12.68	12.06	12.32	12.36	/	11.8
débit tête (3)	16.7	16.7	16.96	16.86	/	16.82
manomètre de la ligne de prélèvement (4)	-0.425	-0.85	-0.65	-0.65	/	-0.6
3031/horloge parlante	-28 sec	-43 sec	-1.44 sec	-1.15 sec	/	-1,13 sec
Zéro (5)	OK 29/06 10:45	OK 29/06 10:00	OK 29/06 10:00	OK 29/06 10:00	/	OK 29/06 10:30

SMPS	29/06/15	Critère INERIS
SMPS avant impacteur	0.308	+/- 10%
SMPS après impacteur	0.308	+/- 10%
débit affiché	0.31	+/- 10%
débit 3775 2011	0.317	+/- 10%
Horloge SMPS	-8 sec	/
Zéro SMPS	OK 29/06 11:15	Obtention du zéro

ANNEXE 3

Intervalle de confiance de reproductibilité : exemples de résultats détaillés

Les exemples présentés ci-dessous concernent la comparaison de matériels pour le canal allant de 50 à 70 nm. Sont présentés les résultats obtenus en 2014 (Figure A3-a, b) et 2015 (Figure A3-c, d), en comparant le calcul en considérant les laboratoires (figures de gauche) ou les appareils de manière indépendante (figures de droite).

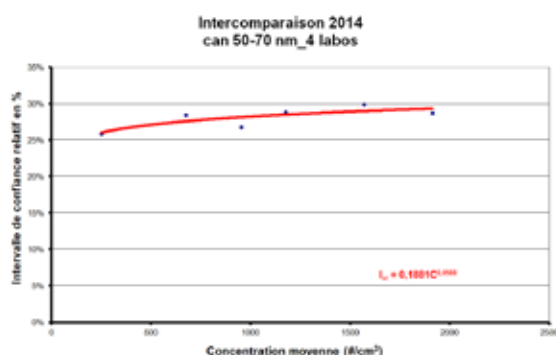


Figure A3-a

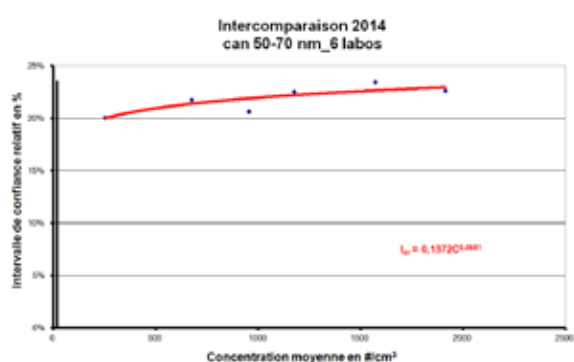


Figure A3-b

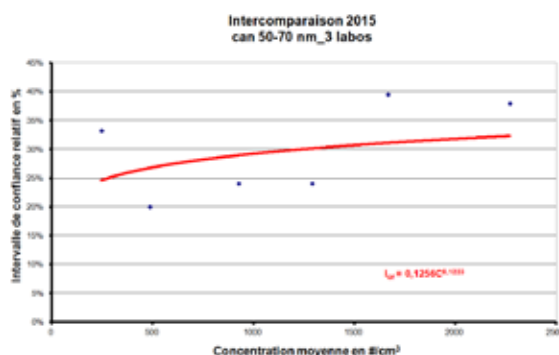


Figure A3-c

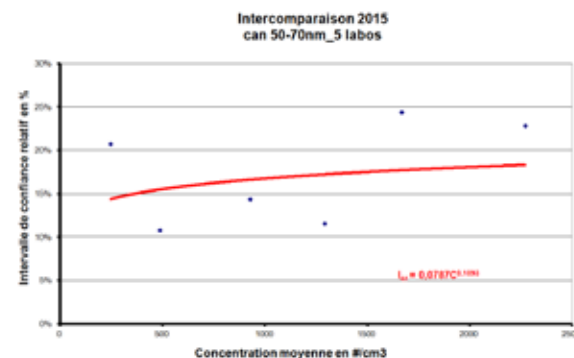


Figure A3-d



direction et secrétariat du LCSQA

INERIS - parc technologique Alata - BP 2 - F60550 Verneuil-en-Halatte
tél. 03 44 55 64 04 - www.lcsqa.org