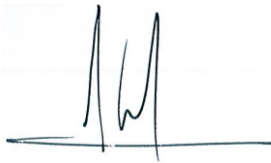


Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

INTER-COMPARAISON 2016 SUR LES GRANULOMÈTRES UFP 3031

M. DALLE, O. LE BIHAN (INERIS)

Septembre 2016

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Morgane DALLE Olivier LE BIHAN	Olivier AGUERRE-CHARIOL	Marc DURIF
Qualité	Technicienne et ingénieur de l'Unité NOVA Direction des Risques Chroniques	Responsable de l'Unité NOVA Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle CARA Direction des Risques Chroniques
Visa	 		



LE LABORATOIRE CENTRAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITÉ 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 l'Association Agréée de Surveillance de la Qualité de l'Air en Aquitaine (AIRAQ). 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 Ministère de l'Environnement, l'Énergie et de la Mer (MEEM) 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.

PREAMBULE

L'intervention de l'INERIS pour la réalisation de cette intercomparaison s'est faite dans le cadre de ses missions pour le LCSQA comme stipulé avec AIRAQ dans l'offre référencée DRC-16-161172-03790B.

Ainsi, cette prestation a été réalisée avec les modalités propres au LCSQA et grâce aux méthodes développées et mises en œuvre par l'INERIS dans le cadre de ses missions pour le LCSQA et financées par le ministère chargé de l'environnement :

- depuis 2003, le LCSQA réalise des travaux sur le mesurage des PUF, avec en 2014 la création d'un Groupe de Travail « particules ultra-fines » au sein du dispositif national de surveillance de la qualité de l'air. Les différents rapports d'étude produits entre 2003 et 2015 sont disponibles sur le site internet du LCSQA (www.lcsqa.org) ;
- le matériel utilisé est la propriété d'un membre du LCSQA et a été mis en œuvre lors de l'organisation et la participation à des comparaisons précédentes (dont celles effectuées en Allemagne en 2012 et 2013 à l'institut TROPOS (Institut für Troposphärenforschung)). De plus, les responsables techniques contribuent aux travaux de normalisation européenne (CEN) sur le mesurage du nombre et de la taille des particules en air ambiant.
- les travaux proposés dans la présente offre et la prestation ont fait l'objet d'une présentation lors du Comité de Pilotage de la Surveillance (CPS) du 19 novembre 2015.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	9
1. INTRODUCTION	11
2. PRESENTATION DE L'INTERCOMPARAISON.....	11
2.1 Participants.....	11
2.2 Site de mesure.....	12
2.3 Mise en œuvre du matériel.....	12
2.3.1 UFP 3031	12
2.3.2 SMPS de référence	13
2.3.3 Ligne de prélèvement.....	14
2.4 Déroulement de l'intercomparaison.....	15
2.5 Base de données	16
3. VALIDATION DE L'EXERCICE.....	16
3.1 Matériel	16
3.1.1 Vérification des débits.....	16
3.1.2 Vérification du zéro	16
3.2 Comportement atypique d'un appareil participant (3031_3) : oscillations	17
3.3 Ajout d'un menu.....	17
3.4 Canaux à zéro	18
4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET LE SMPS DE RÉFÉRENCE PAR RÉGRESSION ORTHOGONALE	19
4.1 Mode de calcul	19
4.2 Résultats.....	20
4.2.1 Résultats présentés par année.....	20
4.2.2 Résultats présentés par appareil.....	22
4.3 Discussions	23
5. COMPARAISON ENTRE UFP 3031 PAR RÉGRESSION ORTHOGONALE	25
5.1 Mode de calcul	25
5.2 Résultats.....	25
5.3 Discussion.....	27
6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	27
7. RÉFÉRENCES	27
8. GLOSSAIRE.....	29
9. LISTE DES ANNEXES.....	31

RÉSUMÉ

AIRAQ, acteur chargé de la Surveillance de la qualité de l'air en Aquitaine, mène dans le cadre du Plan Régional Santé Environnement 2009-2013 d'Aquitaine des mesures exploratoires de particules ultrafines (PUF), de diamètre inférieur à 100 nm.

Les Associations de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) s'impliquant sur la thématique des PUF sont fédérées au niveau national à travers un Groupe de Travail (GT PUF).

Le granulomètre UFP 3031 est jusqu'ici le principal appareil utilisé par ces Associations pour le mesurage des particules ultrafines sur le terrain.

La qualité de la base de données repose notamment sur la participation à des intercomparaisons, comme celles organisées par le LCSQA/INERIS à Creil en 2014 et 2015.

L'objectif de la présente étude était l'organisation d'un exercice d'intercomparaison des UFP 3031 d'AIRAQ, sur son site de Mérignac. L'exercice a consisté d'une part, à comparer chaque UFP 3031 d'AIRAQ à une méthode prise en référence au niveau national, et d'autre part, à comparer les deux instruments d'AIRAQ entre eux. Cette prestation, assurée par le LCSQA/INERIS, a également été l'occasion de former deux techniciens AIRAQ à l'utilisation de l'UFP 3031.

L'exercice a tout d'abord mis en évidence la disparition d'un comportement atypique pour l'un des appareils : ce comportement, mis en évidence en 2014, et en diminution en 2015, n'a pas été détecté en 2016.

Différents points techniques ont été considérés, permettant une meilleure utilisation et une meilleure connaissance de l'appareil. Une évolution du logiciel a ainsi été prise en main ; de même, le protocole de vérification des débits a été l'objet d'un échange, permettant notamment de mieux prendre en compte les recommandations « constructeur ».

En ce qui concerne l'analyse statistique de la base de données, la comparaison avec un granulomètre (SMPS) de référence fait apparaître un écart en progression entre 2015 et 2016, un léger écart ayant déjà été observé entre 2014 et 2015. Il pourrait donc s'agit d'une réelle tendance.

Pour leur part, les différences intra-techniques (entre les deux UFP 3031) sont globalement stables.

Un point fort de ce type d'intercomparaison est de réaliser les mesures sur le terrain, en matrice réelle ; en contre-partie, l'exercice est dépendant des conditions rencontrées, à commencer par les niveaux de concentration. Au cours de l'analyse des données, s'est posée la question de savoir si ces niveaux peuvent avoir une influence sur les résultats : l'hypothèse est que des niveaux élevés permettraient de s'éloigner des limites de quantification des différents canaux, et par conséquent d'avoir de meilleurs résultats. Cette réflexion sera à prendre en compte lors des futurs exercices.

1. INTRODUCTION

AIRAQ est l'acteur chargé de la Surveillance de la qualité de l'air en Aquitaine. Parmi les polluants surveillés par AIRAQ, les particules portent un intérêt particulier du fait de leur impact avéré sur la santé, des dépassements récurrents de valeur limite en France, et de leurs origines multiples.

Ces dernières années, l'impact sanitaire des particules ultrafines (PUF), de diamètre inférieur à 100 nm, est de plus en plus étudié. Il est jugé nécessaire de disposer d'observatoires des PUF dans l'air ambiant afin de pouvoir disposer de données qui pourront à la fois mieux caractériser l'exposition des populations, et aussi être utilisées dans des études épidémiologiques.

Dans ce contexte, AIRAQ mène, dans le cadre du Plan Régional Santé Environnement 2009-2013 d'Aquitaine, des mesures exploratoires de PUF sur deux de ses stations de mesures, la station urbaine de Talence et la station industrielle de Mourenx, et ce depuis 2012.

Les mesures en continu de Particules Ultrafines (PUF) sont assurées à l'aide d'appareils de type UFP3031 (Dalle 2015), technologie choisie dans le cadre du Groupe de Travail du dispositif national de surveillance de la qualité de l'air (GT PUF). Cette technologie est mise en œuvre par AIRAQ sur les deux stations retenues dans le projet.

Le processus de contrôle qualité des données repose notamment sur la participation à des exercices d'intercomparaison, tels que ceux organisés par le LCSQA/INERIS à Creil en 2014 (Le Bihan et al., 2014) et 2015 (Le Bihan et Dalle, 2015). L'objectif des travaux présentés ici était de permettre à AIRAQ de continuer à s'appuyer, en 2016, sur la participation à ce type d'intercomparaison. Cet exercice a été organisé à l'initiative d'AIRAQ, et s'est déroulé sur son site de Mérignac.

2. PRESENTATION DE L'INTERCOMPARAISON

2.1 Participants

En raison de réductions budgétaires sur le programme d'étude 2016 du LCSQA, la présente intercomparaison a été réalisée par l'INERIS sous forme d'une prestation commerciale pour AIRAQ. Elle a été organisée dans la continuité des intercomparaisons de 2014 et 2015, c'est-à-dire en comparant les deux granulomètres UFP 3031 d'AIRAQ entre eux, ainsi qu'avec un granulomètre, le SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer) LCSQA/INERIS pris comme référence. En parallèle de cette intercomparaison, la prestation comprenait également la formation de deux techniciens d'AIRAQ sur les granulomètres UFP 3031.

La réalisation de cette campagne est ainsi le fruit d'une étroite collaboration entre AIRAQ et INERIS, par courriels et réunions téléphoniques, tout au long du processus (préparation, réalisation de l'intercomparaison, traitement des données et présentation des résultats).

2.2 Site de mesure

L'intercomparaison des granulomètres UFP 3031 a eu lieu dans un moyen mobile de mesure d'AIRAQ, situé sur le parking du siège, à Mérignac (Figure 1 et 2).

Ce moyen mobile est climatisé et possède plusieurs passages de toit. Il est utilisé par l'AASQA pour vérifier le bon fonctionnement des analyseurs automatiques avant de les amener sur les différentes stations de mesure de la région.



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 restant 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.

Le principe de fonctionnement de cet instrument est principalement basé, d'une part sur le tri des particules par classe de taille (en fonction de leur mobilité électrique), et d'autre part sur leur comptage à l'aide d'un électromètre.

Au moment de l'intercomparaison, les deux UFP 3031 revenaient de vérification annuelle chez le constructeur. A cette occasion, le constructeur a changé la version du « Firmware » en intégrant, entre autres, un nouveau sous-menu dans l'onglet « Sampling system » (Cf paragraphe 3.4).

Les deux UFP 3031 ont été mis en œuvre selon les préconisations du LCSQA (Dalle, 2015) et dans des conditions de fonctionnement identiques (Tableau 1) ; ils possédaient notamment tous deux le nouveau chargeur qui a été développé par TOPAS afin de faciliter le nettoyage de l'aiguille de corona (Dalle, 2015), ainsi que la dernière version du firmware datant du 8 mars 2016. De même, des réglages identiques ont été mis en œuvre en ce qui concerne la ligne de prélèvement et l'acquisition des données (fréquence quart-horaire).

Les UFP 3031 ont fonctionné durant toute la durée de l'intercomparaison. Cependant il y a eu de nombreuses valeurs nulles sur l'ensemble des canaux des deux UFP 3031, ce qui a conduit à la suppression de ces données horaires (Cf paragraphe 3.4).

Tableau 1 : configuration des appareils

Appareils	S/N	Vérification annuelle	Version chargeur	Version firmware	Changement membrane Nafion
AirAq2	3301202401	Mai 2016	Nouveau chargeur	Dernière version (20160308 5.8)	14/11/2014
AirAq3	3301202402	Mai 2016	Nouveau chargeur	Dernière version (20160308 5.8)	12/12/2014

2.3.2 SMPS de référence

Un SMPS dit « de référence » a fonctionné à l'identique des intercomparaisons de 2014 et 2015, parallèlement aux deux UFP 3031, et raccordé à la ligne de prélèvement de l'un d'entre eux, *via* un diviseur de débit (Figure 3).

Ce SMPS, fourni et mis en œuvre par le LCSQA/INERIS, est composé d'un sélecteur en taille de type DMA 3080 (TSI) associé à un compteur de type 3775 (TSI). Au moment de l'intercomparaison, le DMA ainsi que le compteur revenaient de vérification annuelle chez le constructeur.

Le 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.

Lors de la campagne de mesure, le SMPS a été arrêté brièvement et relancé par un technicien d'AIRAQ, ceci à cinq reprises, afin de permettre la récupération de données et leur examen à distance par la technicienne du LCSQA/INERIS. Cela a permis de valider régulièrement le bon déroulement de l'exercice. Lors de l'une de ces relances, le SMPS n'a pas été tout à fait synchronisé avec le mesurage quart-horaires des UFP 3031, ce qui a entraîné la suppression des données durant cette période, allant du 3 juin 2016 à 7H00 au 6 juin 2016 à 7H00 .

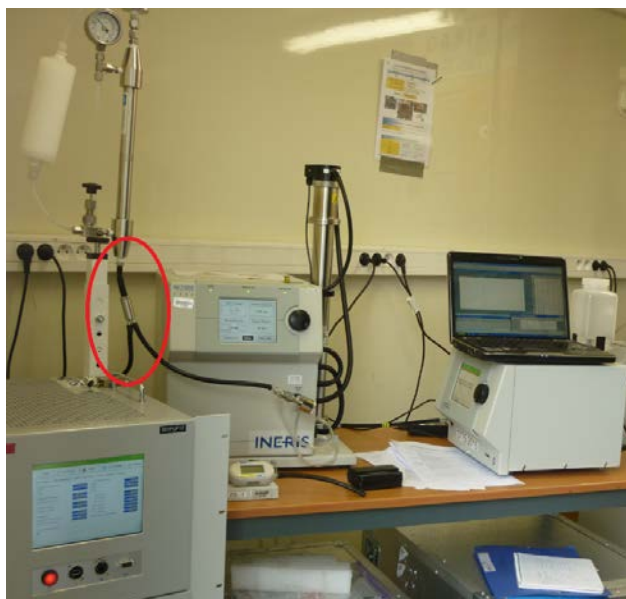


Figure 3 : raccordement du SMPS à la ligne de prélèvement

2.3.3 Ligne de prélèvement

Les deux UFP 3031 ont été mis en œuvre avec une ligne de prélèvement indépendante, fournie et nettoyée par AIRAQ. Elle comprend une tête de prélèvement PM_{10} , un cyclone PM_1 et un sécheur (membrane Nafion), tel que préconisé par le constructeur et le LCSQA. 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 au bon fonctionnement de la membrane Nafion (Figure 4).

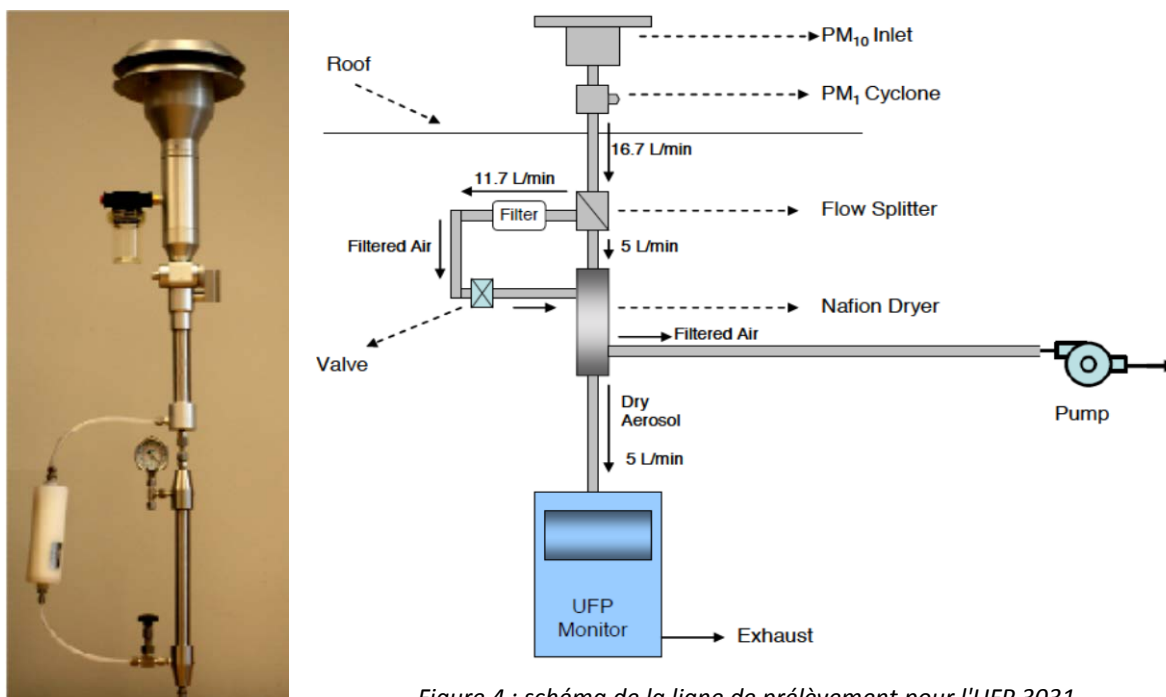


Figure 4 : schéma de la ligne de prélèvement pour l'UFP 3031

2.4 Déroulement de l'intercomparaison

Une technicienne de l'INERIS s'est déplacée sur le site de Mérignac les 26 et 27 mai 2016, pour la préparation et le démarrage de l'intercomparaison, ainsi que pour la formation de deux techniciens d'AIRAQ. Elle est retournée sur place le 16 juin pour les vérifications de fin de campagne et la désinstallation. Entre-temps, un technicien d'AIRAQ s'est chargé de vérifier le bon fonctionnement des appareils et a expédié régulièrement les données à l'INERIS pour permettre un contrôle des données en continu.

L'intercomparaison s'est déroulée sur 21 jours, du vendredi 27 mai 10H00 au jeudi 16 juin 6H00, permettant l'acquisition de 361 paires de données horaires validées. A titre informatif, l'objectif de la campagne était d'atteindre un minimum de 100 valeurs horaires validées.

Lors de cette campagne, 116 valeurs horaires ont été invalidées. Pour l'essentiel, elles sont en lien avec les canaux à zéro des UFP 3031 (cf. paragraphe 3.4), et les relances du SMPS (cf. paragraphe 2.3.2).

Durant la période de l'intercomparaison, la concentration totale en nombre de particules mesurées s'est située à une moyenne de 4 000 particules/cm³ avec des *minima* de l'ordre de 1 100 particules/cm³ et des pics allant jusqu'à 15 500 particules/cm³ (Figure 5).

La Figure 5 ci-dessous présente le suivi temporel de la concentration totale des UFP 3031 ainsi que du SMPS, durant l'intégralité de la campagne. Les valeurs nulles qui sont présentées sur le graphe sont liées à l'ensemble des valeurs horaires invalidées, quelque soit l'origine de ces invalidations (sur les données des UFP 3031 ou du SMPS). La liste des données quart-horaires et horaires invalidées est détaillée en Annexe 1.

Le suivi temporel des concentrations mesurées pour chaque canal est présenté en Annexe 2.

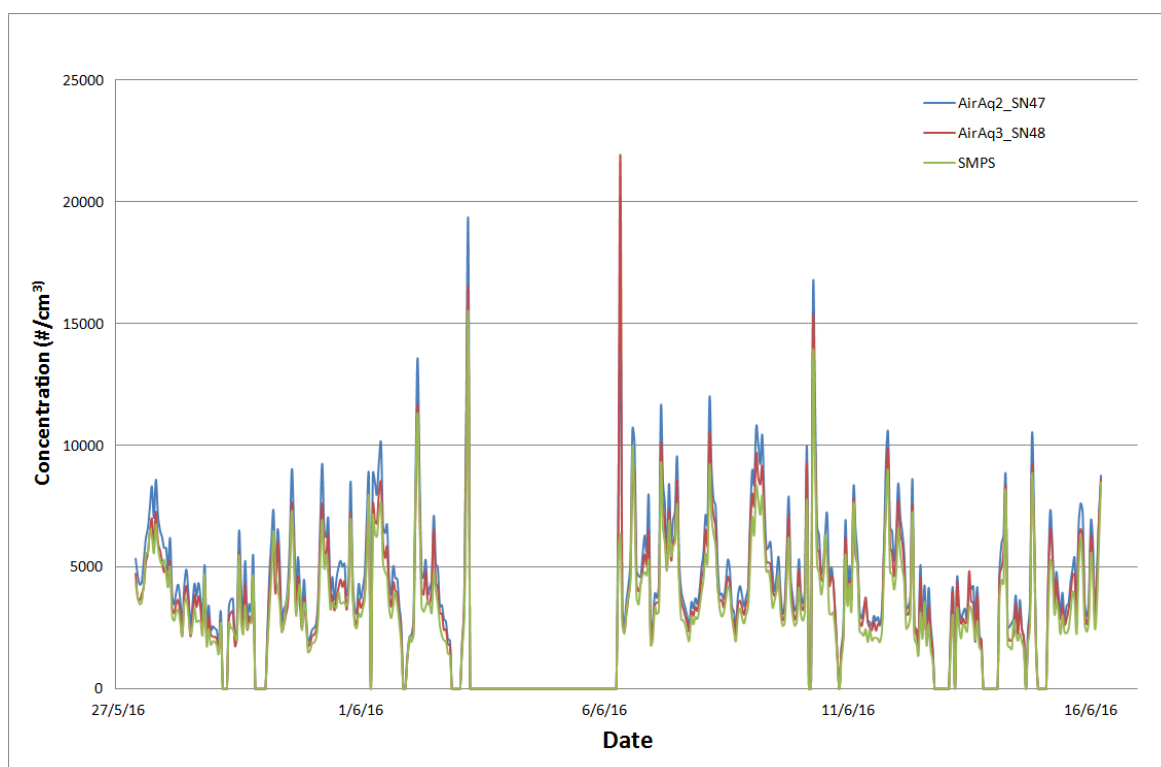


Figure 5 : suivi temporel de la concentration totale des UFP 3031 et du SMPS

2.5 Base de données

La base de données brutes est constituée de valeurs quart-horaires, 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.

Les données horaires sont exprimées en heure universelle.

3. VALIDATION DE L'EXERCICE

3.1 Matériel

La vérification du bon fonctionnement des appareils repose sur les vérifications régulières chez le constructeur (réalisés juste avant l'intercomparaison) ainsi que sur le contrôle des débits et du zéro des différents appareils. Les valeurs obtenues lors des contrôles sont fournies en Annexe 3.

3.1.1 Vérification des débits

Contrairement aux intercomparaisons précédentes lors desquelles le matériel était mis en œuvre par l'INERIS (Le Bihan et al., 2014 et Le Bihan et Dalle, 2015), les UFP 3031 et leur ligne de prélèvement ont été installés par les techniciens d'AIRAQ, selon leur propre protocole. Ceci a permis de mettre en évidence quelques différences mineures de mise en œuvre. En effet, par exemple, lors des campagnes précédentes, la mesure du débit d'aspiration des UFP 3031 s'effectuait en direct, sans prendre en compte la ligne de prélèvement, avec un débitmètre massique TSI, modèle 4140, sans ajustement du débit. Pour cette campagne, les débits ont été mesurés en boucle en intégrant la ligne de prélèvement, à l'aide d'un débitmètre à piston BIOS, et les débits ont été ajustés en début de campagne. Dans tous les cas, les écarts observés respectaient les critères de validation déterminés dans le cadre des travaux du GT PUF (Cf. Annexe 3).

Ces observations ont généré des discussions avec le constructeur et ont abouti à des pistes d'amélioration, listées ci-dessous, et qui pourront être discutées lors des prochains GT PUF, afin d'optimiser et d'harmoniser les pratiques :

- Utiliser un débitmètre massique TSI ou un débitmètre à bulles Gilibrator pour limiter la perte de charge,
- Réaliser la mesure du débit de l'UFP 3031 en direct, sans prendre en compte la ligne de prélèvement,
- Réaliser un ajustement si les débits ne respectent plus les spécifications, à savoir : 5 L/min +/- 0.25 pour le débit d'entrée et 1 L/min +/- 0.05 pour le débit du chargeur.

3.1.2 Vérification du zéro

L'étanchéité des deux lignes de prélèvement a été vérifiée en réalisant un zéro en tête de ligne à l'aide d'un filtre absolu, ainsi qu'en utilisant une pompe à vide, au début et à la fin de l'intercomparaison.

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

L'UFP 3031_3 d'AirAq ne présente plus le caractère oscillant qui avait été observé lors de l'intercomparaison de 2014. En effet, la participation de cet appareil 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, et lissé par les moyennes horaires, il n'avait pas été considéré comme invalidant par le constructeur TSI, qui n'avait toutefois pas d'explication à ce phénomène.

Ces oscillations, qui étaient présentes mais atténuées lors de l'exercice 2015, n'ont pas été observées lors de l'exercice 2016 (Figure 6).

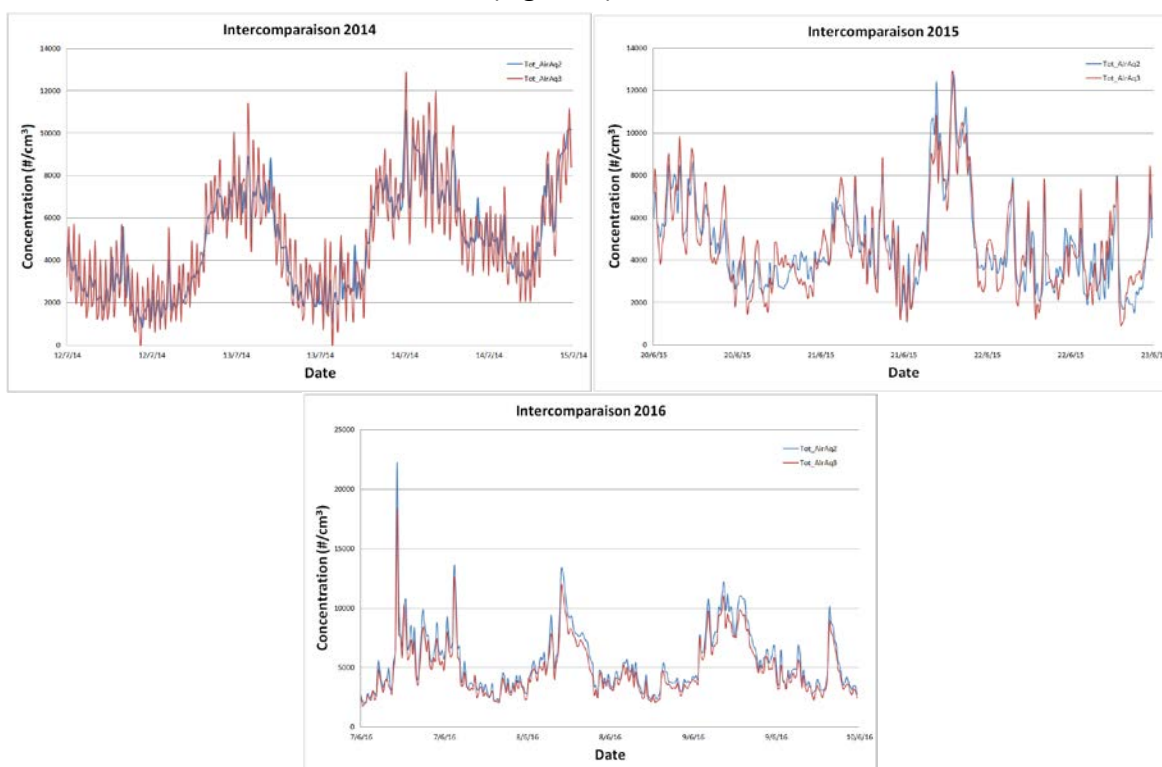


Figure 6 : suivi temporel de la concentration totale en nombre (mesures ¼ horaires) mesurés par les 2 UFP3031 d'AIRAQ lors des exercices d'intercomparaison de 2014, 2015 et 2016.

3.3 Ajout d'un menu

Lors de la vérification annuelle chez le constructeur, celui-ci a changé la version du « Firmware », ce qui a eu pour conséquence d'intégrer un nouveau sous-menu : l'ancien onglet « *Sampling system* » est devenu « *Sampling system & Detection limits* » avec le sous-menu supplémentaire « *Select zero detection limits* » (Figure 7).

Signification technique de ce paramétrage

Suite à la demande de l'INERIS, le constructeur a envoyé, courant juillet, une note à l'attention des utilisateurs concernant ce nouveau menu (Cf Annexe 4).

Ces valeurs indiquent les seuils en dessous desquels l'ensemble des canaux est mis à zéro. Pour ce faire, il faut, soit que l'ensemble des six canaux aient leurs valeurs inférieures aux seuils sélectionnés, soit que la somme des six canaux soit inférieure au seuil total. Si, sur les six canaux, il y en a au moins un qui est au-dessus de la valeur limite, alors les canaux qui étaient en dessous de leurs seuils ne sont pas à zéro mais gardent leur vraie valeur.

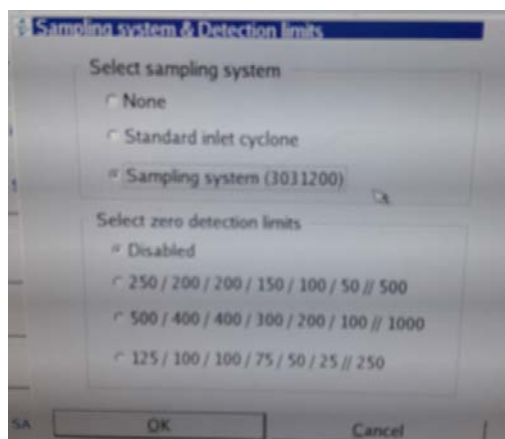


Figure 7 : nouveau menu

Paramétrage mis en place lors de l'intercomparaison

Au moment de la mise en œuvre de l'intercomparaison, le constructeur a été contacté par la technicienne de l'INERIS afin de connaître l'option à sélectionner, pour réaliser les mesures dans les mêmes conditions que les années précédentes. Celui-ci a indiqué que le fonctionnement antérieur des UFP 3031 correspondait à la première série « 250 / 200 / 200 / 150 / 100 / 50 // 500 ». Dans un souci d'homogénéisation des différentes bases de données, et dans le but de pouvoir comparer les données entre elles, l'intercomparaison s'est donc déroulée en cochant cette série (250 / 200 / 200 / 150 / 100 / 50 // 500).

3.4 Canaux à zéro

L'analyse de la base de données de l'intercomparaison a mis en évidence que des « zéros » (valeurs « nulles ») sont apparues régulièrement sur les six canaux des deux UFP 3031, généralement durant la nuit (Tableau 2).

Après discussion avec TSI, il semblerait que ces zéros sont liés à la mesure de signaux considérés comme inférieurs à la limite de détection (telle que définie au paragraphe 3.3).

L'examen des données acquises lors des intercomparaisons de 2014 et 2015 indique que ces zéros étaient très peu nombreux, contrairement à l'exercice 2016 pour lequel il a été dénombré respectivement 55 et 77 données quart-horaires inférieures aux limites de détection pour les instruments *AirAq2* et *AirAq3*.

Ces données quart-horaires inférieures aux limites de détection n'ont pas été comptabilisées dans la base de données, ce qui fait au total 27 données horaires supprimées pour *AirAq2* et 37 pour *AirAq3*. Ces données sont présentées en Annexe 1.

Tableau 2 : exemple de canaux à zéro

S/N : 3301202402																		
S/N : 3031120202																		
Firmware: 20160308 5.8																		
Start : 2016-06-02 08:00:00																		
End : 2016-06-07 08:00:00																		
id	start	end	ch1	ch2	ch3	ch4	ch5	ch6	status	dlimit	sheathflow	sheathtemper	sheathpressur	chargerflow	totalflow	chargervoltage	chargercurrer	eachtemperature
129445	04/06/2016 02:00	04/06/2016 02:14	419.000	393.000	213.000	156.000	311.000	142.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1012.000	45.000
129446	04/06/2016 02:15	04/06/2016 02:29	486.000	332.000	208.000	181.000	312.000	157.000	4	2	19.000	22.000	92.000	183.000	613.000	2523.000	1011.000	45.000
129447	04/06/2016 02:30	04/06/2016 02:44	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1013.000	45.000
129448	04/06/2016 02:45	04/06/2016 02:59	253.000	271.000	179.000	149.000	250.000	146.000	4	2	20.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2522.000	1011.000	45.000
129449	04/06/2016 03:00	04/06/2016 03:14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	20.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2522.000	1013.000	45.000
129450	04/06/2016 03:15	04/06/2016 03:29	211.000	233.000	169.000	142.000	240.000	182.000	4	2	20.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2522.000	1012.000	45.000
129451	04/06/2016 03:30	04/06/2016 03:44	414.000	235.000	133.000	108.000	237.000	178.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2522.000	1011.000	45.000
129452	04/06/2016 03:45	04/06/2016 03:59	56.000	181.000	183.000	186.000	323.000	214.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	613.000	2520.000	1013.000	45.000
129453	04/06/2016 04:00	04/06/2016 04:14	239.000	307.000	198.000	152.000	268.000	208.000	4	2	20.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2521.000	1010.000	45.000
129454	04/06/2016 04:15	04/06/2016 04:29	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1012.000	45.000
129455	04/06/2016 04:30	04/06/2016 04:44	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	20.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1011.000	45.000
129456	04/06/2016 04:45	04/06/2016 04:59	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	20.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129457	04/06/2016 05:00	04/06/2016 05:14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1012.000	45.000
129458	04/06/2016 05:15	04/06/2016 05:29	356.000	254.000	138.000	46.000	254.000	180.000	4	2	19.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129459	04/06/2016 05:30	04/06/2016 05:44	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1011.000	45.000
129460	04/06/2016 05:45	04/06/2016 05:59	187.000	184.000	129.000	121.000	258.000	179.000	4	2	19.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129461	04/06/2016 06:00	04/06/2016 06:14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1011.000	45.000
129462	04/06/2016 06:15	04/06/2016 06:29	505.000	478.000	414.000	412.000	556.000	300.000	4	2	20.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129463	04/06/2016 06:30	04/06/2016 06:44	49.000	108.000	123.000	185.000	455.000	175.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129464	04/06/2016 06:45	04/06/2016 06:59	241.000	293.000	242.000	223.000	319.000	220.000	4	2	19.000	22.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129465	04/06/2016 07:00	04/06/2016 07:14	337.000	359.000	226.000	237.000	342.000	183.000	4	2	20.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1009.000	45.000
129466	04/06/2016 07:15	04/06/2016 07:29	230.000	313.000	202.000	175.000	333.000	208.000	4	2	20.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129467	04/06/2016 07:30	04/06/2016 07:44	346.000	388.000	266.000	208.000	335.000	205.000	4	2	19.000	22.000	92.000	183.000	611.000	2522.000	1008.000	45.000
129468	04/06/2016 07:45	04/06/2016 07:59	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	19.000	23.000	92.000	183.000	612.000	2523.000	1010.000	45.000
129469	04/06/2016 08:00	04/06/2016 08:14	714.000	619.000	521.000	465.000	381.000	149.000	4	2	19.000	22.000	93.000	183.000	612.000	2523.000	1008.000	45.000
129470	04/06/2016 08:15	04/06/2016 08:29	391.000	209.000	89.000	53.000	172.000	165.000	4	2	20.000	23.000	93.000	183.000	612.000	2523.000	1008.000	45.000
129471	04/06/2016 08:30	04/06/2016 08:44	642.000	716.000	502.000	389.000	256.000	182.000	4	2	20.000	22.000	93.000	183.000	611.000	2523.000	1008.000	45.000
129472	04/06/2016 08:45	04/06/2016 08:59	514.000	552.000	521.000	475.000	326.000	156.000	4	2	20.000	22.000	93.000	183.000	611.000	2523.000	1006.000	45.000
129473	04/06/2016 09:00	04/06/2016 09:14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	4	2	20.000	23.000	93.000	183.000	611.000	2523.000	1008.000	45.000
129474	04/06/2016 09:15	04/06/2016 09:29	334.000	332.000	181.000	186.000	411.000	182.000	4	2	19.000	22.000	93.000	183.000	611.000	2523.000	1006.000	45.000

4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET LE SMPS DE RÉFÉRENCE PAR RÉGRESSION ORTHOGONALE

L'exploitation des données a été réalisée selon la méthode de calcul par régression orthogonale, utilisée avec succès sur les bases de données 2014 et 2015. Cette méthode est par ailleurs préconisée, dans le cadre réglementaire, pour l'évaluation des performances des analyseurs automatiques de la concentration massique de PM.

En appliquant le même protocole qu'en 2014 et 2015, il a été ainsi possible de comparer les résultats obtenus au cours des trois dernières années.

4.1 Mode de calcul

Cette évaluation est menée sur les données de concentration horaire, selon le même protocole que celui utilisé pour les intercomparaisons de 2014 et 2015. 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 utilisé en amont du calcul d'incertitude sur les mesures réglementaires, et 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 d'interpréter les résultats, nous proposons un code couleur permettant de classer les différentes valeurs de « a », « b » et du coefficient de corrélation (Tableau 3) selon des critères arbitrairement définis en 2014 pour l'exploitation des travaux du LCSQA (Le Bihan et al., 2014).

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 dans les tableaux ci-dessous. Les Tableaux 4 à 6 synthétisent les résultats moyens obtenus pour chaque canal par année (cf. chapitre 4.2.1), tandis que les tableaux 7 à 9 présentent les mêmes résultats, classés par appareil (cf. chapitre 4.2.2).

4.2.1 Résultats présentés par année

Tableau 4 : coefficient directeur a

	2014		2015		2016	
	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3
20-30 nm	1,23	1,15	0,90	0,89	1,08	1,01
30-50 nm	0,84	0,78	0,73	0,72	1,26	1,25
50-70 nm	0,99	0,91	0,94	0,94	1,56	1,38
70-100 nm	1,04	0,95	0,91	0,92	1,45	1,28
100-200 nm	1,26	1,24	1,02	1,03	1,46	1,28
200-800 nm	2,48	3,66	1,25	1,28	1,28	1,26
Total (6 canaux)	1,06	1,03	0,91	0,91	1,25	1,17

Tableau 5 : constante b

	2014		2015		2016	
	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3
20-30 nm	-27,06	36,59	175,65	222,42	109,84	17,88
30-50 nm	78,58	72,17	88,72	107,58	-77,01	-193,81
50-70 nm	7,42	10,17	-5,26	-2,81	-92,14	-84,91
70-100 nm	-13,01	-7,15	-16,26	-15,91	-1,96	0,07
100-200 nm	-39,90	-27,74	-50,07	-43,56	-8,76	5,65
200-800 nm	-159,24	-114,01	-25,25	-33,46	-13,19	-16,30
Total (6 canaux)	156,06	401,54	-33,68	-21,50	104,03	-152,44

Tableau 6 : coefficient de corrélation

	2014		2015		2016	
	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3	AirAq2	AirAq3
20-30 nm	0,96	0,95	0,93	0,87	0,90	0,75
30-50 nm	0,96	0,96	0,97	0,94	0,87	0,78
50-70 nm	0,94	0,93	0,93	0,91	0,91	0,89
70-100 nm	0,95	0,96	0,91	0,92	0,91	0,90
100-200 nm	0,95	0,95	0,94	0,94	0,93	0,92
200-800 nm	0,62	0,70	0,76	0,85	0,91	0,93
Total (6 canaux)	0,98	0,96	0,98	0,94	0,94	0,85

Coefficient directeur a :

On observe une forte baisse globale des valeurs du coefficient directeur « a » en 2016, notamment pour les canaux du milieu de gamme, alors que pour les années précédentes, les meilleurs résultats se situaient justement sur ces canaux. En effet, pour les trois canaux intermédiaires (50-70 nm, 70-100 nm, 100-200 nm), en 2015, les six valeurs du coefficient directeur se situaient en classe de qualité verte, alors qu'en 2016 il y en a quatre en rouge et deux en orange.

Concernant les deux premiers canaux (20-30 nm et 30-50 nm), on observe une certaine stabilité sur les trois années, tandis que pour le canal 200-800 nm, on peut parler d'une légère amélioration car on passe de deux valeurs rouge en 2014 à deux valeurs orange en 2015 et 2016.

En ce qui concerne la concentration totale, on observe une baisse de performance en 2016, compensée partiellement par le caractère non systématique des dérives observées par chacun des canaux.

Constante b :

Pour la constante b, on observe une certaine stabilité des résultats au cours des trois dernières années.

Contrairement au coefficient directeur « a », les canaux du milieu de gamme présentent de meilleurs résultats que ceux des extrémités.

Pour les deux premiers canaux, la moins bonne année était 2015, suivie de près par 2016, alors que pour le canal 200-800 nm, les résultats sont nettement meilleurs en 2015 et 2016.

En ce qui concerne la concentration totale, on observe globalement une stabilité qui est représentative de l'analyse canal par canal.

Coefficient de corrélation :

Le coefficient de corrélation R^2 est en baisse, une baisse ayant déjà été observée de 2014 à 2015. En 2014, sur l'ensemble des canaux, il y avait une très large majorité de vert, alors qu'en 2016 il n'y en a plus.

Il n'y a que pour le canal 200-800 nm où on observe une amélioration en 2016 par rapport aux années précédentes.

4.2.2 Résultats présentés par appareil

Tableau 7 : coefficient directeur a

AirAq_2	2014	2015	2016
20-30 nm	1,23	0,90	1,08
30-50 nm	0,84	0,73	1,26
50-70 nm	0,99	0,94	1,56
70-100 nm	1,04	0,91	1,45
100-200 nm	1,26	1,02	1,46
200-800 nm	2,48	1,25	1,28
Total (6 canaux)	1,06	0,91	1,25

AirAq_3	2014	2015	2016
20-30 nm	1,15	0,89	1,01
30-50 nm	0,78	0,72	1,25
50-70 nm	0,91	0,94	1,38
70-100 nm	0,95	0,92	1,28
100-200 nm	1,24	1,03	1,28
200-800 nm	3,66	1,28	1,26
Total (6 canaux)	1,03	0,91	1,17

Tableau 8 : constante b

AirAq_2	2014	2015	2016
20-30 nm	-27,06	175,65	109,84
30-50 nm	78,58	88,72	-77,01
50-70 nm	7,42	-5,26	-92,14
70-100 nm	-13,01	-16,26	-1,96
100-200 nm	-39,90	-50,07	-8,76
200-800 nm	-159,24	-25,25	-13,19
Total (6 canaux)	156,06	-33,68	104,03

AirAq_3	2014	2015	2016
20-30 nm	36,59	222,42	17,88
30-50 nm	72,17	107,58	-193,81
50-70 nm	10,17	-2,81	-84,91
70-100 nm	-7,15	-15,91	0,07
100-200 nm	-27,74	-43,56	5,65
200-800 nm	-114,01	-33,46	-16,30
Total (6 canaux)	401,54	-21,50	-152,44

Tableau 9 : coefficient de corrélation

AirAq_2	2014	2015	2016
20-30 nm	0,96	0,93	0,90
30-50 nm	0,96	0,97	0,87
50-70 nm	0,94	0,93	0,91
70-100 nm	0,95	0,91	0,91
100-200 nm	0,95	0,94	0,93
200-800 nm	0,62	0,76	0,91
Total (6 canaux)	0,98	0,98	0,94

AirAq_3	2014	2015	2016
20-30 nm	0,95	0,87	0,75
30-50 nm	0,96	0,94	0,78
50-70 nm	0,93	0,91	0,89
70-100 nm	0,96	0,92	0,90
100-200 nm	0,95	0,94	0,92
200-800 nm	0,70	0,85	0,93
Total (6 canaux)	0,96	0,94	0,85

L'examen des tableaux présentés ci-dessus montre clairement que les deux UFP 3031 d'AIRAQ évoluent de manière semblable vis-à-vis de la méthode de référence (SMPS), ceci au fil des ans. On retrouve bien dans chaque cas, la stabilité du paramètre « b », et la tendance à la baisse pour les deux autres paramètres.

4.3 Discussions

Influence potentielle des concentrations rencontrées

La technologie de comptage par électromètre a une limite de quantification pouvant poser des difficultés dans le cas de faibles concentrations. Ceci est illustré par les performances limitées du canal 200 – 800 nm : cette limitation est due pour l'essentiel au fait que les concentrations habituellement rencontrées dans cette gamme de taille sont proches de la limite de quantification de l'UFP 3031.

Nous avons par conséquent cherché à savoir si les tendances à la baisse observées pour les paramètres « a » et « R2 » avaient éventuellement un lien avec le niveau de concentration rencontré lors des différentes intercomparaisons.

Les tableaux 10, 11 et 12 ci-dessous présentent les niveaux de concentration minimum, maximum, ainsi que la moyenne observée au cours des intercomparaisons de 2014 à 2016.

Le Tableau 10 donne les niveaux de concentration vus par le SMPS de référence, tandis que les tableaux 11 et 12 donnent les niveaux par UFP 3031 et par canal.

Le tableau 10 montre, qu'en moyenne, les niveaux de concentration de l'intercomparaison de 2016 sont plus faibles et que les pics sont moins élevés. Ceci va dans le même sens que le paragraphe 3-4 où on observe beaucoup plus de canaux avec des valeurs inférieures aux limites de détection en 2016 par rapport aux autres années.

On observe également des valeurs moyennes plus élevées en 2015 par rapport à 2016 (Tableau 11 et 12). Cette tendance pourrait favoriser les résultats obtenus pour les régressions orthogonales en 2015, par rapport à 2016, ainsi, à un moindre niveau, pour 2014 par rapport à 2015.

Tableau 10: niveaux de concentration du SMPS de référence

	Moyenne (part/cm³)	Minimum (part/cm³)	Maximum (part/cm³)
2014	5 600	1 000	18 000
2015	6 500	1 200	23 000
2016	4 000	1 100	15 500

Tableau 11: évolution des valeurs d'AirAq2

moyenne	AirAq2_CH1	AirAq2_CH2	AirAq2_CH3	AirAq2_CH4	AirAq2_CH5	AirAq2_CH6	AirAq2_TOT
2014	1 331	1 266	826	747	1 096	436	5 703
2015	1 710	1 544	932	748	778	209	5 922
2016	1 434	1 153	745	666	794	194	4 985

minimum	AirAq2_CH1	AirAq2_CH2	AirAq2_CH3	AirAq2_CH4	AirAq2_CH5	AirAq2_CH6	AirAq2_TOT
2014	144	191	129	79	211	21	1 314
2015	214	217	114	46	165	46	1 146
2016	82	209	169	161	126	28	1 389

maximum	AirAq2_CH1	AirAq2_CH2	AirAq2_CH3	AirAq2_CH4	AirAq2_CH5	AirAq2_CH6	AirAq2_TOT
2014	7 933	5 263	3 053	2 497	2 778	1 267	16 634
2015	10 822	6 393	2 644	2 298	2 867	594	20 589
2016	10 667	5 994	2 758	2 447	2 543	464	19 071

Tableau 12: évolution des valeurs d'AirAq3

moyenne	AirAq3_CH1	AirAq3_CH2	AirAq3_CH3	AirAq3_CH4	AirAq3_CH5	AirAq3_CH6	AirAq3_TOT
2014	1 305	1 176	766	690	1 094	764	5 795
2015	1 735	1 542	936	754	791	207	5 966
2016	1 252	1 020	660	589	709	187	4 417

minimum	AirAq3_CH1	AirAq3_CH2	AirAq3_CH3	AirAq3_CH4	AirAq3_CH5	AirAq3_CH6	AirAq3_TOT
2014	158	212	127	96	153	101	1 607
2015	183	188	112	52	173	34	954
2016	89	178	165	128	132	30	1 299

maximum	AirAq3_CH1	AirAq3_CH2	AirAq3_CH3	AirAq3_CH4	AirAq3_CH5	AirAq3_CH6	AirAq3_TOT
2014	7 495	5 120	2 815	2 324	2 745	2 109	16 488
2015	10 580	6 208	2 540	2 172	2 990	568	20 337
2016	9 816	8 148	2 582	2 181	2 134	614	21 911

Influence potentielle du vieillissement progressif du matériel

Les analyseurs UFP 3031 du parc français sont désormais utilisés depuis plusieurs années. Il s'agit de la première génération de matériel, et par conséquent nous découvrons au fil du temps le comportement de cette technologie face à une utilisation en continu. Se pose par exemple la question de la fréquence de maintenance ou de renouvellement de certaines pièces, telle la membrane Nafion (sécheur). Dans ce cas précis, elles ont été changées 18 mois avant l'intercomparaison.

Cette problématique figure dans le programme de travail du GT PUF.

5. COMPARAISON ENTRE UFP 3031 PAR RÉGRESSION ORTHOGONALE

L'évaluation des performances « intra-technique », c'est-à-dire des UFP 3031 entre eux, a été également réalisée selon la méthode de calcul par régression orthogonale, utilisée dans le chapitre précédent.

5.1 Mode de calcul

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

5.2 Résultats

Nous avons suivi la paire des UFP 3031 d'AIRAQ (AirAq2 et AirAq3) depuis 2014. Les résultats obtenus par cette approche sont présentés du Tableau 13 au Tableau 16, mettant directement en parallèle les résultats des trois dernières années, sur la paire des UFP 3031 d'AIRAQ.

Tableau 13: coefficient directeur a

	2014	2015	2016
	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3
20-30 nm	0,93	0,99	0,93
30-50 nm	0,93	0,99	0,98
50-70 nm	0,92	1	0,89
70-100 nm	0,92	1,01	0,88
100-200 nm	0,99	1,01	0,88
200-800 nm	1,59	1,04	0,99
Total (6 canaux)	0,97	1,01	0,93

Tableau 14: constante b

	2014	2015	2016
	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3
20-30 nm	63,03	42,17	-84,41
30-50 nm	-2,63	12,09	-106,25
50-70 nm	1,57	2,09	-3,05
70-100 nm	3,73	1,01	0,94
100-200 nm	11,2	6,98	13,20
200-800 nm	69,24	-9,84	-3,78
Total (6 canaux)	251,38	0,83	-217,01

Tableau 15 : coefficient de corrélation

	2014	2015	2016
	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3	AirAq_2 et _3
20-30 nm	0,97	0,94	0,91
30-50 nm	0,99	0,97	0,94
50-70 nm	0,99	0,98	0,97
70-100 nm	0,99	0,98	0,95
100-200 nm	0,99	0,98	0,96
200-800 nm	0,74	0,93	0,92
Total (6 canaux)	0,98	0,96	0,96

Tableau 16: comparaison 2014 / 2016 – pour la paire 3031_2 et _3

	2014	2015	2016
a	86%	100%	100%
	0%	0%	0%
	14%	0%	0%
b	57%	100%	71%
	43%	0%	14%
	0%	0%	14%
R ²	86%	71%	57%
	0%	29%	43%
	14%	0%	0%

Coefficient directeur a :

Le coefficient directeur se maintient en classe de qualité « vert » sur l'ensemble des trois années, à l'exception d'une valeur concernant le dernier canal, en 2014. On observe toutefois une légère dégradation des valeurs en 2016, la meilleure année étant 2015.

Constante b :

Concernant la constante b, la meilleure année était également 2015, et de façon plus marquée que pour le coefficient directeur. En effet, en 2015, l'ensemble des canaux étaient verts, ce qui correspond à sept valeurs, contre quatre en 2014 et cinq en 2016. Les années 2014 et 2016 sont globalement comparables.

Coefficient de corrélation :

Le coefficient de corrélation R² est globalement stabilisé depuis 2014, avec une légère baisse des valeurs en 2016, comme pour le coefficient directeur a.

5.3 Discussion

Les résultats de la comparaison « intra-technique » pour les deux UFP 3031, montrent une relative stabilité des performances, 2015 restant la meilleure année, et 2016 présentant une légère baisse.

Ce travail a également mis en évidence la nécessité à l'avenir de chercher à évaluer l'impact des niveaux de concentrations rencontrés sur les résultats d'une intercomparaison.

6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Une évaluation des performances d'appareils UFP 3031 a été organisée en 2016, rassemblant les deux instruments d'AIRAQ et le SMPS de référence LCSQA/INERIS.

Cet exercice avait pour objectif de soutenir la stratégie d'AIRAQ en matière de contrôle des appareils et méthodes, et de validation des données, ceci dans le cadre de ses études sur les PUF. Cet exercice s'inscrit dans la continuité des exercices LCSQA menés en 2014 (Le Bihan et al., 2014) et 2015 (Le Bihan et Dalle, 2015).

Tout d'abord, l'exercice a permis d'aborder un ensemble de points techniques, identifiés ou émergents. Il a également mené à la formation deux techniciens et la tenue d'échanges sur les pratiques.

La comparaison avec la méthode de référence a montré une baisse de performance entre 2015 et 2016. La baisse est plus modérée si l'on prend l'année 2014 en référence. La comparaison entre UFP 3031 (« intra-technique ») montre une relative stabilité des performances.

L'origine de ces évolutions reste à déterminer. Ces appareils de première génération étant utilisés en permanence, le vieillissement de certaines pièces est susceptible d'avoir d'ores et déjà une influence. Toutefois, les niveaux de concentration rencontrés lors des intercomparaisons ont été comparés dans le présent rapport ; leur influence potentielle est possible et nécessite d'être surveillée désormais.

7. RÉFÉRENCES

Dalle 2015 - « Recommandations techniques pour l'utilisation du granulomètre UFP 3031 », rapport LCSQA, DRC-15- 152367-12401A

Le Bihan et Dalle 2015 – « Inter-comparaison 2015 sur les granulomètres UFP 3031 », rapport LCSQA, DRC-15- 152367-11727A

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

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	Données invalidées des UFP 3031
Annexe 2	Suivi temporel de la concentration des UFP 3031 et du SMPS, canal par canal Résultats obtenus lors de la vérification des appareils
Annexe 3	Suivi des appareils
Annexe 4	Note de TOPAS

ANNEXE 1

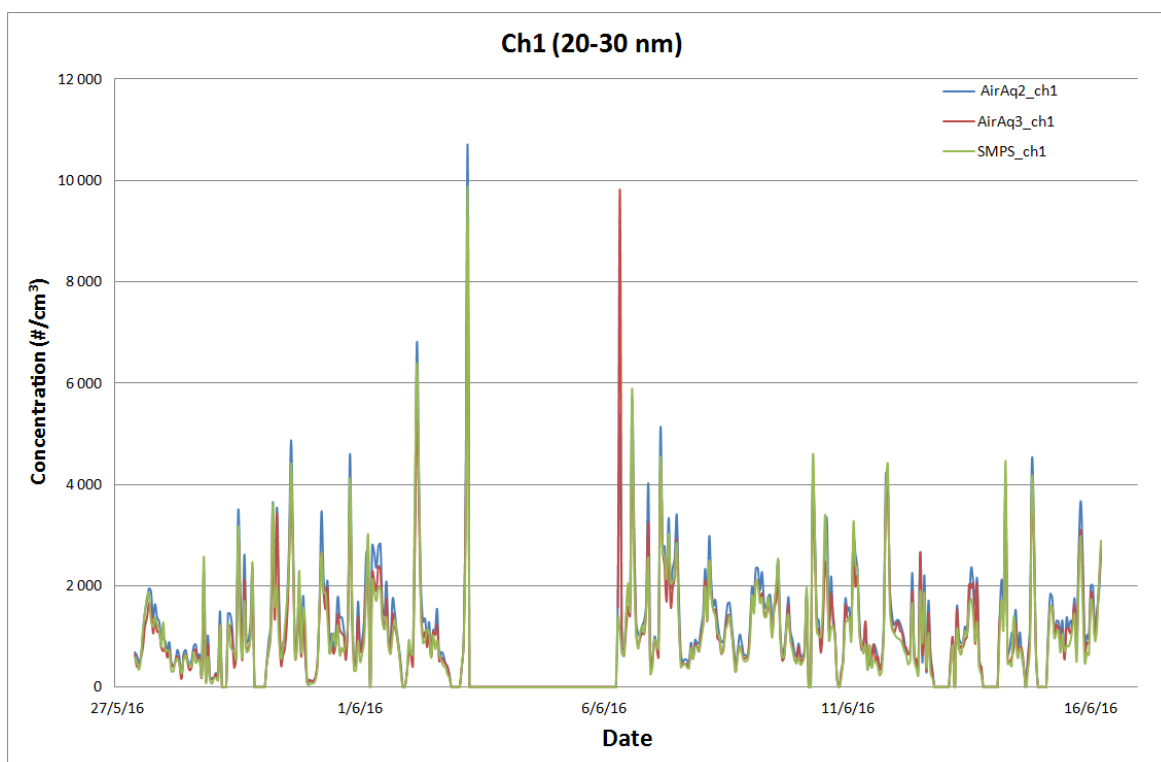
Données invalidées des UFP 3031

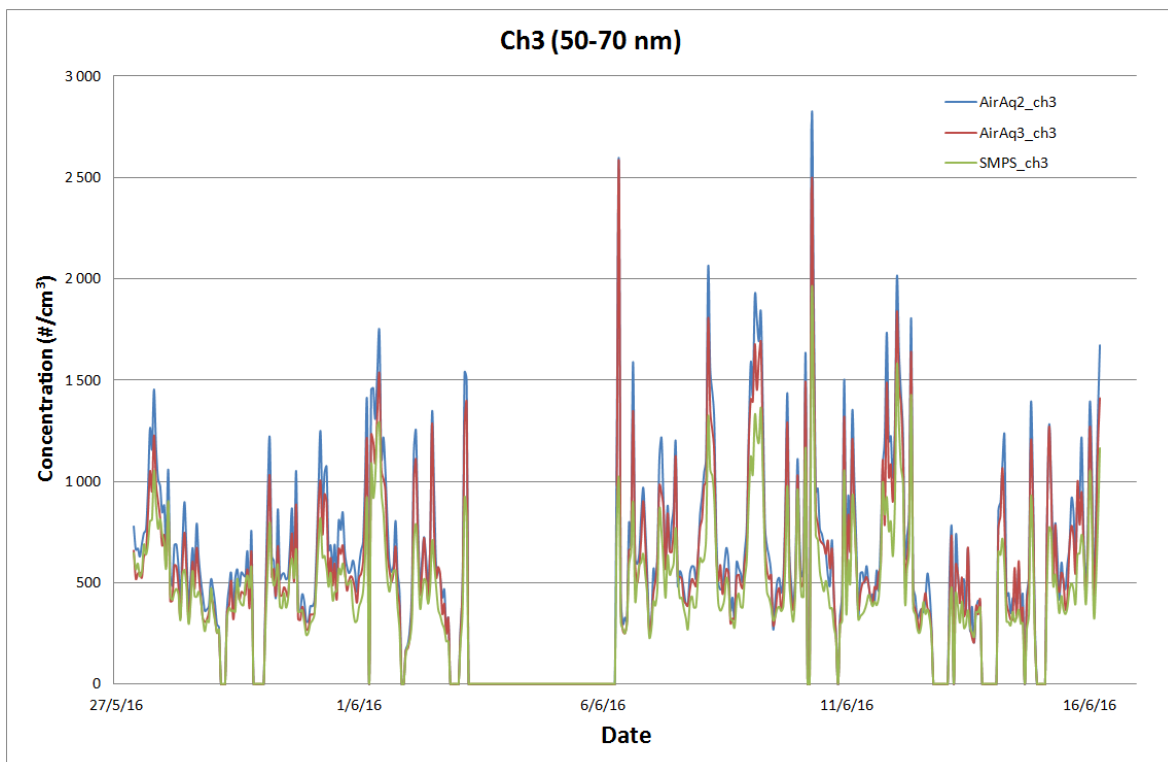
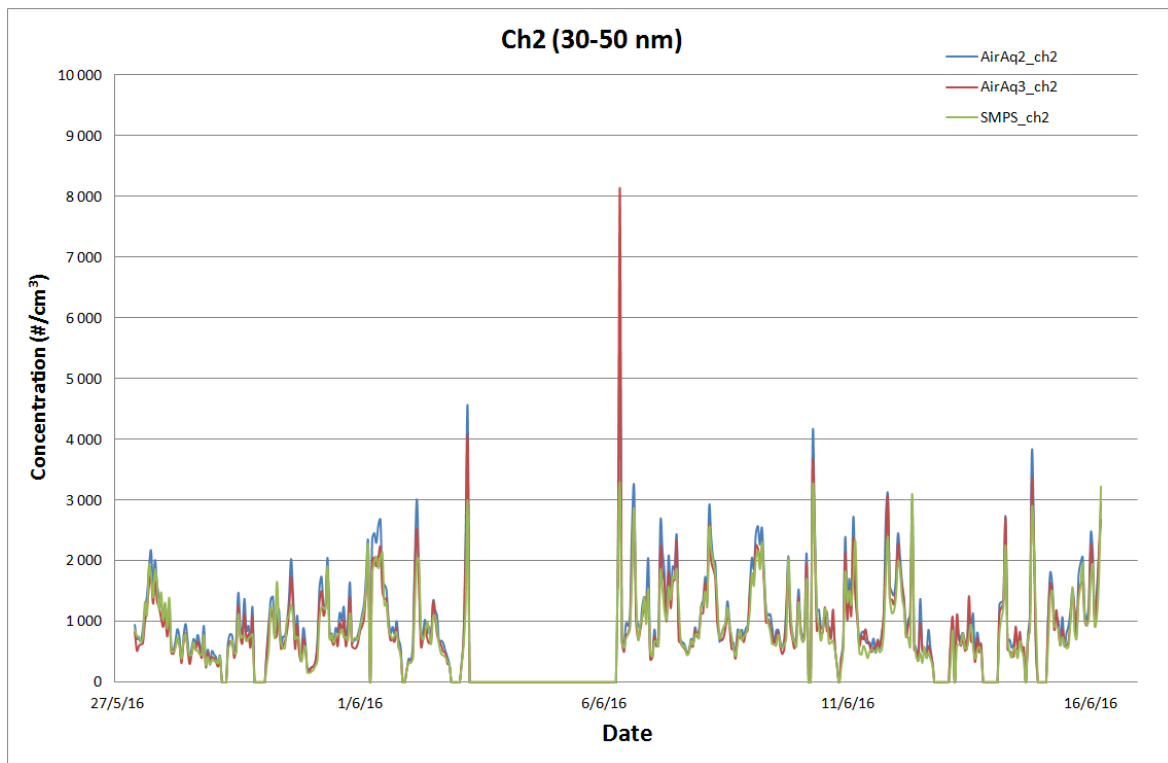
Données supprimées			
AirAq2 horaire	AirAq2 quart_horaire	AirAq3 quart_horaire	AirAq3 horaire
		29/05/2016 05:30	29/05/2016 05:00
		29/05/2016 06:15	29/05/2016 06:00
		29/05/2016 06:15	
		29/05/2016 07:30	29/05/2016 07:00
		29/05/2016 21:45	29/05/2016 21:00
29/05/2016 22:00	29/05/2016 22:00		
		29/05/2016 22:15	29/05/2016 22:00
29/05/2016 22:00	29/05/2016 22:30	29/05/2016 22:30	
	29/05/2016 22:45	29/05/2016 22:45	
29/05/2016 23:00	29/05/2016 23:15	29/05/2016 23:15	29/05/2016 23:00
	29/05/2016 23:45	29/05/2016 23:45	
30/05/2016 00:00	30/05/2016 00:00	30/05/2016 00:00	30/05/2016 00:00
	30/05/2016 00:15	30/05/2016 00:15	
	30/05/2016 00:30	30/05/2016 00:30	
		30/05/2016 00:45	
30/05/2016 01:00	30/05/2016 01:00	30/05/2016 01:00	30/05/2016 01:00
		30/05/2016 01:30	
	30/05/2016 01:45	30/05/2016 01:45	
		30/05/2016 02:00	30/05/2016 02:00
30/05/2016 02:00	30/05/2016 02:15	30/05/2016 02:15	
		30/05/2016 02:30	
		01/06/2016 22:45	01/06/2016 22:00
		01/06/2016 23:30	01/06/2016 23:00
		02/06/2016 22:45	02/06/2016 22:00
		02/06/2016 23:15	02/06/2016 23:00
02/06/2016 23:00	02/06/2016 23:45	02/06/2016 23:45	
03/06/2016 00:00	03/06/2016 00:30	03/06/2016 00:30	03/06/2016 00:00
03/06/2016 01:00	03/06/2016 01:15	03/06/2016 01:15	03/06/2016 01:00
		03/06/2016 02:30	03/06/2016 02:00
		10/06/2016 21:30	10/06/2016 21:00
		12/06/2016 20:00	12/06/2016 20:00
12/06/2016 20:00	12/06/2016 20:30	12/06/2016 20:30	
	12/06/2016 20:45	12/06/2016 20:45	
12/06/2016 21:00	12/06/2016 21:00	12/06/2016 21:00	12/06/2016 21:00
	12/06/2016 21:30		
	12/06/2016 21:45	12/06/2016 21:45	
12/06/2016 22:00	12/06/2016 22:00	12/06/2016 22:00	12/06/2016 22:00
	12/06/2016 22:15	12/06/2016 22:15	
	12/06/2016 22:30	12/06/2016 22:30	
	12/06/2016 22:45	12/06/2016 22:45	
12/06/2016 23:00	12/06/2016 23:00	12/06/2016 23:00	12/06/2016 23:00
	12/06/2016 23:15	12/06/2016 23:15	
	12/06/2016 23:30	12/06/2016 23:30	
	12/06/2016 23:45	12/06/2016 23:45	
13/06/2016 00:00	13/06/2016 00:00	13/06/2016 00:00	13/06/2016 00:00
	13/06/2016 00:15	13/06/2016 00:15	
	13/06/2016 00:30	13/06/2016 00:30	

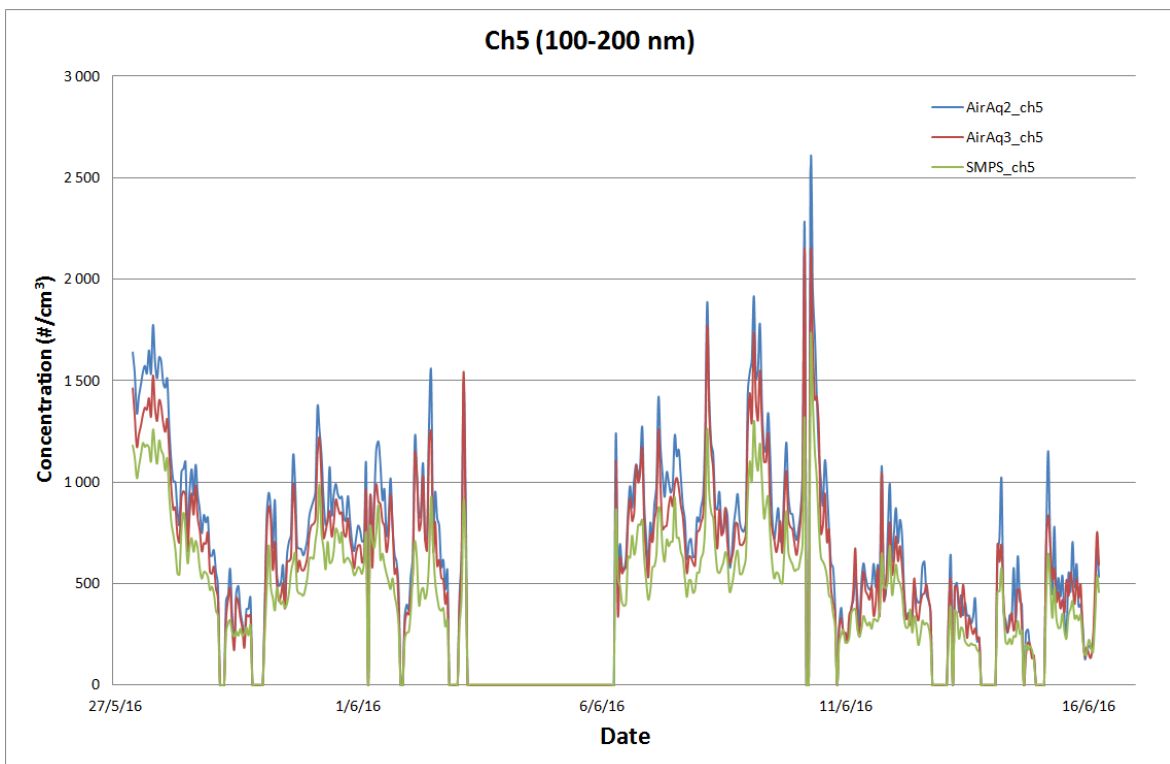
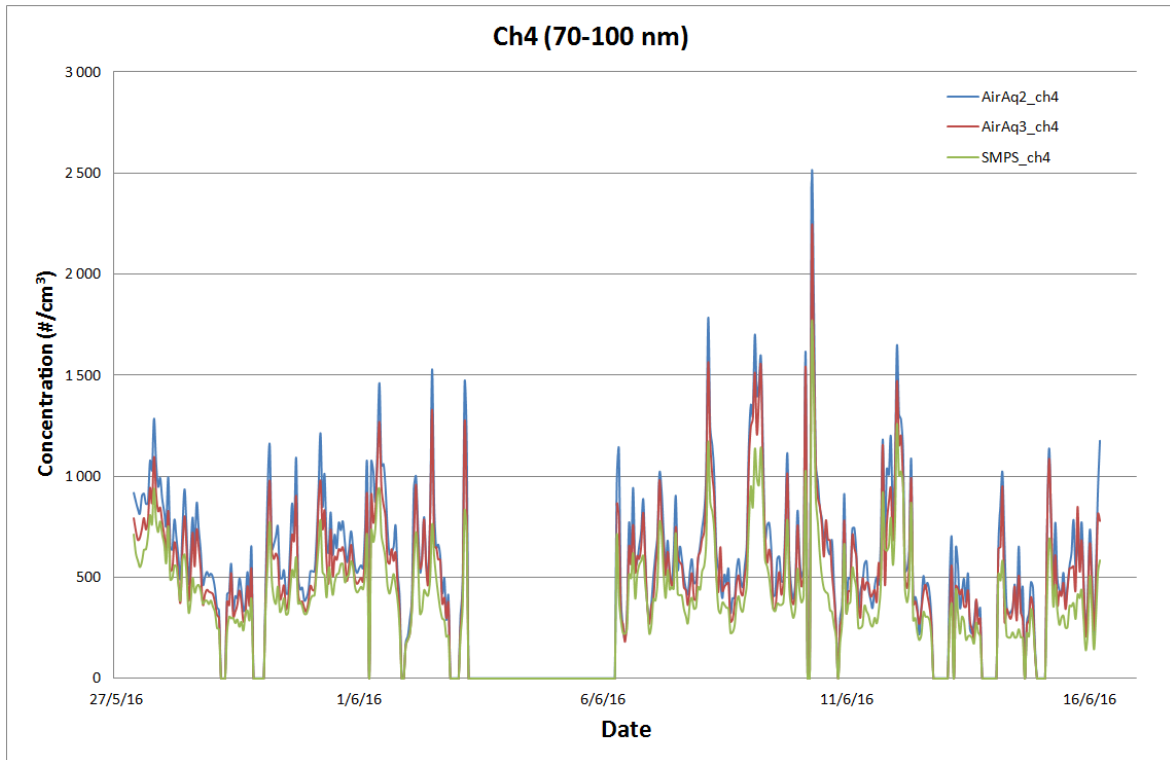
	13/06/2016 00:45	13/06/2016 00:45	
13/06/2016 01:00	13/06/2016 01:00	13/06/2016 01:00	13/06/2016 01:00
	13/06/2016 01:15	13/06/2016 01:15	
		13/06/2016 01:30	
	13/06/2016 01:45	13/06/2016 01:45	
13/06/2016 02:00	13/06/2016 02:00	13/06/2016 02:00	13/06/2016 02:00
	13/06/2016 02:15	13/06/2016 02:15	
	13/06/2016 02:30	13/06/2016 02:30	
	13/06/2016 02:45	13/06/2016 02:45	
13/06/2016 03:00	13/06/2016 03:00	13/06/2016 03:00	13/06/2016 03:00
		13/06/2016 03:45	
13/06/2016 20:00		13/06/2016 20:45	13/06/2016 20:00
13/06/2016 21:00	13/06/2016 21:30	13/06/2016 21:30	13/06/2016 21:00
	13/06/2016 21:45		
13/06/2016 22:00	13/06/2016 22:15	13/06/2016 22:15	13/06/2016 22:00
	13/06/2016 22:30	13/06/2016 22:30	
13/06/2016 23:00		13/06/2016 23:30	13/06/2016 23:00
	13/06/2016 23:45	13/06/2016 23:45	
14/06/2016 00:00	14/06/2016 00:00	14/06/2016 00:00	14/06/2016 00:00
	14/06/2016 00:15	14/06/2016 00:15	
		14/06/2016 00:30	
14/06/2016 01:00	14/06/2016 01:00	14/06/2016 01:00	14/06/2016 01:00
		14/06/2016 01:15	
	14/06/2016 01:30	14/06/2016 01:30	
		14/06/2016 03:00	14/06/2016 03:00
		14/06/2016 17:00	14/06/2016 17:00
14/06/2016 23:00	14/06/2016 23:45	14/06/2016 23:45	14/06/2016 23:00
15/06/2016 00:00	15/06/2016 00:00	15/06/2016 00:00	15/06/2016 00:00
	15/06/2016 00:15	15/06/2016 00:15	
	15/06/2016 00:30	15/06/2016 00:30	
	15/06/2016 00:45	15/06/2016 00:45	
15/06/2016 01:00	15/06/2016 01:45		
		15/06/2016 02:00	15/06/2016 02:00
15/06/2016 03:00	15/06/2016 03:15	15/06/2016 03:15	15/06/2016 03:00

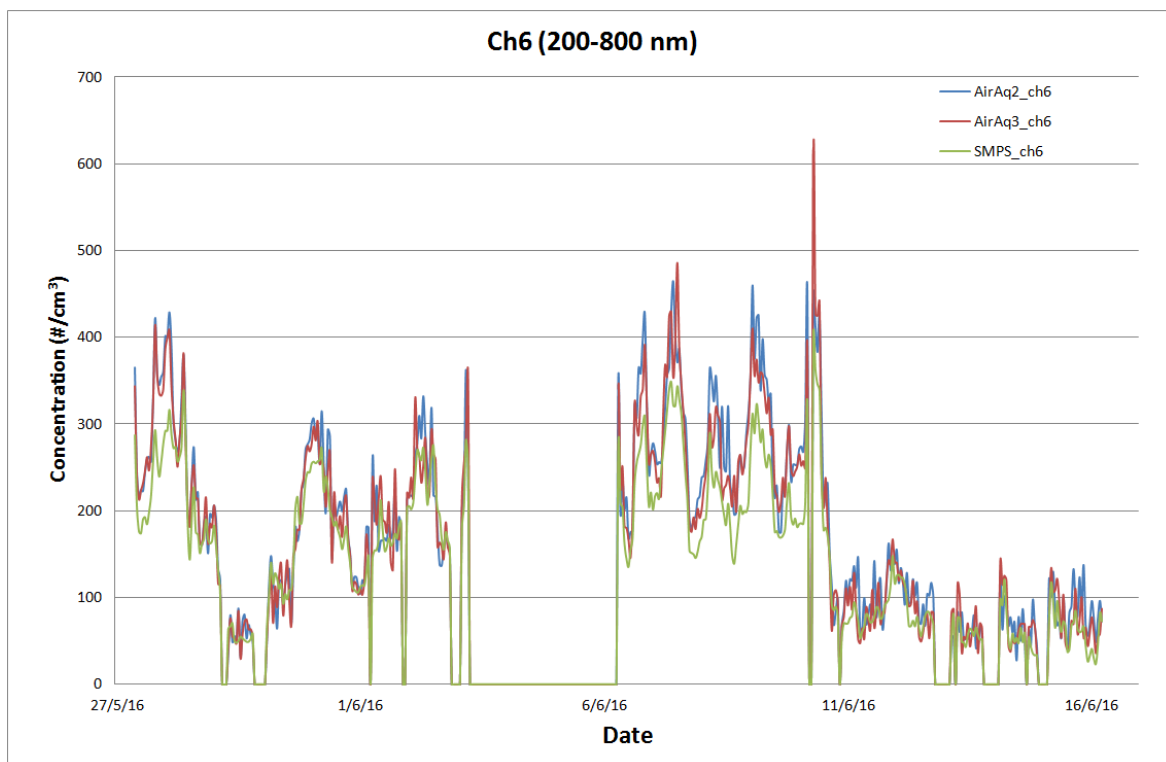
ANNEXE 2

Suivi temporel de la concentration des UFP 3031 et du SMPS, canal par canal









ANNEXE 3

SUIVI DES APPAREILS

	Début de l'intercomparaison		Fin de l'intercomparaison	
	AirAq2 3301202401	AirAq3 3301202402	AirAq2 3301202401	AirAq3 3301202402
dates	26/05/16	26/05/16	16/06/16	16/06/16
débit 3031 (1)	Ajusté à 5	Ajusté à 5	4.93	4.97
débit boucle (2)	11.53	11	11.23	11.26
débit tête (3)	16.7	16.7	16.2	16.5
Manomètre de la ligne de prélèvement (4)	-0.85	-0.7	-0.85	-0.7
Zéro (5)	OK	OK	OK	OK
Firmware version	20160308 5.8	20160308 5.8		
Optimal version	20080525 1.7	20080525 1.7		

SMPS	Début de l'intercomparaion (26/05/16)	Début de l'intercomparaion (16/06/16)	Critères INERIS
SMPS (après impacteur)	0.295	0.294	+/- 10%
débit affiché	0.30	0.3	+/- 10%
débit CNC	0.30	0.298	+/- 10%
Zéro SMPS	OK	OK	Obtention du zéro

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 donné une valeur à respecter de +/- 0,25 Lpm.

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.

ANNEXE 4

Note de TOPAS



Status Report about Software changes of Model 3031

DK, 05/2016

New Software Versions

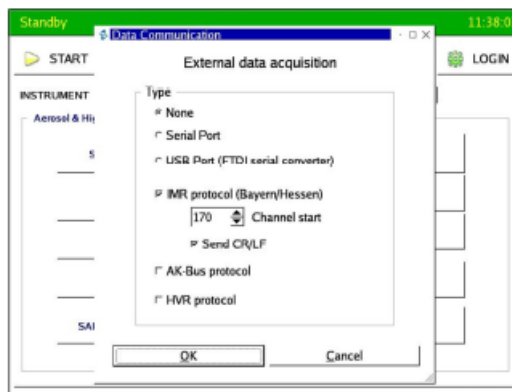
Betimes small changes in measurement analyses or bug fixes require a new firmware version for Model 3031. Since 2015 there were some bigger changes that need to be explained. This report should help to explain all new features and changes in firmware version 6.0.

The firmware version of a Model 3031 is shown in the *Instrument* tab at the display. From May 2016 all serviced device will be upgraded with firmware 6.0.

1. New Settings for Bayern Hessen Protocol

TSI Model 3031 can be connected to a monitoring station computer by serial RS-232 using the "Bayern-Hessen Protocol". The device will send important status parameters to the station computer automatically. See manual for information about sent parameters.

There is a new *Data Acquisition* tab in the *Settings* tab that allows the customer to change all important settings like *Channel Start* or *Line Feed*.



2. Maintenance mode

If customers use the Bayern Hessen Protocol and want to maintenance the device without deactivating the protocol or do some test measurements they can use the new *Maintenance mode*. It could be activated in the *Settings* tab. When activated, the status bar at the top of the display will become yellow.

3. New *Instrument State* parameters

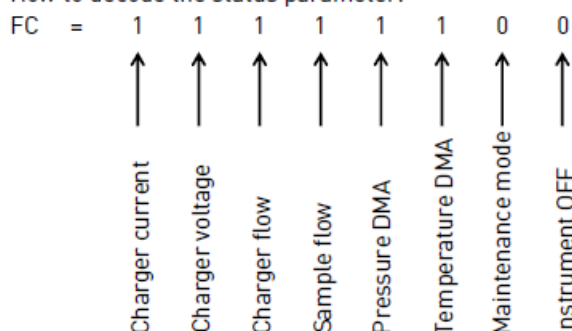
There is a new section in the *Instrument* tab called *Instrument State*. It shows the customer the *Operational state* and *Error state* of the device.

The *Operational state* is a hexadecimal number between 0 to FF that expresses a binary number (e.g.: FC = 252 = 11111100). Every digit in this binary code represents a specific operation parameter of the Model 3031. The following table shows all available *Operational states*.

Operating states / bit number		Setpoint / Dimension	state "1"	state "0"
B 0	Internal instrument off	-	Internal instruments switched off	Normal operation
B 1	Maintenance mode	-	Maintenance in progress	Normal operation
B 2	Temperatur (DMA)	°C	Temperature in normal range (e.g.: between 15 - 30 °C)	Out of range
B 3	Pressure (DMA)	101325 Pa	max +/- 25 % from standard pressure	Out of range
B 4	Sample flow	5 l/min	Sample flow in normal range (e.g.: between 4,9 – 5,1 l/min)	Out of range
B 5	Charger flow	1 l/min	Charger flow in normal range (e.g.: between 0,9 – 1,1 l/min)	Out of range
B 6	Charger voltage	V	Charger voltage in normal range	Out of range
B 7	Charger current	1000 µA	Charger current between 950 – 1050 µA	Out of range

The specific setpoints and threshold values for every device will be set in service.

How to decode the status parameter:



If a parameter is out of range, the value of its bit position changes and corresponding hexadecimal code changes too. In addition the green bar at the top of the display will turn red. This allows the customer to easily check the *Operational state* with a fast look. If multiple parameters are out of range, the shown hexadecimal code is the sum of their single values.

Examples for *Operational state*:

Parameters	Binary code	Decimal	Hexadecimal
All Parameters in range	11111100	252	FC
Sample Flow not in range	11101100	236	EC
Sample Flow and Temperature not in range	11101000	232	E8

Error states work in the same way but shows important states for the Bayern Hessen Protocol. The following table lists all *Error states*.

Error states / bit number		state "1"	state "0"
B 0	Zero measurement	All channels and total concentration below Detection limit	Normal operation
B 1	lower concentration limit	Max. value of electrometer readings < 2000 aA	Normal operation
B 2	Inversion problem	Data inversion failed	Normal operation
B 3	Automatic measurement disabled	Automatic measurement turned off	Automatic measurement on
B 4	Error sheath flow DMA	19,5 l/min > value > 20,5 l/min	Normal operation
B 5	Error EAD Temperature	44 °C > value > 46 °C	Normal operation

4. Wrong measurement correction in former firmware versions

If a TSI Model 3031 is used together with an Environmental Sampling System TSI Model 3031200, particle losses inside of the Sampling system lower the measured particle concentrations.

Model 301 allows correcting these losses by software, but a software failure led to a wrong correction in the past. Fortunately this failure didn't cause big deviations to the true values. Diagram 1 shows the counting efficiency caused by wrong correction in the past.

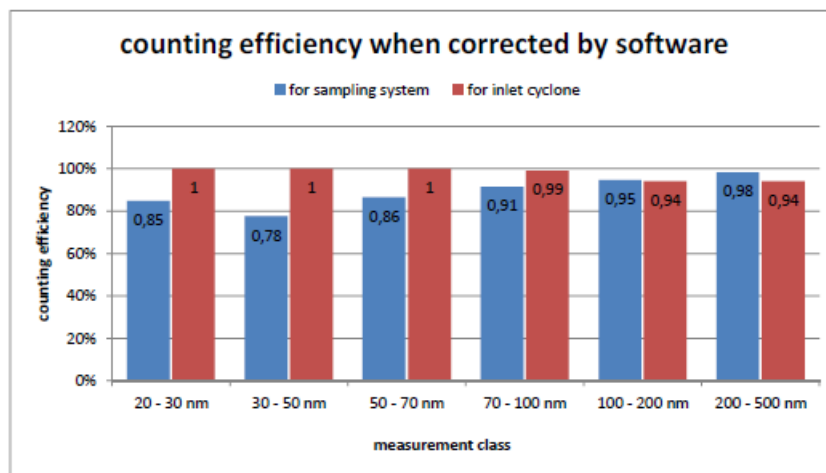


Diagram 1: Counting efficiency's for firmware version 5.9 and older when using a software correction for inlet cyclone or sampling system.

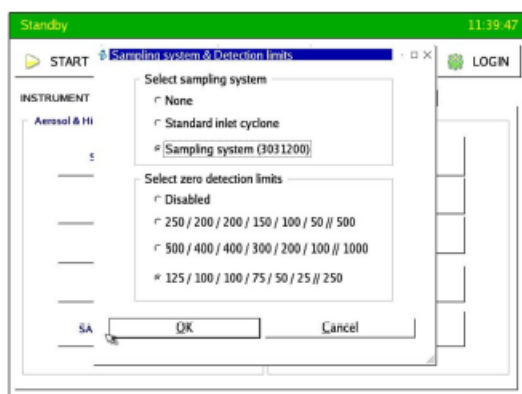
5. New measurement correction

The software failure was removed. The option to enable the new correction is now located in the *Settings* tab under *Sampling / Det. Limits*. There is still the possibility to correct either for the Sampling system or for the standard Inlet Cyclone.

6. Detection Limits

In the new *Sampling / Det. Limits* menu it is now possible to set detection limit for the measurements. Every time the measured particle concentration is below the Detection Limit the device will show zero detection (= 0 #/cm³). Different detection limits could be used to adapt the device to measurement sites with very low ambient particle concentrations.

There is a limit for every measured channel and one for total concentration. The limit "500/400/400/300/200/100//1000" will show zero concentration when either channel one (20 – 30 nm) is below 500 #/cm³ or channel two (30 – 50 nm) is below 400 #/cm³ or or the total concentration is below 1000 #/cm³.



7. Data access with USB

If customers used the data access by USB from instrument front panel in the past the measurement data contained a column names status; a number from 1 to 4.

Status	
1	measurement not complete
2	measurement completed, data inversion done
3	measurement completed, data inversion with losses for inlet cyclone done
4	measurement completed, data inversion with losses for sampling system done

If customers use the data access by USB with firmware 6.0 there will be new, additional columns that show the chosen detection limit for every measurement and the *Operational state* and *Error state* too.

Dlimit	
1	Detection limit disabled
2	250/200/200/150/100/50/500
3	500/400/400/300/200/100/1000
4	125/100/100/75/50/25/250

Operational state and *Error state* are coded as decimal numbers and have to be converted into binary numbers to decode the *Operational state* (bs) and *Error state* (fs).



Topas GmbH Phone +49 (351) 21 66 43 - 0
Technologie-orientierte Fax +49 (351) 21 66 43 55
Partikel-, Analysen- und Sensortechnik E-mail office@topas-gmbh.de
Oskar-Röder-Str. 12 · D-01237 Dresden Internet www.topas-gmbh.de





direction et secrétariat du LCSQA

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