

Note technique

Travaux financés par le ministère chargé de l'environnement

BILAN DES CONTROLES METROLOGIQUES DES ANALYSEURS DE MERCURE GAZEUX

F. Marlière, N. Bocquet (LCSQA/INERIS)

SYNTHESE

Depuis 2012, le LCSQA propose d'une part, de réaliser une série de contrôles métrologiques des analyseurs de mercure en laboratoire afin de vérifier leur bon fonctionnement et les qualifier au regard d'une série de tests définis, et de procéder à des essais d'intercomparaison en laboratoire et en situation de terrain afin de déterminer et vérifier le respect de l'exigence de la Directive Européenne en matière d'incertitude de mesures.

Des tests de linéarité (gamme 0-300 ng/m³), de dérive sur 7 jours (concentration stabilisée de 50 ng/m³) et de sensibilité à la variation de température (10°C-22°C-35°C) ont été réalisés en laboratoire entre 2013 et 2015 sur les analyseurs Tekran et Lumex. Ils ont permis de constater :

- que les analyseurs Tekran sont linéaires et peu soumis au phénomène de dérive (1%> sur 7 jours). Dans ces conditions, le LCSQA recommande d'effectuer des étalonnages automatiques à fréquence hebdomadaire. Il apparaît toutefois des écarts excessifs (>15%) entre les étalonnages internes des différents appareils. Le LCSQA propose de résoudre ce problème en procédant à l'étalonnage externe qui permettra de vérifier pour chaque appareil la valeur de la vitesse de diffusion de la source à perméation donnée par le constructeur. Enfin, la sensibilité à la température des appareils Tekran est faible et estimée à + 0.3 ng/°C pour les températures inférieures à la température ambiante, et - 0.3 ng/°C pour les températures supérieures;

- que les appareils Lumex sont linéaires et peu soumis à la dérive (environ 5% sur 7 jours). Sur la base des étalonnages internes de chaque appareil, on note des écarts de mesure entre appareils de l'ordre de 13 % qui reste dans la tolérance des constructeurs (15 %). Ces appareils présentent une forte sensibilité à la variation de température ambiante, particulièrement notable lorsque la température est instable. A température stabilisée, l'influence est estimée entre + 0,3 ng/°C et +0,6 ng/°C. A la lumière du comportement incohérent d'un des analyseurs testés, il apparaît important de souligner l'intérêt d'effectuer un contrôle métrologique dès lors qu'une opération de mise à jour du software a été effectuée.

A l'avenir, le LCSQA propose de poursuivre le contrôle des analyseurs des AASQA avec une périodicité de 2 ans, en passant en revue alternativement les analyseurs Lumex et Tekran et de procéder ponctuellement au regroupement de l'ensemble des appareils afin de réaliser une intercomparaison visant à vérifier le respect des incertitudes de la Directive européenne 2004/107/CE et de la norme NF EN 15852.

Techniquement, les tests de linéarité seront réalisés dans la gamme habituelle 0-300 ng/m³, et sur demande d'AASQA dans une gamme plus réduite. L'essai de répétabilité sera effectué consécutivement.

Les appareils Tekran feront l'objet de tests de linéarité avec étalonnage interne puis externe pour mettre en évidence et déterminer les décalages et les évolutions dans le temps des sources d'étalonnage internes.

L'influence de la variation de température, et en particulier les fortes perturbations lors des phases transitoires, sur les appareils Lumex sera vérifiée en procédant à des variations de températures plus progressives.

La sensibilité des appareils des deux constructeurs à la variation d'humidité reste à effectuer. Le mode opératoire est à établir afin de procéder à des variations progressives.

1. CONTEXTE

La directive européenne 2004/107/CE du 15 décembre 2004 préconise la mise en place dans les états membres d'une surveillance du mercure dans l'air ambiant.

En complément des exigences réglementaires européennes, la circulaire du ministère de l'environnement en date du 23 mars 2009 à destination des préfetures concernées demande la réalisation de campagnes de mesures au voisinage d'industries de production de chlore.

Par ailleurs, les travaux de normalisation CEN ont abouti en 2010 à la publication de normes décrivant les méthodes à employer pour la mesure du mercure gazeux total (NF EN 15 852) et des dépôts de mercure dans l'air ambiant (NF EN 15 853).

Les travaux 2011 du LCSQA se sont attachés à tester les différents analyseurs automatiques du mercure gazeux disponibles sur le marché et dont les principes de mesure sont reconnus dans la norme, et à en distinguer les points forts/points faibles.

Constatant la multiplication des campagnes de mesures, la mise en œuvre de divers analyseurs, et l'augmentation prévisible du nombre d'appareils en raison de l'équipement progressif des associations de surveillance de la qualité de l'air (AASQA), le LCSQA propose depuis 2012, la réalisation d'une série de contrôles métrologiques en laboratoire visant à vérifier le bon fonctionnement des appareils et à les qualifier au regard d'une série de tests limités (la linéarité, la répétabilité et la dérive sur 7 jours). Il est également proposé de procéder ponctuellement à des essais d'intercomparaison en laboratoire ou en situation de terrain afin de déterminer les incertitudes de mesures, et vérifier à partir de ces éléments le respect de l'exigence de la Directive Européenne. Pour ce faire, les appareils disponibles au niveau du dispositif national sont regroupés par constructeur avec une périodicité de 2 ans par le LCSQA.

2. INTRODUCTION

Les tests effectués en 2012 portant sur la linéarité des analyseurs Tekran avaient montré une forte dispersion des analyseurs entre eux conduisant à une incertitude de mesure expérimentale élevée quel que soit le niveau de concentration. L'étendue des pentes des droites d'étalonnage variait en effet de 0,56 à 1,47. Compte-tenu de cette dispersion, le critère d'incertitude de 50 % de la Directive européenne 2004/107/CE n'était respecté qu'au-delà de 100 ng/m³ environ, et ne correspondait pas au critère de la norme la norme NF EN 15852 qui mentionne 50% d'incertitude à 1 ng/m³. Par ailleurs, l'écart toléré de manière conventionnelle de 15%, entre analyseurs par les constructeurs d'appareils, qu'ils soient de principes de fonctionnement différents ou non, était lui aussi dépassé.

Il convenait donc de procéder à la confirmation de ces observations par la réalisation de tests complémentaires sur les analyseurs Tekran du LCSQA (2 à l'INERIS et 1 à Mines Douai).

Les tests effectués ont consisté à :

- vérifier l'influence du niveau de concentration du point d'étalonnage sur la dispersion des droites d'étalonnages et la stabilité des étalonnages dans le temps des analyseurs Tekran du LCSQA
- vérifier la dispersion des droites d'étalonnages des analyseurs Lumex des AASQA
- mettre en place l'étalonnage externe sur les analyseurs Tekran
- tester la dérive des analyseurs Tekran du LCSQA et Lumex des AASQA

Des tests de sensibilité à la variation de température ont également été effectués sur les appareils des 2 constructeurs.

Ces tests sont réalisables grâce à l'utilisation du générateur de vapeur de mercure, développé pour la gamme des concentrations de l'air ambiant par Tekran, à la demande spécifique de l'INERIS, et dont l'institut dispose depuis 1999.

Enfin les évolutions techniques de l'analyseur Tekran série X sont décrites brièvement.

3. ESSAIS SUR LA LINEARITE DES ANALYSEURS

La génération de concentrations stabilisées en mercure métallique a été réalisée à l'aide d'un générateur Tekran dont le principe est basé sur la perméation d'un tube de haute capacité et d'un jeu de débitmètres qui permet de moduler la quantité de mercure injectée dans la boucle de dilution. L'appareil est étalonné annuellement chez Tekran au Canada. Lors de chaque raccordement, la vitesse de perméation du tube contenant le mercure est vérifiée ainsi que les débitmètres massiques. A titre d'information, sa vitesse de diffusion était de 3.057 pg/sec en 1999, 2.810 pg/sec en 2012, 2.844 pg/sec en 2013, 2.887 pg/sec en 2014 soit une variation maximale de 8 %.

Ce générateur n'est jamais déplacé, et fonctionne en permanence toute l'année, ce qui n'est pas le cas des analyseurs qui subissent des déplacements, vibrations ... autant de motifs de dérive de la source à perméation interne.

La linéarité a été réalisée en 7 points échelonnés dans la gamme 0 - 300 ng/m³. Compte tenu de leur faible débit (1,5 l/min), les appareils Tekran ont été testés simultanément. Les analyseurs Lumex ayant un débit important (de l'ordre de 8 l/min), les 3 analyseurs n'ont pu être testés simultanément. Pour s'affranchir de la dérive éventuelle du générateur, chaque point de concentration a été généré et mesuré par chaque analyseur, avant de passer au point de concentration suivant.

3.1 Analyseurs Tekran

3.1.1 Influence du point d'étalonnage

Le principe de fonctionnement de l'analyseur Tekran a été présenté dans la note du LCSQA référencée DRC-12-126722-14191A. On rappellera simplement ici que cet appareil est équipé de 2 pièges (identifiés A et B) montés en parallèle qui sont alternativement en phase de collecte ou d'analyse, la mesure est donc ininterrompue. L'analyseur est étalonné en 2 points, un zéro et un point de concentration programmable. La valeur de cette concentration est définie par l'utilisateur en fonction de son objectif de mesure et diffère donc si l'on réalise des mesures de bruit de fond rural (quelques ng/m³) ou des mesures en proximité de site chlorier (jusqu'à plusieurs centaines de ng/m³). L'objectif des essais est de vérifier l'absence d'influence du niveau d'étalonnage sur la réponse de l'appareil. Pour cela, 3 points d'étalonnage réalisés par la source à perméation interne (18, 30 et 50 ng/m³) de chaque appareil ont été testés.

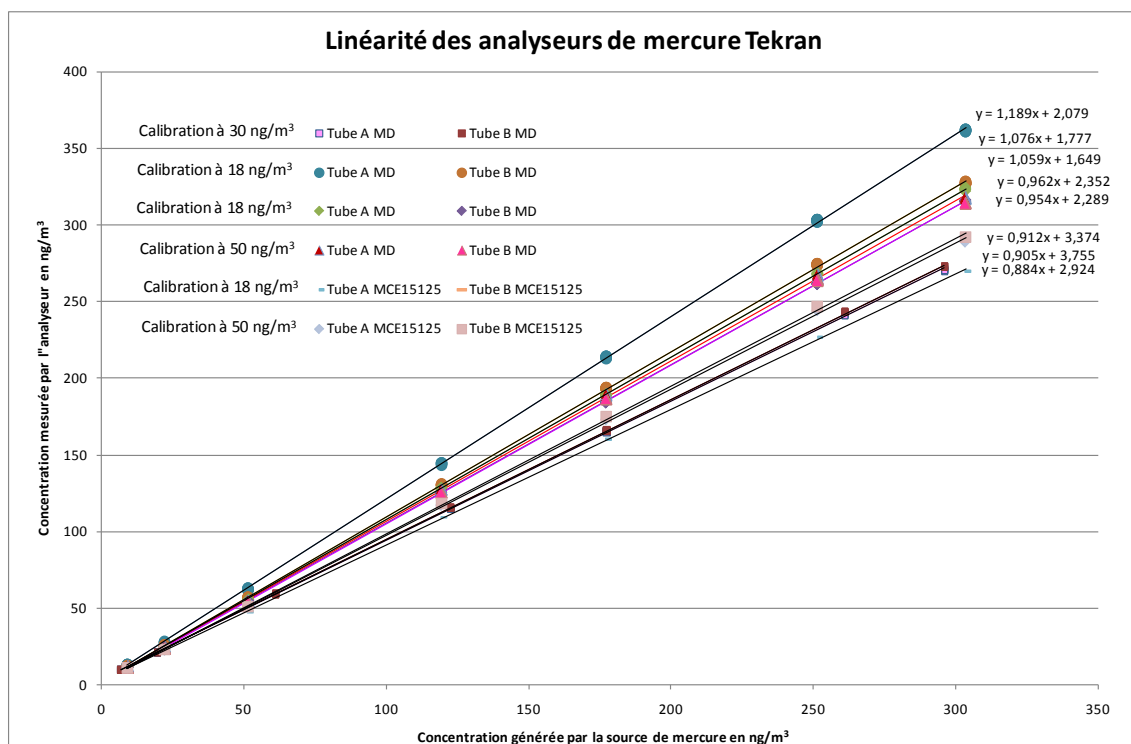


Figure 1 : dispersion des droites d'étalonnages des analyseurs Tekran du LCSQA

La figure 1 ci-dessus regroupe les différentes droites d'étalonnage obtenues en différenciant les réponses de chaque tube des analyseurs de l'INERIS (identifié MCE15125) et de Mines Douai (identifié MD). Il en ressort que le niveau d'étalonnage ne semble pas intervenir dans la dispersion des droites. On note en effet le positionnement des différentes droites non corrélé à la concentration d'étalonnage. La dispersion observée repose plutôt soit sur les écarts existants entre les valeurs théoriques et réelles des vitesses de perméation de chacune des sources, soit leur stabilité dans le temps.

Globalement, on constate des valeurs de pentes variant de 0,884 à 1,189 soit une variation de près de 30 % d'un appareil à l'autre. Si l'on fait abstraction de l'écart observé entre les 2 tubes de l'analyseur MD lors d'un étalonnage à 18 ng/m³ en éliminant la droite du tube A, on arrive au mieux à une variation de 17,5 %, ce qui se rapproche des 15 % d'écart toléré par les constructeurs entre les analyseurs, mais reste insatisfaisant.

Pour s'affranchir de l'influence de la variation de la vitesse de perméation de chaque source interne, il convient de réaliser un étalonnage externe, par injection directe de mercure gazeux. Pour ce faire, un protocole opératoire permettant de maîtriser cette technique a été établi et est décrit au chapitre 3.3.

3.1.2 Evolution des droites d'étalonnages

Une série de tests de linéarité a été de nouveau effectuée un an après les tests précédents sur les appareils Tekran afin d'observer l'évolution des droites d'étalonnage. Les résultats de ces essais sont présentés sur la figure 2. On observe que les appareils INERIS (identifiés MCE15125 et 15126) présentent un faisceau de droites resserré, avec un faible décalage entre les tubes A et B. L'appareil Mine Douai (identifié MD) présente un décalage important entre ses 2 tubes dont les droites d'étalonnages encadrent celles des autres analyseurs. La dispersion des droites est de :

- 26 % sur la base des données de l'analyseur MD
- 5,5% sur la base des données des analyseurs INERIS

On remarquera que la pente moyenne des droites de l'analyseur MD (pente =0,89) est équivalente à celles des analyseurs INERIS (pentes= 0,88 à 0,935).

On relève que les pentes des droites d'étalonnage de l'analyseur INERIS (MCE15125) présentent une évolution sur 1 an de l'ordre du pourcent (tube A : 0,884 à 0,880 et tube B : 0,905 à 0,889). L'évolution identique des 2 droites indique la bonne stabilité de la source à perméation interne.

Pour l'analyseur MD, les pentes évoluent de 1,189 à 1,02 (tube A) soit 17 %, et de 1,076 à 0,76 (tube B), soit 32 %. Cette distorsion de variation indique une diminution de l'efficacité de piégeage du tube B qui s'ajoute à une instabilité de la source à perméation interne.

On constate là encore la nécessité de réaliser un étalonnage externe par injection, dit « absolu », afin de réajuster les droites des appareils dont la vitesse de perméation de leur source n'est pas contrôlée périodiquement.

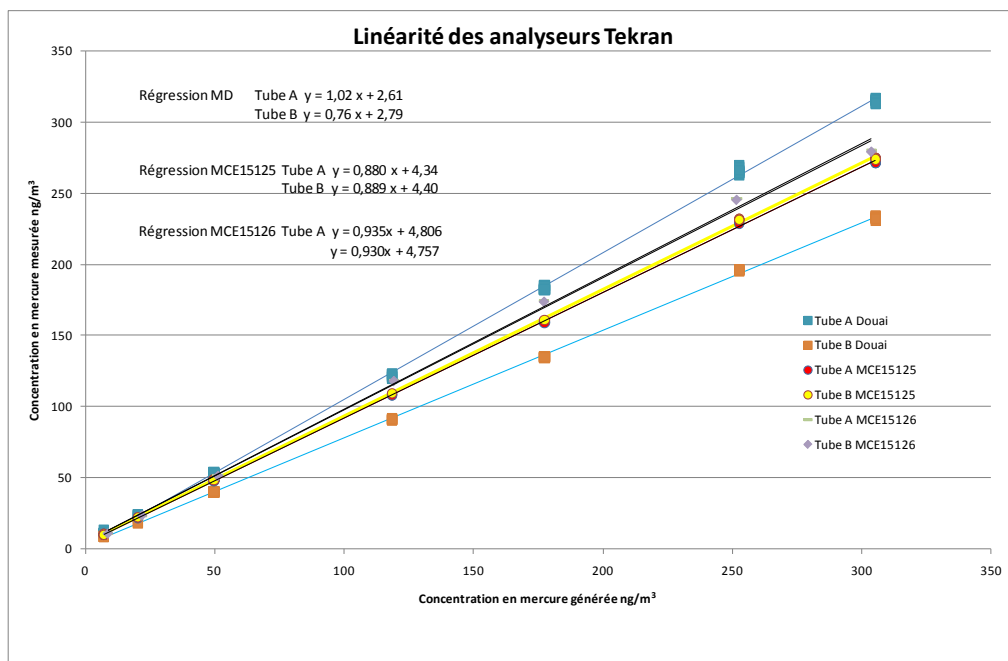


Figure 2 : Dispersion des droites d'étalonnages des analyseurs Tekran du LCSQA

3.2 Lumex

La figure 3 ci-dessous illustre les résultats des tests de linéarité réalisés sur les analyseurs LUMEX des AASQA Air Lorraine, ASPA et Air PACA. On en retire que l'appareil Air PACA présente une non linéarité sur plus de la moitié des concentrations générées qui est particulièrement importante dans le domaine des faibles concentrations (0 – 50 ng/m³). Ce constat a été confirmé par la réalisation d'un second test de linéarité dans cette gamme resserrée (11,6 ; 25,2 et 49,9 ng/m³). Il est à préciser que cet appareil venait de subir une mise à jour de son software par le constructeur.

Les analyseurs ASPA et Air Lorraine présentent le même écart de linéarité à la concentration de 11 ng/m³. Dans la mesure où cet écart porte sur la même concentration, il est vraisemblable qu'il soit en partie lié à l'incertitude de la génération à ce niveau de concentration.

On constate que les appareils (hors Air PACA) présentent une dispersion de l'ordre de 13 %.

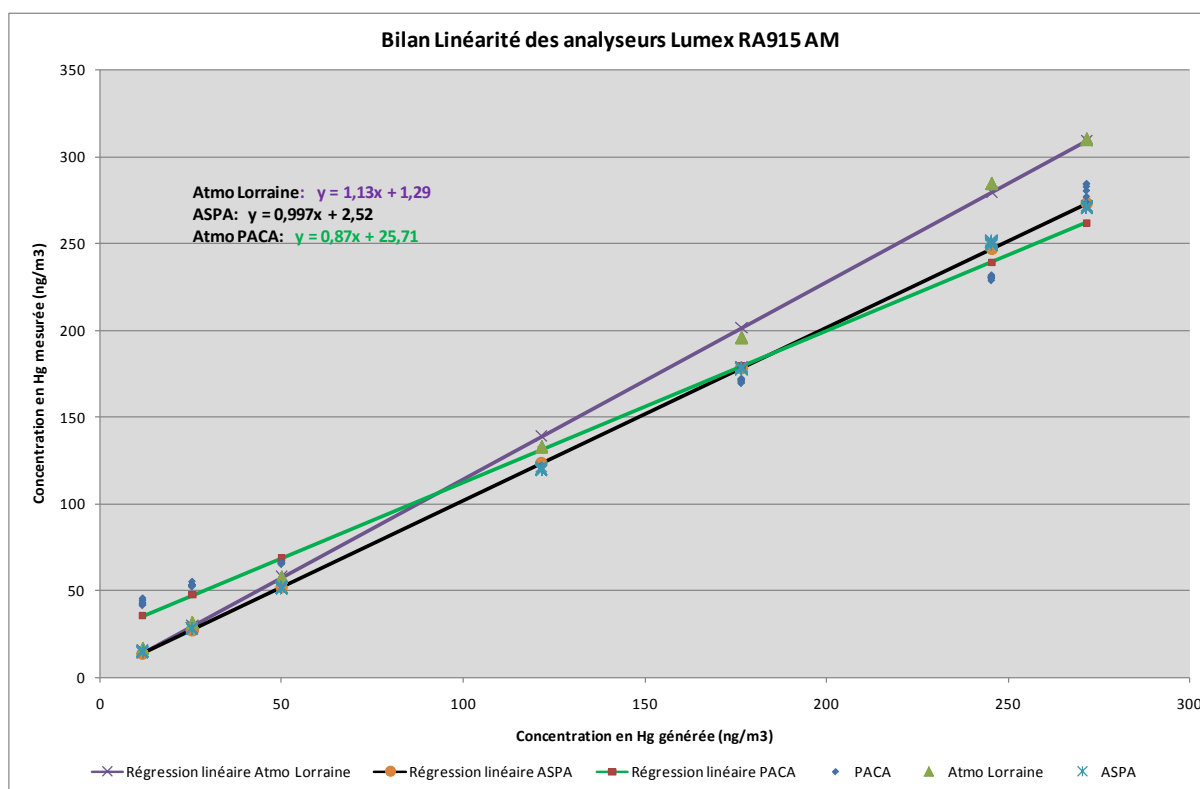


Figure 3 : Droites d'étalonnages des analyseurs Lumex des AASQA

3.3 Etalonnage externe des analyseurs Tekran

Bien que la norme NF EN 15852 intègre le fait que les analyseurs automatiques sont équipés de moyens d'étalonnage interne, elle ne reconnaît que l'étalonnage externe par injection de mercure gazeux à l'aide d'une micro seringue.

L'étalonnage doit être contrôlé toutes les 2 semaines. Un écart de plus de 10 % implique de ré-étalonner l'appareil.

Le constructeur Tekran offre la possibilité d'un étalonnage externe par l'utilisateur sur ses modèles 2537 via un port d'injection. Il nécessite l'acquisition d'une valise d'injection 2505. Le constructeur Lumex n'offre pas cette possibilité, hormis de retourner les appareils pour contrôle dans les laboratoires Lumex.

La technique de l'étalonnage externe implique la maîtrise des outils nécessaires, à savoir la manipulation de la micro seringue et de la valise d'étalonnage (voir figure 4).



Figure 4 : Vue de la valise Tekran 2505 et de la micro seringue digitale Hamilton

Après de nombreux essais, les précautions d'utilisation de ces équipements sont les suivantes:

- installer la valise en local climatisé et non soumis aux vibrations et à proximité immédiate de l'analyseur ;
- remplir le mercure liquide à l'aide d'une seringue + tube plongeant ;
- régler la température de la valise 1 à 2 °C sous la température ambiante ;
- ne jamais incliner ou déplacer la valise ;
- ne pas toucher l'aiguille avec les mains, ni le corps de seringue de manière prolongée. L'ensemble doit rester à la température ambiante ;
- passer la seringue (corps et aiguille) en effectuant une série d'injection à blanc ;
- ne jamais laisser la seringue plantée dans le septum de la valise entre 2 injections ;
- automatiser le geste (plantée de l'aiguille, lecture du volume prélevé) ;
- injecter rapidement (sans à coups) ;
- suivre les instructions de l'analyseur pour le déroulement de l'étalonnage ;
- entrer la quantité de Hg injectée (ng) en suivant le tableau Q_{Hg} en f(température) fourni avec la valise.

Dans ces conditions, la durée totale de l'étalonnage externe est d'environ 20 minutes, pour plus de 35 minutes lors d'un étalonnage interne.

En suivant ces recommandations, on accède à des injections très répétables. L'écart observé entre 9 injections consécutives est inférieur à 2 % (1,6%).

Les résultats de mesure effectués par 2 analyseurs de l'INERIS étalonnés de cette manière sont très cohérents. On note par exemple des mesures à 23,9-23,2 ng/m³ et 23,7-23,8 ng/m³ pour une génération de mercure stabilisée autour de 22 ng/m³, soit un écart de près de 1 %, similaire à celui observé sur la répétabilité des injections.

On conclura sur le fait que cette méthode est relativement accessible pour peu que l'on consacre le temps nécessaire à la maîtrise des outils et l'acquisition des bons gestes. On rappelle également qu'elle constitue le seul moyen de vérifier l'étalonnage automatique et le débit de perméation de la source interne.

A titre indicatif, la source à perméation du générateur de mercure de l'INERIS est identique à celle intégrée dans les analyseurs. Les contrôles annuels effectués sur la source par Tekran indiquent une variation maximale de la vitesse de perméation de l'ordre de 8 % entre la valeur déterminée lors de mise en route de l'appareil (1999) et le dernier contrôle de 2014. Ce faible niveau de variation est à rapprocher du fait que ce générateur n'est jamais déplacé, et fonctionne en permanence toute l'année, ce qui n'est pas le cas des analyseurs qui subissent des déplacements, vibrations ... autant de motifs de dérive plus importante de la source à perméation interne des analyseurs.

4. TESTS DE DERIVE

Le test de dérive a été effectué sur 3 appareils Tekran du LCSQA et 3 appareils d'AASQA (Air PACA, ASPA, Air Lorraine) sur une durée de 7 jours à une concentration stable d'environ 50 ng/m³. Durant cette période, les étalonnages automatiques ont été désactivés. A noter que la désactivation n'est pas totale sur le Lumex car le logiciel de contrôle de l'appareil est conçu pour activer un étalonnage automatique dès la détection du moindre problème de fonctionnement. Plusieurs étalonnages ont été constatés durant la phase de test de dérive. Il est rappelé que la norme NF EN 15852 autorise une dérive maximale de 10 %.

4.1 Tekran

Le test de dérive des analyseurs Tekran a été effectué simultanément sur 3 analyseurs. La figure 5 regroupe les mesures des 3 analyseurs en différenciant les tubes A et B. On note qu'un des analyseurs présente un décalage entre ses 2 tubes.

Les fluctuations de la concentration suivent strictement le même profil pour les trois analyseurs Tekran, ce qui peut se traduire par, soit une sensibilité identique aux paramètres ambiants (température, pression, stabilité du générateur de mercure), soit une évolution identique de l'appareillage dans le temps (ces appareils étant technologiquement équivalents), voire les deux cumulées.

Dans tous les cas, la dérive observée est de l'ordre du pourcent sur 7 jours, soit bien en deçà de la tolérance de la norme. Dans ces conditions, on peut considérer qu'il n'est pas nécessaire de procéder à des étalonnages automatiques trop fréquents de ces analyseurs, sauf à constater une fluctuation importante de la ligne de base (cas d'une lampe vieillissante) nécessitant des réajustements fréquents. Un étalonnage automatique à une fréquence hebdomadaire est conseillé.

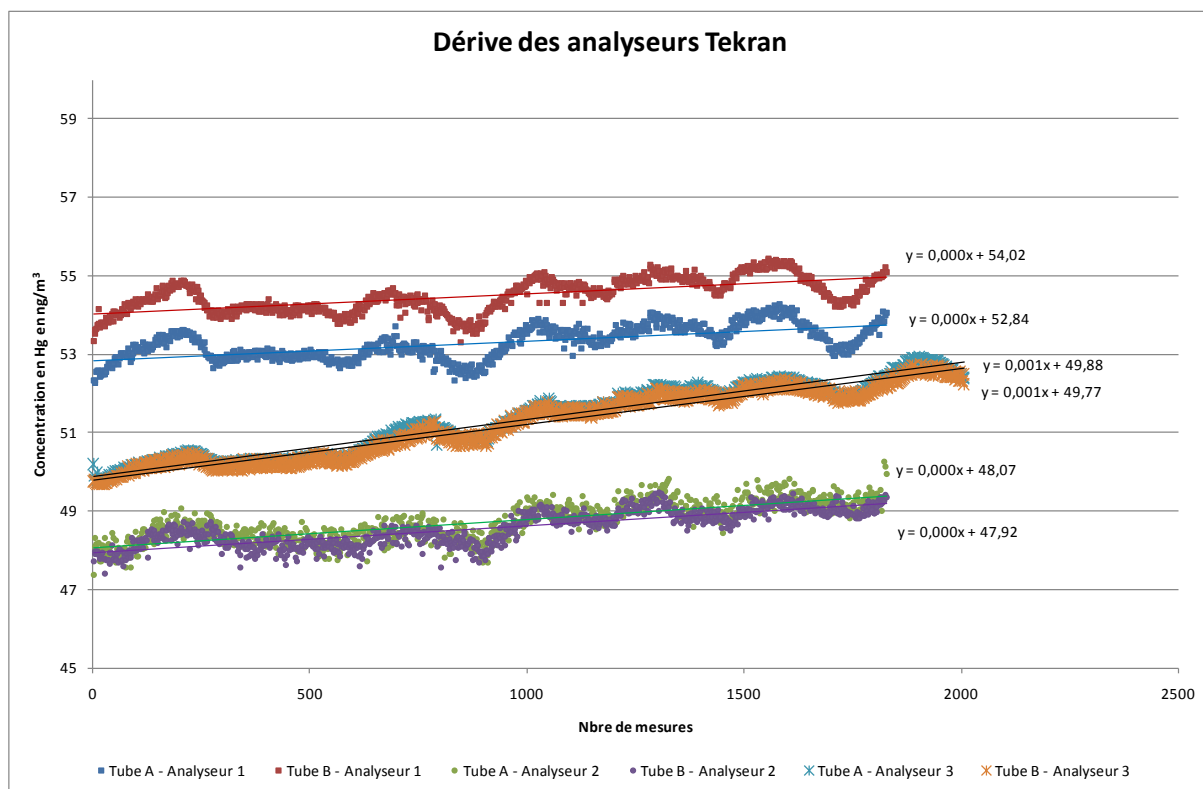


Figure 5 : Evolution sur 7 jours du signal de mesure des analyseurs Tekran du LCSQA

4.2 Lumex

Compte tenu du débit limité du générateur de mercure, le test de dérive a été réalisé individuellement sur chaque appareil étant donné le débit de prélèvement important des analyseurs Lumex. Compte tenu des constats effectués sur l'appareil d'Air PACA lors du test de linéarité, il est très probable que cet appareil soit en dysfonctionnement et le test de dérive a été effectué à titre indicatif. La figure 6 regroupe les mesures des 3 analyseurs.

On note que les profils d'évolution des appareils sont très différents, y compris entre les appareils ASPA et Air Lorraine. Le profil des mesures de l'appareil Air PACA confirme l'hypothèse évoquée ci-dessus. Les fluctuations observées sur les autres appareils sont difficilement explicables pour des mesures effectuées sur une concentration de mercure stabilisée, si ce n'est l'impact des étalonnages automatiques non maîtrisables en cas de détection d'un défaut dans les paramètres de fonctionnement de l'appareil. On note cependant quelques longues périodes où les mesures sont très stables. Le calcul de la dérive conduit respectivement à des valeurs de +5,6 % et de -4,7 % pour les analyseurs ASPA et Air Lorraine, ce qui reste inférieur à la tolérance de la norme. A priori, il apparaît difficile d'atteindre mieux que 5 % de dérive avec ce type d'appareil compte tenu des étalonnages automatiques effectués au moindre dysfonctionnement du système (basculement d'électrovanne, zéro instable, pb de soft,...).

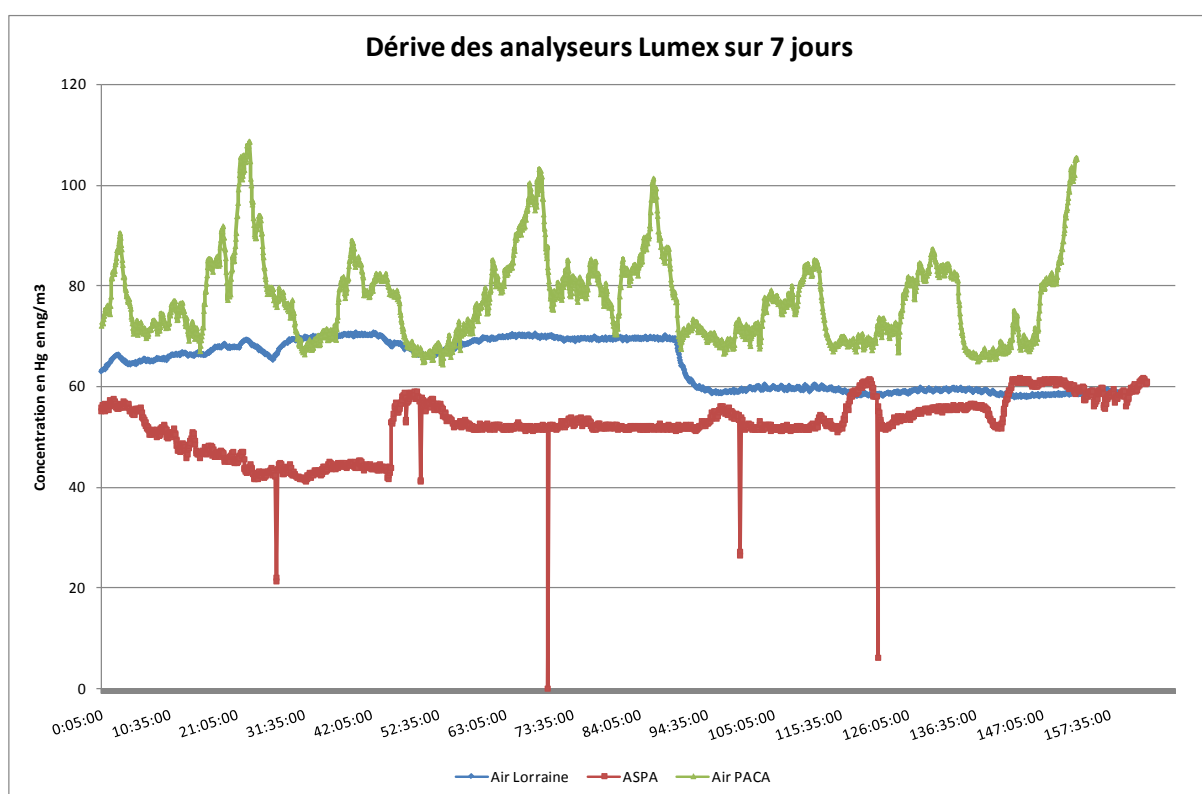


Figure 6 : Evolution sur 7 jours du signal de mesure des analyseurs Lumex des AASQA

5. SENSIBILITE A LA TEMPERATURE

Le test de sensibilité à la variation de température ambiante a été effectué sur les appareils Lumex des AASQA (ASPA, Air Lorraine et Air PACA) et un analyseur Tekran (MD). Il a consisté à générer une concentration stabilisée de mercure gazeux de l'ordre de 50 ng/m^3 alors que les analyseurs sont placés dans une enceinte climatique dont la température varie de la température ambiante à 10°C puis 35°C . Les changements de température s'effectuent en 2h30 et chaque palier de température dure également 2h30.

La figure 7 illustre l'évolution des mesures des appareils Lumex en fonction de la température.

On note la forte perturbation des mesures de l'appareil Air PACA qui va jusqu'à la perte de signal lorsque la température atteint les 10°C (analyseur bloqué). Le signal de cet appareil reste incohérent tout au long du test.

Les 2 autres appareils Lumex présentent de fortes perturbations lors des phases de changement de température, et de manière beaucoup plus prononcée lors du passage de 22 à 35°C . Les mesures sont stables lorsque la température est stabilisée. On note que le signal des analyseurs revient à son niveau initial après chaque phase de changement de température.

La variation constatée est de $+0,3 \text{ ng/}^\circ\text{C}$ pour l'analyseur Air Lorraine, et de $+0,6 \text{ ng/}^\circ\text{C}$ pour celui de l'ASPA.

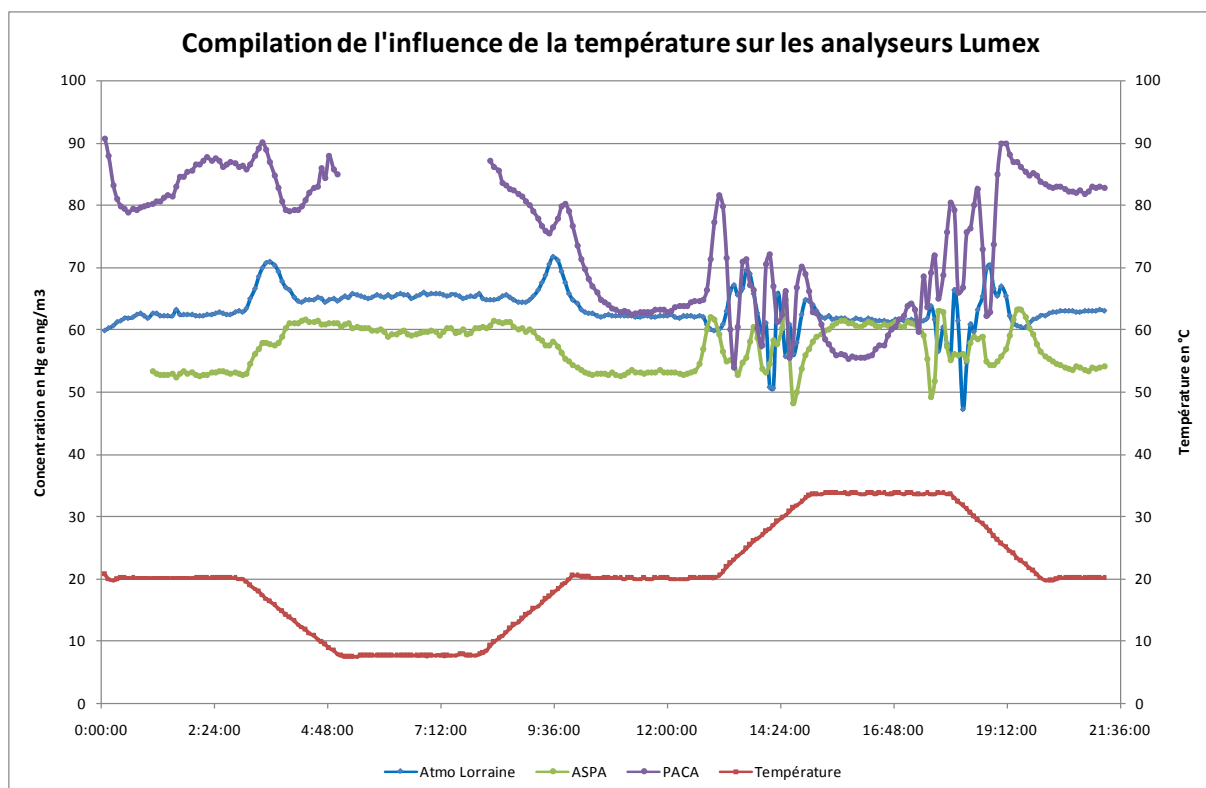


Figure 7 : Evolution du signal de mesure des analyseurs Lumex des AASQA en fonction de la température ambiante

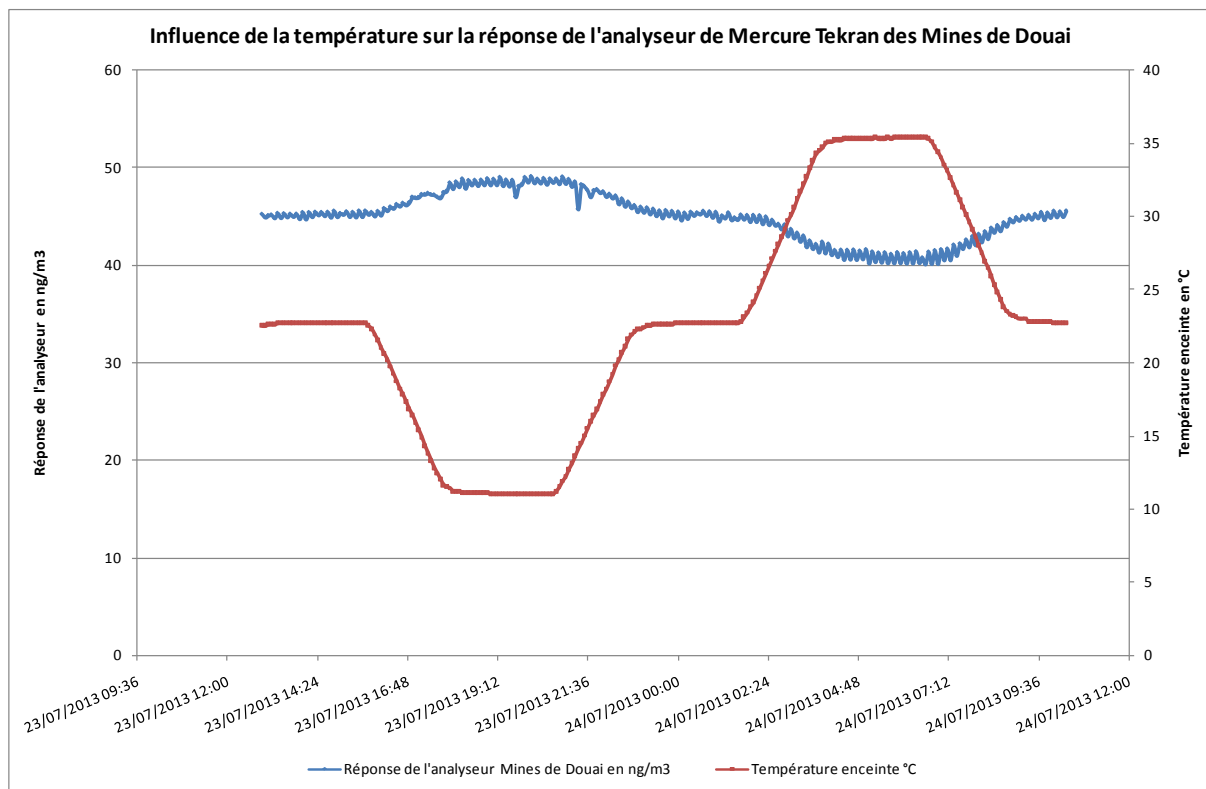


Figure 8 : Evolution du signal de mesure de l'analyseur Tekran MD en fonction de la température ambiante

La figure 8 présente l'évolution du signal de mesure de l'analyseur Tekran MD. A la différence des analyseurs Lumex, on constate une variation lissée du signal, avec un retour au signal initial lorsque la température revient à son niveau ambiant. On note une tendance positive du signal lorsque la température diminue, et négative lorsqu'elle augmente. Les variations sont de + 0.3 ng/°C pour les températures inférieures à la température ambiante, et - 0.3 ng/°C pour les températures supérieures.

6. INFORMATION SUR LE TEKRAN 2037 X (NOUVELLE SERIE)

Pour rappel, l'analyseur de mercure Tekran Modèle 2537 X, tout comme les analyseurs de générations précédentes, fournit une concentration continue du mercure dans l'air ambiant de l'ordre du ng/m^3 . La phase vapeur du mercure est absorbée sur des cartouches contenant de l'or ultra pur. L'amalgame formé est thermodésorbé et détecté par spectrométrie de fluorescence atomique à vapeur froide. Un système de double cartouche permet un cycle d'échantillonnage et de désorption alternatif, ce qui conduit à une mesure quasi continue.

La face avant du 2537X (Figure 9) diffère de celle des modèles précédents par son clavier tactile. L'analyseur 2537X est désormais équipé d'un microprocesseur intégré permettant la mémorisation des données ce qui évite son raccordement avec un PC externe. Il est aussi doté d'un écran LCD sur lequel les données peuvent être visualisées et d'un port USB par lequel les données peuvent être extraites.

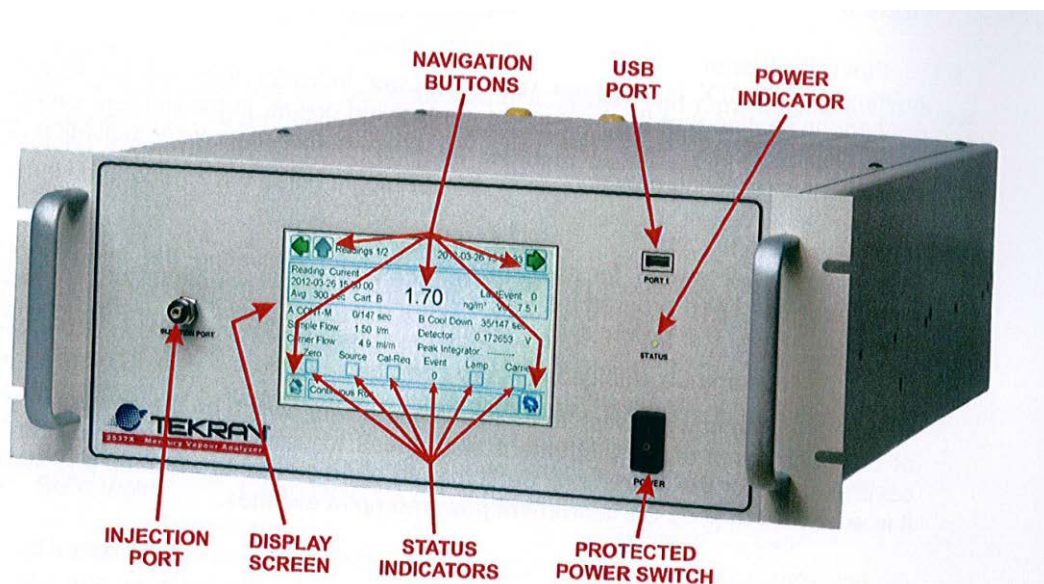


Figure 9 : Face avant de l'analyseur 2537X

On trouve sur la fenêtre principale, un affichage des états des paramètres propres de l'appareil :

- zéro : indicateur actif durant les phases de nettoyage et d'étalonnage ;
- source : indicateur actif durant l'étalonnage ;
- cal-Req : indicateur actif quand un étalonnage a été programmée (étalonnage automatique) ;
- event : marqueur d'évènement ;
- lamp : indique l'état de la lampe ; selon cet état, un code de couleur est appliqué :
 - o pas de couleur : paramètres acceptables ;
 - o rouge clignotant : la tension de la lampe est proche du maximum 13V ;
 - o violet : le DOut est $\geq 0.5\text{V}$ à la consigne ;
- carrier : indique que l'appareil est bien alimenté en argon.

Par rapport aux versions précédentes de l'appareil, le suivi du vieillissement de la lampe est plus pointu et l'optimisation de l'intensité de la lampe est facilitée. Quand la lampe vieillie, elle nécessite un ajustement de tension, l'indicateur en façade clignote alors en rouge. Cet ajustement se fait via le menu Hardware-Lamp-Lamp DOut. Il faut baisser la valeur du DOut pour que la tension de la lampe (Lamp Drive) soit autour de 9V puis valider la valeur en appuyant sur Write.

L'arrière de l'analyseur (Figure 10) est sensiblement le même que celui des autres versions.

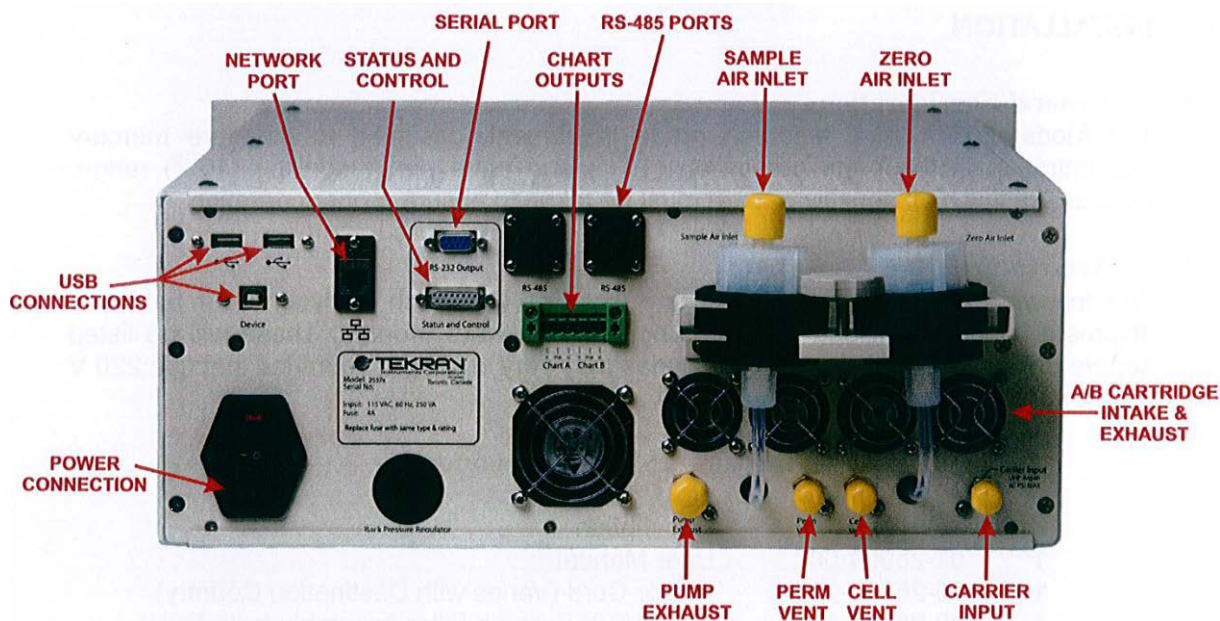


Figure 10 : Face arrière de l'analyseur

On y trouve des ports USB supplémentaires qui n'existent pas sur les versions antérieures.

L'intérieur de l'appareil est relativement identique à celui des versions précédentes. On note un gros effort pour la ventilation des cartouches de piégeage (ventilateurs multiples). La différence majeure réside dans les électrovannes qui alimentent les tubes de piégeage (Figures 11 et 12). Les anciennes électrovannes 3-voies ont été remplacées par un système de 4 électrovannes classiques de petite taille qui sont plus délicates à démonter.

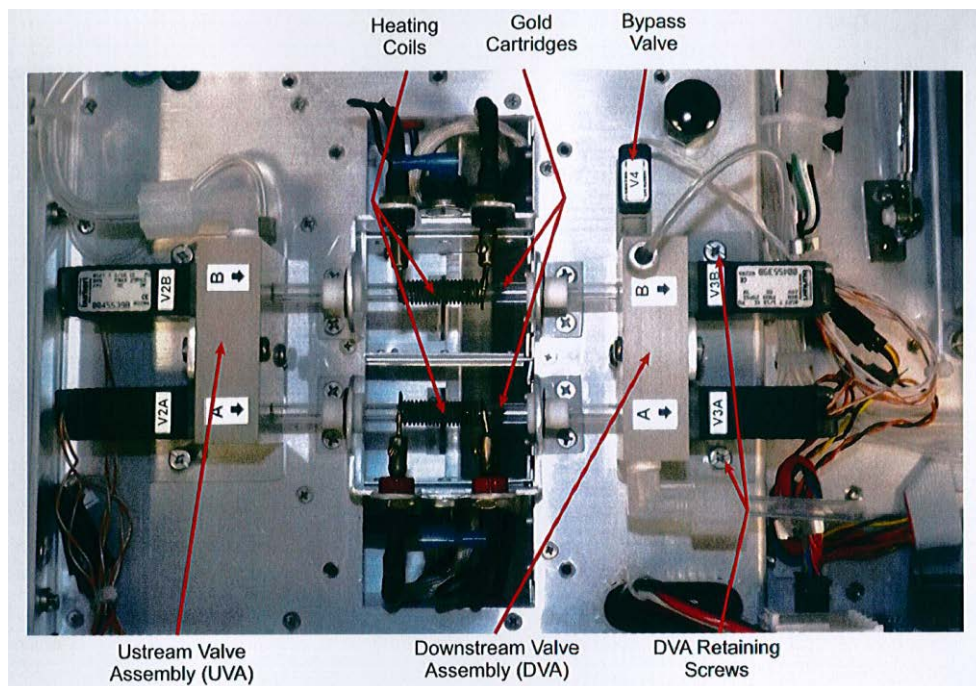


Figure 11 : Système de piégeage du 2537X

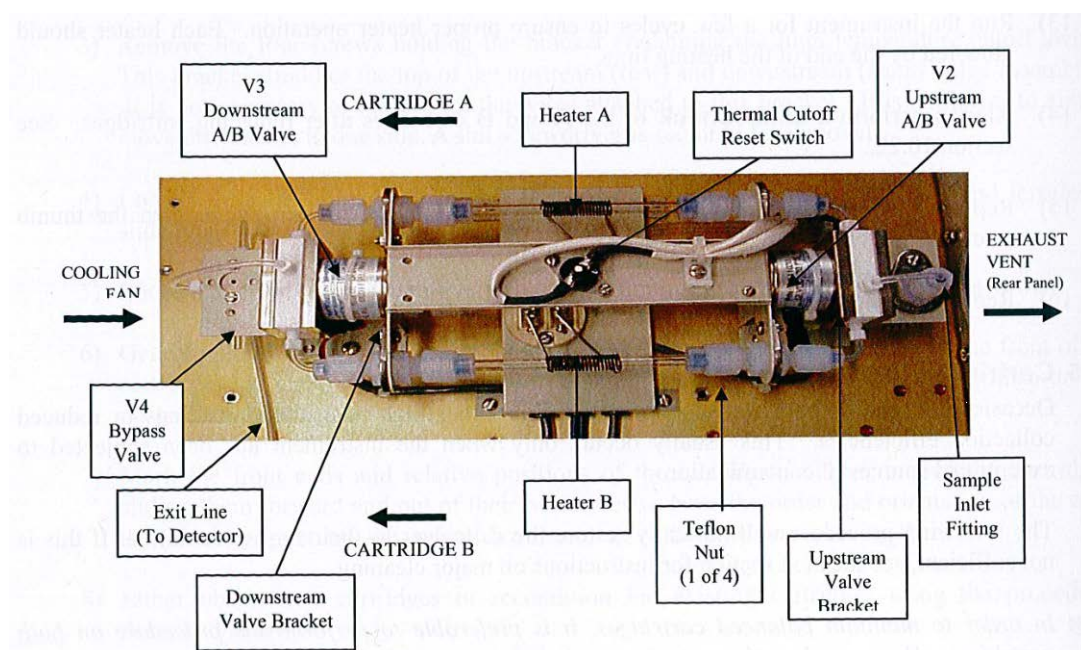


Figure 12: Système de piégeage du 2537A et B

7. CONCLUSION

Les tests de linéarité, de dérive et de sensibilité à la variation de température réalisés en laboratoire sur les analyseurs Tekran et Lumex ont permis de constater :

- Pour les analyseurs Tekran :
les appareils sont linéaires et peu soumis au phénomène de dérive (1% sur 7 jours). Dans ces conditions, le LCSQA recommande d'effectuer des étalonnages automatiques à la fréquence hebdomadaire. Il apparaît toutefois des écarts entre les étalonnages internes des différents appareils qu'il convient de réduire afin de minimiser la dispersion des mesures entre appareils. Pour ce faire, le LCSQA propose de mettre en place une procédure d'étalonnage externe qui permettra de vérifier pour chaque appareil la valeur de la vitesse de diffusion de la source à perméation donnée par le constructeur. Cet étalonnage externe peut également être effectué par les utilisateurs à condition de disposer de l'équipement nécessaire et de bien s'approprier le mode opératoire. La sensibilité à la température des appareils Tekran est faible et estimée à $+0.3 \text{ ng/}^{\circ}\text{C}$ pour les températures inférieures à la température ambiante, et $-0.3 \text{ ng/}^{\circ}\text{C}$ pour les températures supérieures.
- Pour les appareils Lumex :
les appareils sont linéaires et peu soumis à la dérive (environ 5% sur 7 jours). On note des écarts de mesure entre appareils de l'ordre de 13 % qui reste dans la tolérance des constructeurs (15 %). A la différence des analyseurs Tekran, l'étalonnage externe n'est pas possible, si ce n'est chez le constructeur. Ces appareils présentent une forte sensibilité à la variation de température ambiante, notamment lorsque la température est instable. A température stabilisée, l'influence est estimée entre $+0,3 \text{ ng/}^{\circ}\text{C}$ et $+0,6 \text{ ng/}^{\circ}\text{C}$. A la lumière du comportement incohérent d'un des analyseurs testés, il apparaît important de procéder à un contrôle métrologique dès lors qu'une opération de mise à jour du software a été effectuée.

A l'avenir, le LCSQA propose de poursuivre le contrôle des analyseurs des AASQA avec une périodicité de 2 ans, en passant en revue alternativement les analyseurs Lumex et Tekran. Ponctuellement, le LCSQA procèdera au regroupement de l'ensemble des appareils afin de réaliser une intercomparaison visant à vérifier le respect des incertitudes de la Directive européenne 2004/107/CE et de la norme NF EN 15852.

Techniquement, les tests de linéarité seront réalisés dans la gamme $0\text{-}300 \text{ ng/m}^3$, et en complément dans une gamme plus réduite sur demande de l'AASQA. Un essai de répétabilité sera également effectué.

Les appareils Tekran feront l'objet de tests de linéarité avec étalonnage interne puis externe pour mettre en évidence et déterminer les décalages et les évolutions dans le temps des sources d'étalonnage internes.

L'influence de la variation de température, et en particulier les fortes perturbations lors des phases transitoires, sur les appareils Lumex sera vérifiée en procédant à des variations de températures plus progressives.

La sensibilité des appareils des 2 constructeurs à la variation d'humidité reste à effectuer. Le mode opératoire est à établir afin de procéder à des variations progressives.