



Maintien de la chaîne nationale d'étalonnage

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l’Air

MAINTIEN DE LA CHAÎNE NATIONALE D’ETALONNAGE

**Fabien Mary, Laurent Saragoza, Christophe Sutour, Thomas Venault,
Tatiana Macé (LCSQA/LNE)**

Décembre 2017



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 l'IMT Lille 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 chargé de l'Environnement. 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 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	6
1. INTRODUCTION	8
2. OBJECTIFS.....	11
3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2017	11
3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2	11
3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2017	12
3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA/INERIS	13
3.4 Raccordements de l'ORA.....	14
3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2017 par le LCSQA/LNE ..	14
4. BILAN DE LA REUNION LCSQA/LNE - NIVEAUX 2 DU 17 JANVIER 2018.....	15
5. SYNTHESE DES PROBLEMES RENCONTRES EN 2017.....	15
5.1 Dysfonctionnements des analyseurs NO-NOx type 42i et 42c dans le cadre de la chaîne d'étalonnage NO et NO ₂ ,	15
5.2 Dysfonctionnements dans le cadre de la chaîne d'étalonnage CO	17
5.3 Dysfonctionnements de la balance à suspension électromagnétique NO ₂	17
5.4 Panne de climatisation dans le laboratoire d'étalonnage du LCSQA/LNE (laboratoire 218)	18
5.5 Dysfonctionnement du banc d'étalonnage pour l'ozone (photomètre NIST)	19
5.6 Dysfonctionnements de l'alimentation électrique (coupures électriques)	19
6. ANNEXE : COMPTE-RENDU DE LA REUNION LCSQA/LNE - NIVEAUX 2.....	20

RESUME

En 1996, sous l'impulsion du Ministère chargé de l'Environnement, un dispositif appelé « chaîne nationale d'étalonnage » a été conçu et mis en place afin de garantir, sur le long terme, la cohérence des mesures réalisées dans le cadre de la surveillance de la qualité de l'air pour les principaux polluants atmosphériques gazeux réglementés.

Ce dispositif a pour objectif d'assurer la traçabilité des mesures de la pollution atmosphérique en raccordant les mesures effectuées dans les stations de surveillance à des étalons de référence spécifiques par le biais d'une chaîne ininterrompue de comparaisons appelée « **chaîne d'étalonnage** ».

Compte tenu du nombre élevé d'Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), il était peu raisonnable d'envisager un raccordement direct de l'ensemble des analyseurs de gaz des stations de mesure aux étalons de référence nationaux, malgré les avantages métrologiques évidents de cette procédure.

Pour pallier cette difficulté, il a été décidé de mettre en place des procédures de raccordement intermédiaires gérées par un nombre restreint de laboratoires d'étalonnage régionaux ou pluri-régionaux (appelés également niveaux 2) choisis parmi les acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA et LCSQA/IMT Lille Douai).

Par conséquent, ces **chaînes nationales d'étalonnage** sont constituées de 3 *niveaux* : le **LCSQA/LNE** en tant que Niveau 1, **des laboratoires d'étalonnage inter-régionaux (au nombre de 7)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3.

Dans le cadre de ces chaînes nationales d'étalonnage, **le LCSQA/LNE raccorde tous les 3 mois les étalons de dioxyde de soufre (SO_2), d'oxydes d'azote (NO/NO_x), d'ozone (O_3), de monoxyde de carbone (CO) et de dioxyde d'azote (NO_2) de chaque laboratoire d'étalonnage.**

De plus, depuis plusieurs années, le LCSQA/LNE raccorde directement les étalons de benzène, toluène, éthylbenzène et o,m,p-xylène (BTEX) de l'ensemble des AASQA, car au vu du nombre relativement faible de bouteilles de BTEX utilisées par les AASQA, il a été décidé en concertation avec le MTES qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

Le tableau ci-après résume les étalonnages effectués depuis 2011 par le LCSQA/LNE **pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x , NO_2 , SO_2 , O_3 , CO , BTEX et Air zéro).**

	Nombre annuel d'étalonnages						
	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	180	181	180	180	185	180	156
Raccordements Madinair	13	27	14	27	27	26	27
Raccordements BTEX	33	23	25	26	30	31	22
Raccordements LCSQA	39	32	44	36	33	32	38
Raccordements ORA	7	4	4	3	12	14	15
Raccordements « Air zéro »	-	-	8	18	18	1	0
Somme des raccordements	272	257	275	290	305	284	258

Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA/LNE depuis 2011

Le tableau ci-dessus montre que globalement le LCSQA/LNE a effectué 258 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX, air zéro) en 2017.

La diminution du nombre d'étalonnages Niveau 1/Niveaux 2 par rapport à l'année 2016 est principalement due aux deux éléments suivants :

- Le LCSQA/IMT Lille Douai a arrêté ses activités de raccordement pour le réseau ATMO Hauts de France en juin 2017 et n'est donc plus niveaux 2 ; cette AAQA est raccordée depuis juin 2017 à AIRPARIF ;
- Les niveaux 2 AIR PACA et ATMO Aura ne font plus raccorder d'étalons de NO₂.

Ce rapport fait également la synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2017 par le LCSQA/LNE lors des raccordements des polluants gazeux, à savoir :

- Les problèmes rencontrés sur les matériels du LCSQA/LNE,
- Les problèmes rencontrés au niveau des raccordements.

1. INTRODUCTION

Au sein du dispositif de surveillance de la qualité de l'air, le rôle du LCSQA/LNE est d'assurer la cohérence des mesures de qualité de l'air sur le long terme, en maintenant des chaînes nationales d'étalonnage pour les principaux polluants atmosphériques gazeux.

Les objectifs de la chaîne nationale d'étalonnage sont les suivants :

- Le raccordement des mesures effectuées en station aux étalons de référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons, ce qui permet d'assurer la traçabilité des mesures aux étalons de référence,
- La maîtrise des moyens de mesure mis en œuvre par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA),
- L'estimation des incertitudes de mesure à chaque étape,
- L'amélioration de l'assurance qualité du dispositif de surveillance de la qualité de l'air.

Cette **chaîne nationale d'étalonnage** est constituée de **3 niveaux** : le **LCSQA/LNE** en tant que Niveau 1, **des laboratoires d'étalonnage inter-régionaux (au nombre de 7)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3 (cf. figure 1 ci-après).

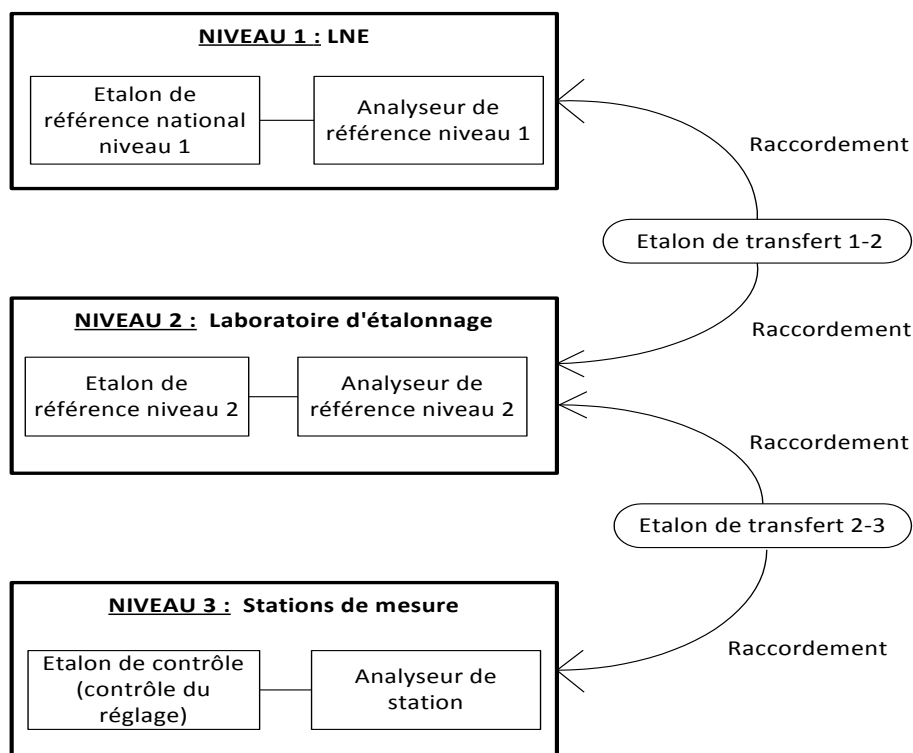


Figure 1 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

Jusqu'en 2017, la France métropolitaine et les DOM étaient découpées en 8 zones géographiques.

Cependant, suite à la régionalisation, le LCSQA/IMT Lille Douai a arrêté ses activités de raccordement pour le réseau ATMO Hauts de France et n'est donc plus niveau 2 depuis juin 2017. L'activité s'est recentrée sur l'organisation de comparaisons interlaboratoires (CIL) notamment pour les niveaux 2. Dans ce cadre, le LCSQA/IMT Lille Douai continuera à faire raccorder ses étalons par le LCSQA/LNE ; ces étalonnages seront calés par rapport aux dates des CIL, soit une fois par an. Néanmoins, il pourra être envisagé un raccordement avant et après la CIL.

Dans ce contexte, depuis juin 2017, la France métropolitaine et les DOM sont organisés en 7 zones géographiques permettant le raccordement de l'ensemble des analyseurs des stations de mesure aux étalons de référence (cf. figure 2).



Figure 2 : Représentation des 7 zones géographiques mises en place pour couvrir l'ensemble du territoire français

Dans cette structure, les 7 zones géographiques sont organisées comme indiqué ci-après :

- Le niveau 2 LIM-Atmo Grand EST effectue le raccordement des :
 - Etalons d'ATMO Grand Est,
 - Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Franche Comté pour 2018 ; une réflexion sera menée durant l'année 2018 concernant les raccordements pour la Bourgogne,
 - Etalons de réserve utilisés par ATMO Grand Est et ATMO Bourgogne Franche Comté,
 - Etalons de Scal'Air.
- Le niveau 2 ATMO Aura effectue le raccordement de l'ensemble des étalons de l'AASQA, ce qui n'était pas le cas en 2017, puisque ATMO Aura ne raccordait pas les étalons de l'Auvergne.
- Le niveau 2 AIRPARIF effectue le raccordement des :
 - Etalons d'Airparif,
 - Etalons d'ATMO Hauts de France depuis 2017,
 - Etalons d'ATMO Normandie (Rouen et Le Havre uniquement) ; cette situation restera pérenne, car ATMO Normandie souhaite garder deux niveaux 2 différents,
 - Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Bourgogne pour 2018 ; une réflexion sera menée durant l'année 2018 concernant les raccordements pour la Franche Comté.

A noter que le niveau 2 d'AIRPARIF ne raccorde plus les étalons de Lig'Air depuis janvier 2018.
- Le niveau 2 AIR PACA effectue le raccordement des :
 - Etalons d'AIR PACA,
 - Etalons de Qualitair Corse.
- Le niveau 2 ATMO Occitanie effectue le raccordement des :
 - Etalons d'ATMO Occitanie comprenant ceux de Montpellier depuis 2017
 - Etalons d'ATMO Nouvelle Aquitaine
- Le niveau 2 AIR PL effectue le raccordement des :
 - Etalons d'AIR PL,
 - Etalons d'AIR Breizh,
 - Etalons d'ATMO Normandie (uniquement pour Caen),
 - Etalons de Lig'air depuis janvier 2018.
- Le niveau 2 MADININAIR effectue le raccordement des :
 - Etalons d'AIR de MADININAIR,
 - Etalons de GWADAIR,
 - Etalons d'ORA Guyane.

Quant à l'ORA (La Réunion), cette AASQA est directement rattachée au LCSQA/LNE et ne raccorde aucune autre AASQA.

2. OBJECTIFS

Les objectifs de ce rapport sont :

- De faire le point sur les raccordements effectués par le LCSQA/LNE pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants gazeux confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX et Air zéro) en 2017 ;
- De réaliser une synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2017 par le LCSQA/LNE lors des raccordements.

3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2017

3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2

Les tableaux 1 et 2 ci-après font le bilan des matériels que le LCSQA/LNE a raccordés en 2017 pour les laboratoires d'étalonnage (Niveaux 2) et pour les composés CO, SO₂, NO/NO_x, NO₂ et O₃.

Nom du niveau 2	Matériel à étalonner				
	Nombre de bouteilles de NO	Nombre de bouteilles de CO	Nombre de bouteilles de SO ₂	Nombre de bouteilles de NO ₂	Nombre de générateurs d'ozone
Laboratoire d'étalonnage d'AIR PL	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2 (en alternance tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage du LIM-ATMO Grand-Est	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2 (tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage d'ATMO Aura	1 (à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	-	2 (tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage du LCSQA/IMT Lille Douai	2 (à 400 et à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	2 (à 100 et à 200 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage d'ATMO Occitanie	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage d'AIR PACA	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	-	2 (en alternance tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage d'AIRPARIF	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	1

Tableau 1 : Bilan des matériels des niveaux 2 de métropole étalonnés par le LCSQA/LNE en 2017

Madininair		
Matériel testé	Composé	Nombre de raccordements effectués
2 diluteurs 146i (TEI) + mélange gazeux haute fraction molaire	NO	10 (100, 200, 300, 500 et 800 nmol/mol)
	SO ₂	6 (100, 200 et 300 nmol/mol)
	CO	10 (2, 3, 5, 8 et 10 µmol/mol)
Générateur d'ozone 49CPS (TEI)	De 0 à 400 nmol/mol	1

Tableau 2 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA/LNE pour le niveau 2 de MADININAIR en 2017

En conclusion, pour 2017, 156 étalonnages ont été effectués par le LCSQA/LNE pour les niveaux 2 de France métropole et 27 pour le niveau 2 MADININAIR.

La diminution du nombre d'étalonnages par rapport à l'année 2016 est due au fait que le LCSQA/IMT Lille Douai a arrêté ses activités de raccordement pour le réseau ATMO Hauts de France en juin 2017 et que les niveaux 2 AIR PACA et ATMO Aura ne font plus raccorder d'étalons de NO₂.

3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2017

Compte-tenu du nombre de bouteilles de COV utilisées par les AASQA qui est relativement faible et afin d'éviter de créer une nouvelle chaîne inutilement lourde à gérer, la procédure suivante a été adoptée en concertation avec le ministère en charge de l'environnement : les fractions molaires des bouteilles neuves achetées par les AASQA sont systématiquement déterminées par le LCSQA/LNE. Ces bouteilles peuvent ensuite être titrées à nouveau à la demande des AASQA.

Depuis août 2011, le LCSQA/LNE certifie les fractions molaires d'éthylbenzène, de m-xylène et de p-xylène en plus du benzène, du toluène et de l'o-xylène pour les mélanges gazeux de BTEX des AASQA.

Le tableau 3 ci-après fait un bilan des AASQA s'adressant directement au LCSQA/LNE et du nombre de raccordements BTEX effectués par le LCSQA/LNE pour l'ensemble des AASQA en 2017.

Nom de l'AASQA	Matériel étalonné	Nombre de raccordements effectués
ATMO Aura	Bouteille de BTEX	1
AIRPARIF	Bouteille de BTEX	9
ATMO Grand-Est	Bouteille de BTEX	3
AIR PL	Bouteille de BTEX	2
AIR PACA	Bouteille de BTEX	4
ATMO Nouvelle-Aquitaine	Bouteille de BTEX	2
ATMO Normandie	Bouteille de BTEX	1

Tableau 3 : Bilan des raccordements BTEX effectués par le LCSQA/LNE en 2017 pour l'ensemble des AASQA

Le tableau 3 montre qu'en 2017,

- 7 AASQA se sont adressés au LCSQA/LNE pour le raccordement de leurs bouteilles de BTEX ;
- 22 étalonnages BTEX ont été réalisés par le LCSQA/LNE pour ces AASQA.

3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA/INERIS

Le tableau 4 fait état des raccordements effectués pour le LCSQA/INERIS en 2017.

Matériel testé	Fraction molaire	Nombre de raccordements effectués
Bouteille de NO	60 nmol/mol	3
Bouteille de NO	200 nmol/mol	3
Bouteille de NO	800 nmol/mol	4
Bouteille de SO ₂	50 nmol/mol	4
Bouteille de SO ₂	200 nmol/mol	6
Bouteille de CO	3 µmol/mol	3
Bouteille de CO	9 µmol/mol	3
Bouteille de CO	15 µmol/mol	2
Bouteille de NO ₂	100 nmol/mol	3
Bouteille de NO ₂	200 nmol/mol	4
Bouteille de NO ₂	300 nmol/mol	1
Générateur d'ozone	-	2

Tableau 4 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA/LNE pour le LCSQA/INERIS en 2017

Le tableau 4 montre que le LCSQA/LNE a réalisé 38 raccordements pour le LCSQA/INERIS en 2017.

3.4 Raccordements de l'ORA

Le LCSQA/LNE a raccordé en novembre 2017 les étalons de l'ORA, à savoir :

- 5 raccordements en NO (200 nmol/mol),
- 5 raccordements en SO₂ (100 nmol/mol),
- 4 raccordements en CO (9 µmol/mol),
- 1 raccordement en ozone.

3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2017 par le LCSQA/LNE

Le nombre de raccordements effectués en 2017 par le LCSQA/LNE est reporté dans le tableau ci-après.

	Nombre annuel d'étalonnages						
	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	180	181	180	180	185	180	156
Raccordements Madinair	13	27	14	27	27	26	27
Raccordements BTEX	33	23	25	26	30	31	22
Raccordements LCSQA	39	32	44	36	33	32	38
Raccordements ORA	7	4	4	3	12	14	15
Raccordements « Air zéro »	-	-	8	18	18	1	0
Somme des raccordements	272	257	275	290	305	284	258

Tableau 5 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA/LNE depuis 2011

Le tableau 5 montre que globalement le LCSQA/LNE a effectué 258 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX, air zéro) en 2017.

La diminution du nombre d'étalonnages Niveau 1/Niveaux 2 par rapport à l'année 2016 est principalement due aux deux éléments suivants :

- Le LCSQA/IMT Lille Douai a arrêté ses activités de raccordement pour le réseau ATMO Hauts de France en juin 2017 ;
- Les niveaux 2 AIR PACA et ATMO Aura ne font plus raccorder d'étalons de NO₂.

4. BILAN DE LA REUNION LCSQA/LNE - NIVEAUX 2 DU 17 JANVIER 2018

Une réunion a été organisée entre le LCSQA/LNE et les niveaux 2 le 17 janvier 2018 en présence d'Eva Leoz, directrice exécutive du LCSQA..

L'objectif de cette réunion était de refaire un point sur l'organisation de la chaîne nationale d'étalonnage, compte tenu de la nouvelle organisation géographique des régions suite à la régionalisation (quels niveaux 3 se raccordent à quels niveaux 2 ?), quels étalons à raccorder par le niveau 1 et avec quelle fréquence ?... (cf. compte-rendu en annexe 1).

La principale décision a porté sur la périodicité de raccordement entre le Niveau 1 et les Niveaux 2 qui passe de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃).

5. SYNTHÈSE DES PROBLÈMES RENCONTRÉS EN 2017

5.1 Dysfonctionnements des analyseurs NO-NO_x type 42i et 42c dans le cadre de la chaîne d'étalonnage NO et NO₂

5.1.1 Perte d'efficacité du convertisseur au molybdène

Il a été constaté une perte d'efficacité du convertisseur au molybdène de l'un des analyseurs de NO/NO_x (ANA 0085) le 25 avril 2017, ce qui a engendré une dérive des valeurs affichées par l'appareil.

Le four convertisseur a été démonté et une cartouche neuve a été installée. La tubulure « permapur » assurant le séchage du gaz échantillon a été également remplacée.

Les tests réalisés après cette maintenance ont montré que le problème était résolu.

5.1.2 Apparition d'une alarme sur le débit de prélèvement

Plusieurs fois au cours de l'année 2017, le débit de prélèvement s'est mis en alarme, car le débit était trop faible et/ou la pression trop basse dans la chambre de mesure.

Les actions mises en œuvre pour résoudre ces problèmes sont résumées dans le tableau ci-après.

Référence de l'analyseur	Date du problème	Action réalisée
ANA 0003	22 mai 2017	Remplacement de la membrane de la pompe
ANA 0085	27 juin 2017	Nettoyage de la membrane de la pompe et serrage
	29 septembre 2017	Nettoyage des capillaires
	27 novembre 2017	Nettoyage des capillaires
ANA 0088	6 décembre 2017	Nettoyage des capillaires

Tableau 6 : Bilan des actions menées sur les analyseurs de NO/NOx suite à la mise en alarme du débit de prélèvement

5.1.3 Apparition de valeurs de background anormalement élevées

Le 21 décembre 2017, il a été constaté des valeurs de background anormalement élevées pour l'un des analyseurs de NO/NOx (ANA 0088) après réalisation de son zéro.

Après investigation, une fuite a été détectée au niveau du manodétendeur faible volume équipant la bouteille du mélange gazeux de référence préparé par gravimétrie par le LCSQA/LNE. Ce dernier a été remplacé par un autre manodétendeur.

De plus, les capillaires de la chambre de réaction ont été démontés et les joints inspectés et/ou changés.

5.1.4 Autres anomalies

D'autres anomalies sont apparues sur l'analyseur de NO/NOx référencé ANA 0003 à la fin du mois de novembre 2017 sans qu'il y ait déclenchement d'une alarme de l'appareil :

- Apparition d'une valeur de background élevée sur la voie NOx, ainsi que d'une dérive des valeurs affichées,
- Bruit anormal de frottement au niveau de la pompe de prélèvement.

La pompe de prélèvement a donc été remplacée par une pompe en bon état, en provenance d'un analyseur réformé. Le problème de dérive n'est pas réglé à ce jour. La chambre de réaction et le Peltier seront entièrement démontés pour nettoyage et remplacement des joints en début d'année 2018, suite à la réception des pièces de rechange.

5.2 Dysfonctionnements dans le cadre de la chaîne d'étalonnage CO

5.2.1 Problème de communication informatique

A plusieurs reprises en 2017, des anomalies de communication ont été constatées entre le programme automatisé du banc d'étalonnage pour le CO et les appareils asservis (débitmètre Molbox/Molbloc et analyseur ANA 0049), ce qui se traduisait par :

- Un refus des instruments de réaliser certaines commandes, nécessitant alors de répéter la commande,
- Des échecs du programme informatique et des pertes de données d'étalonnage mémorisées suite à un refus de commande.

5.2.2 Erreur d'initialisation

Le 10 janvier 2018, une erreur d'initialisation a été signalée lors de la mise sous tension du débitmètre Molbox/Molbloc gérant le débit du mélange gazeux de référence.

Le problème est en cours de traitement.

5.2.3 Affichage aberrant

A 2 reprises au cours de l'année 2017, l'affichage de l'analyseur de CO référencé ANA 0049 était aberrant et instable.

Un défaut d'alignement d'un miroir au niveau de la cellule de mesure a été constaté. Un ajustement effectué manuellement a permis de retrouver un affichage stable et juste.

5.3 Dysfonctionnements de la balance à suspension électromagnétique NO₂

5.3.1 Blocage du fléau interne de la balance en position haute

Le fléau interne de la balance a été retrouvé bloqué en position haute (aimant permanent « collé » sur la bobine magnétique située au-dessus) à plusieurs reprises (9 mai, 18 septembre et 5 octobre 2017). Le tube à perméation ne pouvant plus être manœuvré, la pesée n'était plus possible.

La cellule en verre de la balance a donc été démontée pour décrocher l'aimant permanent sans coupure de la thermorégulation, puis le tube à perméation a été remis en place. Le logiciel pilote a été réinitialisé. Ces différentes opérations ont nécessité 2 jours d'immobilisation du système pour le rééquilibrage du tube à perméation.

5.3.2 Décrochage du tube à perméation

Le tube à perméation de NO₂ a été retrouvé décroché du fléau interne de la balance à deux reprises (24 juillet et 6 octobre 2017). Ceci survient généralement lors d'une microcoupure de courant qui génère une secousse du fléau. La pesée du tube n'est alors plus possible.

Ceci a nécessité le démontage de la cellule en verre de la balance sans interruption de la thermorégulation, puis le tube à perméation a été remis en place. Cette opération a conduit à une immobilisation de 2 jours du système pour le rééquilibrage du tube à perméation.

5.3.3 Mise en alarme du débitmètre massique

Le 6 novembre 2017, le débitmètre massique assurant le balayage du tube à perméation s'est mis en alarme suite à une coupure de courant prolongée. Le débit de balayage était donc stoppé, provoquant un déséquilibre du tube.

Le système a donc été remis sous débit d'azote, conduisant à un rééquilibrage du tube durant trois jours, ce qui a empêché son utilisation pour la réalisation des étalonnages pendant cette période.

5.3.4 Mise en alarme prolongée du bain thermostaté

Durant les congés de Noël, il s'est produit une mise en alarme prolongée du bain thermostaté ; celle-ci pouvait provenir soit d'une baisse du niveau d'huile ou d'une coupure de courant prolongée. En fonction de l'origine de l'alarme, la régulation en température est stoppée ou perturbée.

Ce dysfonctionnement n'a pu être constaté que le 2 janvier 2018. La régulation fonctionnait toujours, mais à une température voisine de 19.5°C.

Il a donc été rajouté du liquide caloporteur pour relancer la régulation à 21°C.

5.3.5 Remise en cause des raccordements en NO₂ d'APL et d'ATMO Grand-Est

Les raccordements en NO₂ des 8/6/2017 et du 16/5/2017 ont été remis en cause par APL et ATMO Grand-Est. Les écarts constatés étaient liés à un changement de tube à perméation.

Afin de ne plus rencontrer ce problème, il a été décidé de réaliser une vérification hebdomadaire par le biais de l'étalonnage d'un mélange gazeux du LCSQA/LNE, permettant ainsi la validation du bon fonctionnement du banc NO₂.

5.4 Panne de climatisation dans le laboratoire d'étalonnage du LCSQA/LNE (laboratoire 218)

Le 6 septembre 2017, il a été constaté un arrêt complet du système de climatisation (aucun débit d'air dans le laboratoire 218).

Le dysfonctionnement a été signalé à l'équipe de maintenance. Il a alors été décidé d'ajourner les étalonnages prévus.

La température dans le laboratoire 208 a régulièrement dépassé la consigne de 23°C durant l'année 2017, ce qui a conduit à l'ouverture d'une fiche de dérogation dans le système qualité du LNE.

5.5 Dysfonctionnement du banc d'étalonnage pour l'ozone (photomètre NIST)

En juin 2017, il a été constaté un dysfonctionnement du générateur d'air zéro de marque Thermo, conduisant à la présence de traces d'ozone dans l'air délivré dans le banc de mesure.

L'appareil a été envoyé pour réparation au SAV de la société MEGATEC.

Durant la période de réparation du générateur d'air zéro, il a été utilisé l'air zéro en provenance du réseau du laboratoire 218, ce qui a augmenté la consommation de bouteilles d'air et donc le budget lié à l'achat des gaz.

5.6 Dysfonctionnements de l'alimentation électrique (coupures électriques)

Une coupure électrique est survenue le 12/12/2016. Les tubes à perméation de SO₂ (TUB 0033 et TUB 0098) n'étaient donc plus sous balayage d'air. Une non-utilisation de ces tubes pendant deux jours a été décidée pour ne pas prendre de risque sur la justesse des mélanges gazeux de référence générés avec ces tubes.

Une nouvelle coupure est survenue le 19/2/2017 sans conséquences avérées.

Une micro-coupure intervenue le 5/7/2017 n'a pas eu de conséquences avérées si ce n'est de devoir recommencer les étalonnages en cours.

6. ANNEXE : COMPTE-RENDU DE LA REUNION LCSQA/LNE - NIVEAUX 2

Date : 17 janvier 2018

Horaires : 10h00 – 16h00

Lieu : LNE, 1 rue Gaston Boissier, 75015 Paris

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

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

1. ORGANISATION NIVEAUX 2 / NIVEAUX 3

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

1) Niveau 2 LIM-Atmo Grand EST :

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

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

Quelques chiffres :

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

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

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

2) LCSQA/IMT Lille Douai :

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

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

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

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

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

3) Niveau 2 ATMO Aura :

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

Quelques chiffres :

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

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

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

4) Niveau 2 Airparif :

Le niveau 2 d'AIRPARIF effectue le raccordement des :

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

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

Quelques chiffres :

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

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

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

5) Niveau 2 Air PACA :

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

- Etalons d'AIR PACA
- Etalons de Qualitair Corse

Quelques chiffres :

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

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

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

6) Niveau 2 ATMO Occitanie

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

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

Quelques chiffres :

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

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

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

7) Niveau 2 Air Pays de Loire

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

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

Quelques chiffres :

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

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

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

Bilan :

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

Actions :

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Actions :

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

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

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

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

Actions :

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

Discussion sur la dématérialisation des certificats d'étalonnage :

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

Action :

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

Question sur les fiches de sécurité (FDS) :

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

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

Action :

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

3. REX SUR LA CHAÎNE NATIONALE D'ÉTALONNAGE

Problèmes de matériel au LCSQA/LNE :

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

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

Problèmes rencontrés par le LIM-Atmo Grand EST :

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

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

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

Problèmes rencontrés par ATMO Occitanie :

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

Problèmes rencontrés par AIR PL :

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

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

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

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

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

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

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

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

Action :

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

5. POINT SUR LES AUDITS INTERNES DES NIVEAUX 2

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

Actions :

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Suite aux discussions, 2 résolutions sont proposées.

Proposition de résolution n°1:

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

Proposition de résolution n°2:

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

Actions :

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

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

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

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

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

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

Actuellement, AIR PACA travaille avec des étalons à 1 $\mu\text{mol/mol}$. Néanmoins, il serait souhaitable, au vu des niveaux de NH_3 mesurés en air ambiant, de disposer d'étalons avec des fractions molaires bien inférieures à 1 $\mu\text{mol/mol}$ à condition que cela soit compatible avec leur stabilité au cours du temps et leur durée de vie.

Airparif explique vouloir commencer des travaux à des niveaux compris entre 200 nmol/mol à 1 $\mu\text{mol/mol}$.

Les niveaux 2 souhaiteraient que dans une deuxième étape, le LCSQA/LNE développe une méthode pour déterminer les impuretés de BTX, NH_3 et H_2S dans l'air zéro.

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

Les autres besoins à venir porteraient sur H_2S (ATMO AURA, AIR PACA, ATMO Occitanie, AIR PL), Hg (LIM-Atmo Grand EST), COV (les AASQA pourraient communiquer la liste des besoins).

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

Concernant le CO_2 , le LCSQA/LNE a fait les développements nécessaires et la stabilité a été suivie. Le LCSQA/LNE n'est pas accrédité pour le CO_2 , mais il dispose de CMC (calibration and measurement capabilities) pour ce composé au niveau international (base BIPM). Le COFRAC commence à être sensibilisé à l'existence de ces CMC.

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

Action :

- Les niveaux 2 font parvenir au LCSQA/LNE les valeurs de NH_3 mesurées en air ambiant.

ANNEXE 1



X43-056

Air PACA

REX sur la méthode

- Vérification du réglage de l'analyseur (au début et en fin d'étalonnage)

- Aucune dérive invalidante constatée depuis de nombreuses années

→ *Evolution vers une vérification conditionnelle du réglage de l'analyseur ??*

- Réglage au voisinage de la concentration de l'objet à raccorder

→ Quid de l'autorisation d'un réglage en 1 point pour une gamme d'étalonnage en tenant compte de la linéarité de l'analyseur dans le budget des incertitudes.

Cas de l'O₃ par exemple : U > à la méthode X43-056 sur toute la gamme pour un réglage fait à 100 ppb mais reste << 5 % (CEN) :

Exemple en considérant $u^2(\text{lin}) = 1\%$ Célal ajouté à la variance composée :

□ À 50 ppb : U = 1,7 ppb au lieu de 1,6 ppb (X43-056)

□ À 240 ppb : U = 7,2 ppb au lieu de 5,5 ppb (X43-056)

- Réglage au zéro systématique :

→ Quid du CO₂ fonctionnant sur une plage de mesure « haute », pas simple pour le NH₃ par exemple.



X43-056— Prise en compte de nouvelles composantes ?

Air PACA

Résolution AR2

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

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

Exemple pour du NO, résolution à l'entier :

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

Dérive de l'AR2

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

2 GT LN2

01/2018

www.airpaca.org



X43-056 – Petite interrogation...

Air PACA

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

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

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

Modèle

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

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

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

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

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

→ $u^2(\bar{C}_{ET}) =$

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

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

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

3 GT LN2

01/2018

www.airpaca.org



X43-056– Petite interrogation...

AIR PACA

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

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

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

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

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

4- dt LN2

01/2018

www.airpaca.org



direction et secrétariat du LCSQA

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