



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l’Air

**MINES DOUAI
DEPARTEMENT SCIENCES DE L’ATMOSPHERE ET GENIE DE
L’ENVIRONNEMENT**

**Programme financé par la
Direction Générale de l'Energie et du Climat (DGEC)**

2016

MAINTIEN ET AMELIORATION DES CHAINES NATIONALES D'ETALONNAGE (*ANALYSEURS AUTOMATIQUES DE PM*)

F. MATHE, B. HERBIN

**(MINES DOUAI - DEPARTEMENT SCIENCES DE L’ATMOSPHERE ET GENIE DE
L’ENVIRONNEMENT)**



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

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de Mines Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer (MEEM). 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 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.

TABLE DES MATIERES

RESUME	7
1. INTRODUCTION	9
2. MOYENS MIS EN ŒUVRE	9
3. RESULTATS	12
3.1 Vérification du débit de prélèvement.....	12
3.2 Vérification de la constante d'étalonnage de la microbalance	14
3.3 Vérification de la linéarité de microbalance	15
3.4 Contrôle de cales étalon pour jauges radiométriques MP101M.....	19
3.5 Vérification de la linéarité de jauges radiométriques MP101M.....	20
3.6 Vérification de la réponse de jauges radiométriques BAM 1020	22
4. CONCLUSION	28
ANNEXE.....	29

Sous l'impulsion du ministère en charge de l'Environnement, la « chaîne nationale d'étalonnage » a été conçue et mise en place afin de garantir la traçabilité et la cohérence des mesures réalisées dans le cadre de la surveillance de la qualité de l'air pour les principaux polluants atmosphériques gazeux réglementés (SO₂, NO/NO_x/NO₂, O₃, CO et les BETX - benzène, toluène, éthylbenzène et o,m,p-xylènes. Dans le cas des particules, en l'absence d'étalons primaires nationaux, il s'avère impossible d'effectuer comme pour les gaz un raccordement direct des analyseurs automatiques en station de mesure aux étalons de référence nationaux. Les objectifs de la mise à disposition par Mines Douai de moyens de contrôle de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant par voie automatique sont les suivants:

- fournir aux AASQA un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, le bon fonctionnement de leurs analyseurs automatiques (microbalances à variation de fréquence, jauges radiométriques),
- vérifier la conformité du débit de prélèvement des appareils par le biais d'une procédure commune et, donc de permettre une comparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans ces travaux),
- tester la linéarité des appareils ou la réponse à un autre niveau de la gamme de mesure d'appareillage dans des conditions respectant les servitudes d'utilisation préconisées par le fabricant, à savoir dans une gamme de valeurs correspondant à l'empoussièrément usuel observé sur un site de mesure.

En 2016, la mise à disposition des cales étalon pour vérification sur site du bon fonctionnement des analyseurs automatiques de PM sur site met en évidence le comportement correct de l'ensemble des appareils contrôlés. En 2016, 16 mises à disposition ont été effectuées.

Le respect de la consigne pour le débit de prélèvement est globalement constaté (moyenne de valeur absolue d'écart de $1,31 \pm 0,35\%$ pour 43 appareils vérifiés soit environ 5 % du parc d'analyseurs automatiques actuellement en station de mesure). Les essais montrent un comportement correct de l'ensemble des appareils contrôlés.

Concernant le contrôle de la constante d'étalonnage de la microbalance, la moyenne de la valeur absolue de l'écart observée en AASQA (MVAE) varie entre 0,43 et 0,82% (soit pour l'ensemble des AASQA contrôlées une moyenne $\pm$ écart-type de $0,70 \pm 0,20\%$). L'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre 0 et +2,77 % pour 69 appareils contrôlés (soit environ 13% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure).

Le contrôle de la linéarité montre l'excellent comportement des appareils sur ce paramètre, que ce soit en configuration en continu (TEOM 50°C) ou séquentielle (avec le module 8500, en version 1504-F ou DF): le coefficient de régression moyen R^2 varie de 0,9999 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine moyennes de la droite de régression varient respectivement de 0,9905 à 1,0076 et de - 113 à - 7, sachant que 28 appareils ont été contrôlés sur ce paramètre (soit environ 5% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure).

Concernant les jauges radiométriques MP101M de marque Environnement SA et BAM 1020 de marque Met One, un contrôle de cale étalon d'AASQA (vérification par le LCSQA-MD des valeurs de cales étalon d'appareils d'AASQA) ainsi qu'une mise à disposition de cales étalon permettant le contrôle sur site de l'étalonnage de jauges ainsi que leur linéarité ont été assurés. L'évaluation de cales d'AASQA faite sur l'appareil de référence du LCSQA-MD, préalablement étalonné et contrôlé par un couple de cales spécifiques a donné des résultats satisfaisants : l'écart maximum constaté a été de +2,8% sur la cale contrôlée (par rapport à la valeur annoncée par le fabricant), montrant la stabilité de ce type d'outil).

Comme pour la microbalance, le contrôle de la linéarité montre le comportement satisfaisant des jauges sur ce paramètre. Concernant la MP101M, le coefficient de régression moyen R^2 varie entre 0,9996 et 1, la pente et l'ordonnée à l'origine moyennes de la droite de régression varient respectivement de 1,01 à 1,05 et de - 2 à - 19, sachant que 8 appareils ont été contrôlés sur ce paramètre (soit environ 7 % du parc de jauges MP101M actuellement en station de mesure). Pour la BAM 1020, le test du protocole élaboré par le LCSQA-MD montre sa faisabilité et sa robustesse. Le coefficient de régression moyen R^2 varie entre 0.9994 et 0.9997, la pente et l'ordonnée à l'origine moyennes de la droite de régression varient respectivement de 0,9617 à 1,0251 et de +3,3 à +4,4 pour 9 appareils contrôlés (soit environ 5% du parc de jauges de ce type actuellement en station de mesure). Ce test a permis de proposer des critères de jugement de la linéarité pour la BAM.

Le comportement de cette « chaîne de contrôle pour la mesure des particules » mise en place par le LCSQA-MD peut être qualifié de satisfaisant. Les résultats obtenus pour les microbalances TEOM (concernant les paramètres débit de prélèvement, étalonnage et linéarité) et pour les radiomètres bêta MP101M et BAM 1020 (concernant le contrôle de moyens d'étalonnage) sont des éléments probants de l'Assurance Qualité / Contrôle Qualité (QA/QC) appliquée aux analyseurs automatiques de particules en suspension et sont des sources d'information nécessaires dans le cadre du calcul de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil. Le maintien et l'extension du programme QA/QC pour les analyseurs automatiques de particules rentrent dans les missions pérennes du LCSQA dans le cadre de la coordination technique du Dispositif National de Surveillance de la Qualité de l'Air.

1. INTRODUCTION

Les objectifs de la mise à disposition par le LCSQA-MD de moyens de contrôle des mesures de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants :

- Fournir aux AASQA un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, l'étalonnage de leurs analyseurs automatiques (microbalances à variation de fréquence et jauges radiométriques),
- Vérifier les caractéristiques métrologiques suivantes (justesse de l'étalonnage, linéarité/réponse à différents niveaux de concentration et débit de prélèvement de l'appareil) par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une comparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude).

Pour mémoire, fin 2016, le parc d'analyseurs automatiques de particules (en site fixe, moyen mobile ou matériel de secours) se répartissait de la manière suivante :

- 130 TEOM 1400AB à 50°C (dont a minima¹ 27 en PM_{2.5})
- 246 TEOM-FDMS (dont a minima 54 en PM_{2.5})
- 154 1405-F (dont a minima 32 en PM_{2.5})
- 9 1405-DF (appareils mesurant PM₁₀ et PM_{2.5})
- 113 jauges radiométriques MP101M (dont a minima 13 en PM_{2.5})
- 169 jauges radiométriques BAM 1020 (dont a minima 25 en PM_{2.5})

Soit un total de 821 appareils (539 microbalances et 282 jauges radiométriques) dont a minima 160 mesurent les PM_{2.5}.

2. MOYENS MIS EN ŒUVRE

L'objectif principal est de contrôler sur site, avec un matériel adéquat, le débit de prélèvement, l'étalonnage ou la linéarité des analyseurs automatiques.

Des procédures spécifiques d'utilisation de cale étalon pour le contrôle de l'étalonnage ou de vérification de la linéarité de l'appareil et de contrôle des débits d'appareil sont fournies aux AASQA avec le matériel de mise en œuvre.

Chaque cale étalon est accompagnée d'un constat de vérification.

Concernant le contrôle de débit, l'AASQA utilise ses propres moyens de mesure de débit (ex : débitmètre volumique à piston marque BIOS type DRYCAL ou par dépression marque Streamline type Pro Multical System).

¹ La notion « a minima » vient du fait que la tête de prélèvement (PM₁₀, PM_{2.5}) n'est pas toujours spécifiée pour un appareil dans l'outil Gestion'Air

Pour la microbalance à variation de fréquence, le principe général de la comparaison est le suivant :

1. Détermination de la masse m_0 de la cale étalon pour microbalance au laboratoire du LCSQA-MD.
2. Transmission de la cale étalon à l'AASQA avec communication de la masse m_0 correspondante.
3. Utilisation par l'AASQA sur ses appareils (détermination de la constante de réglage K_0).
4. Calcul de l'écart relatif $\frac{K_{0\text{ station}} - K_{0\text{ calcul}}}{K_{0\text{ station}}} \times 100$ entre les constantes $K_{0\text{ station}}$ effectivement utilisée dans l'appareil et $K_{0\text{ calcul}}$ calculée lors de l'utilisation de la cale du LCSQA-MD.
5. Au retour au laboratoire du LCSQA-MD, vérification de la masse m_0 de la cale étalon pour TEOM pour confirmation de la valeur communiquée à l'AASQA (tout écart jugé anormal invalide les manipulations).
6. Concernant le débit (quel que soit le type d'appareil), l'écart relatif $\frac{D_0 - D_{\text{mesure}}}{D_0} \times 100$ entre la consigne D_0 de fonctionnement correct ($1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) et le débit D_{mesure} effectivement mesuré par l'AASQA (avec ses propres moyens de contrôle) est calculé.
7. Concernant la linéarité, 3 cales étalons sont fournies (2 dans le cas de la BAM). L'objectif est de mesurer la masse ou masse surfacique de chaque cale à l'aide de l'appareil configurée spécifiquement à cet usage (lecture directe de la masse ou masse surfacique de la cale). Le zéro « vivant » de l'appareil est relevé entre les mesures sur cale.
8. Pour la microbalance, sur la base des résultats des 3 cales et du zéro « vivant », les paramètres de la droite de régression linéaire « Masse mesurée = f(Masse réelle) » sont calculés (coefficient de détermination, pente et ordonnée à l'origine).

La chaîne de contrôle d'étalonnage de microbalance est décrite dans le tableau 1.

Raccordement à la référence nationale par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité (agrément n°2.47)	
Etalon de Transfert et Etalon de référence du LCSQA-MD	Série de 8 masses raccordées 1 fois tous les 2 ans Entre 10 et 500 mg
	Balance dédiée Marque METTLER TOLEDO type UMT2
Dispositif de transfert entre le LCSQA-MD et les AASQA	<u>Contrôle de la constante d'étalonnage :</u> "filtre" de masse connue et raccordée à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 100 \text{ mg}$
	<u>Contrôle de la linéarité de microbalance :</u> Série de 3 "filtres" de masse connue et raccordés à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 95 \text{ à } 105 \text{ mg}$

Tableau 1 : Chaîne d'intercomparaison pour le contrôle de la microbalance

Pour la jauge radiométrique, le principe général de la comparaison est basé sur la détermination de la masse surfacique de la cale à l'aide de la jauge radiométrique du LCSQA-MD (marque Environnement SA, modèle MP101M, n° de série 1185), étalonnée au préalable à l'aide d'une cale de référence (de masse surfacique de l'ordre de 800 à 850 $\mu\text{g.cm}^{-2}$) et vérifiée après utilisation avec une autre cale de référence (de masse surfacique de l'ordre de 870 $\mu\text{g.cm}^{-2}$). Différents matériaux ont été utilisés pour constituer des cales de masse surfacique allant de 350 à 1500 $\mu\text{g.cm}^{-2}$. L'incertitude sur le résultat a été estimée en tenant compte des principales composantes d'incertitude (cale étalon de référence, caractéristiques métrologiques de l'instrument de mesure...). La vérification est faite manuellement en suivant la procédure du constructeur. La comparaison entre les mesures et les valeurs de référence est alors effectuée.

Concernant la jauge radiométrique BAM 1020 de Met One, si le principe de mesure reste de l'absorption de rayonnements électromagnétiques, le fonctionnement de l'appareil diffère de celui de la jauge MP101M d'Environnement SA. La source et le détecteur sont fixes² alors que la source est mobile dans le cas de la MP101M³. S'agissant du contrôle de l'étalonnage, la MP101M utilise le principe d'une cale externe avec utilisation manuelle par l'opérateur alors que la BAM possède une cale intégrée (aux environs de 800 $\mu\text{g.cm}^{-2}$) sur laquelle une mesure automatique est faite toutes les heures (cf. figure 1) :

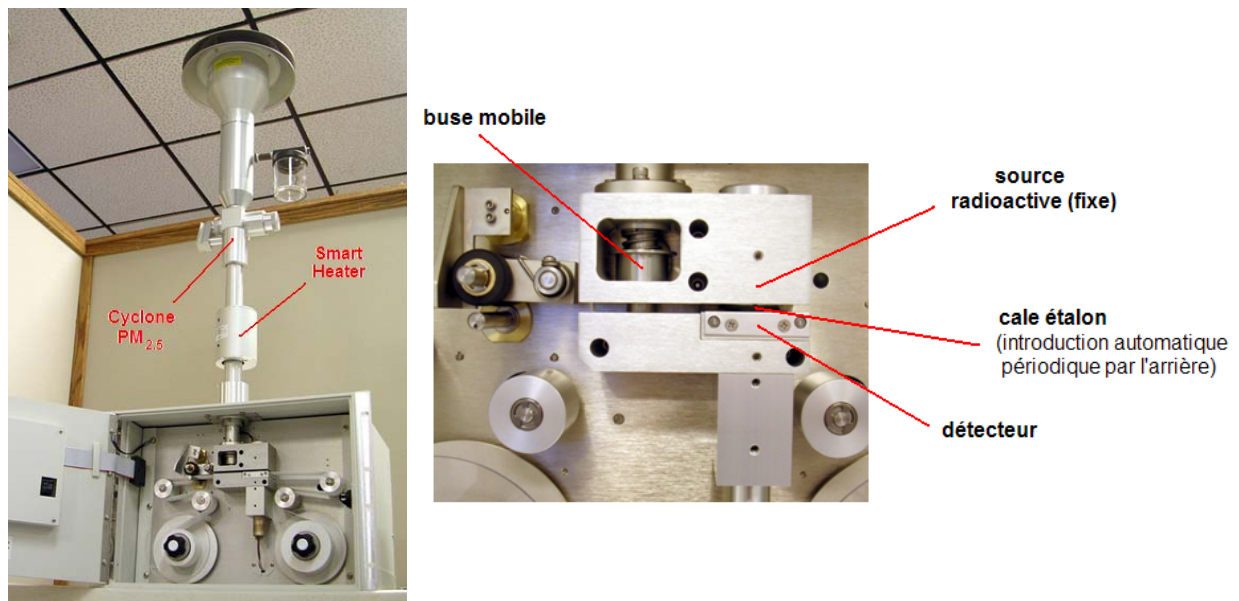


Figure 1 : la jauge BAM 1020 de Met One (vue générale et détail)

Un protocole spécifique a été développé (cf. Annexe) sur la base de l'utilisation de 2 cales étalon spécifiques. Il convient de noter que la procédure est plus lourde dans la mesure où il est nécessaire d'intervenir dans l'appareil (échange de cales). Les cales spécifiques sont issues du fabricant Met One (cales de masse surfacique respectivement de 500 et 800 $\mu\text{g.cm}^{-2}$ environ). Un essai pilote a été mené avec l'AASQA Atmo Poitou Charentes (cf. § 3.6).

² Rapport LCSQA « Mesure des particules en suspension par rayonnement bêta » (2007)

³ Rapport LCSQA « Test du nouvel analyseur de particules en suspension par radiométrie bêta MP101M d'Environnement SA » (2004)

3. RESULTATS

Suite à la proposition de mise à disposition des cales étalon transmise aux AASQA en fin d'année n-1 et en cours d'année n, les AASQA désirant recevoir le matériel précisent leurs souhaits (une cale étalon ou un ensemble de vérification de linéarité, date de mise à disposition du matériel).

Le planning de mise à disposition en figure 2 représente l'ensemble des mises à disposition effectuées pour l'année 2016.

Compte tenu de l'ampleur des manipulations (notamment pour les microbalances et les BAM 1020) et des recommandations des guides méthodologiques nationaux⁴, certaines AASQA adoptent une fréquence de mise à disposition d'une fois tous les 2 ans ou préfèrent faire contrôler leurs cales directement par le LCSQA. Dans certains cas, les résultats sont envoyés séparément du matériel mis à disposition.

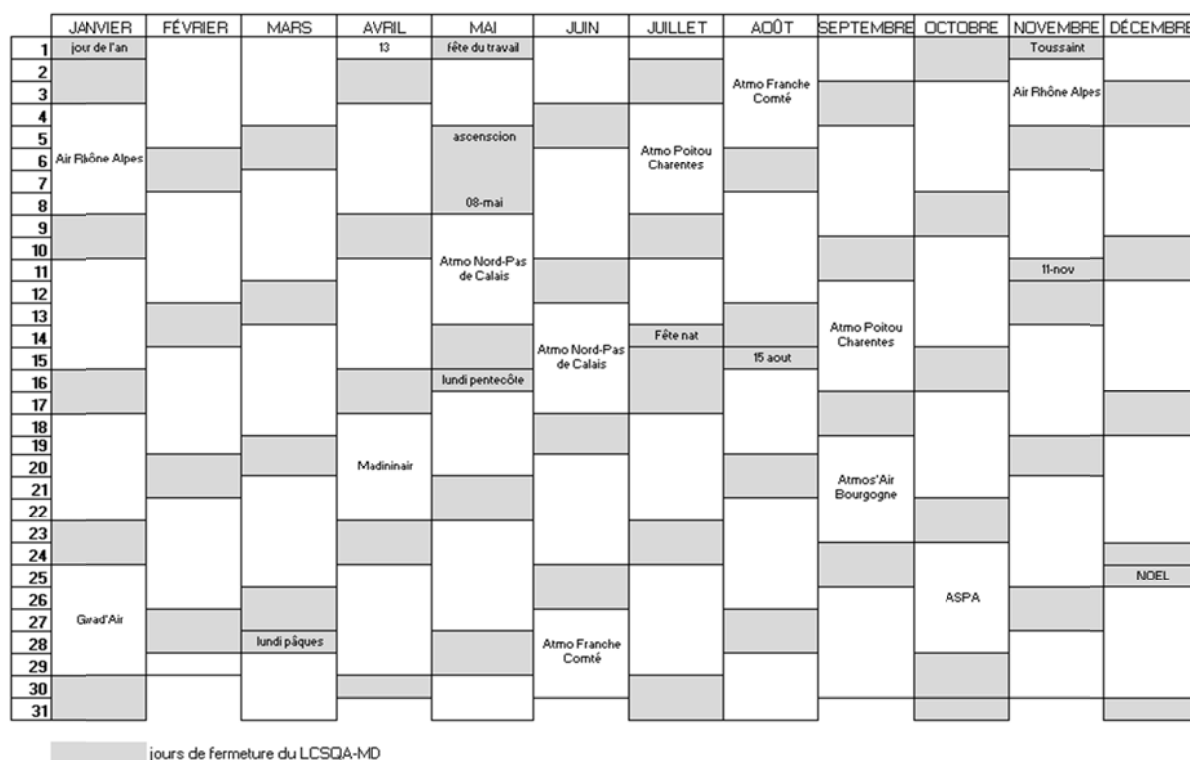


Figure 2 : Planning des mises à disposition de cales étalon pour 2016

3.1 Vérification du débit de prélèvement

La vérification du débit peut se faire de plusieurs façons mais peut présenter des difficultés techniques (mesure en tête de ligne nécessitant un accès sur toit de station parfois délicat, mesure en façade arrière de microbalance nécessitant un démontage parfois peu aisé en station à espace réduit, contrôle de chaque voie dans le cas de la microbalance – FDMS, 1405-F ou 1405-DF). Pour l'année 2016, 5 AASQA ont effectivement contrôlé le débit des analyseurs selon l'une des procédures conseillées par le LCSQA-MD.

⁴ Disponibles dans le Référentiel Technique National (<http://www.lcsqa.org/referentiel-technique-national>)

S'agissant du contrôle des débits des appareils, le tableau 2 et la figure 3 résument les résultats obtenus à ce jour (pour un total de 43 appareils, soit environ 5 % du parc d'analyseurs automatiques actuellement opérationnels dans le dispositif national).

Tableau 2 : Résultats (au 31/12/16) des contrôles du débit principal d'analyseur automatique de particules en suspension

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
ASPA	10	1,60	1,72	4,68	-1,02
MADININAIR	7	0,24	0,24	0,72	-0,12
AIRAQ	13	0,39	1,18	0,18	-4,80
Atmosf'Air	10	0,63	1,27	0,66	-2,82
Gwad'Air	3	0,27	0,13	0,36	-0,33

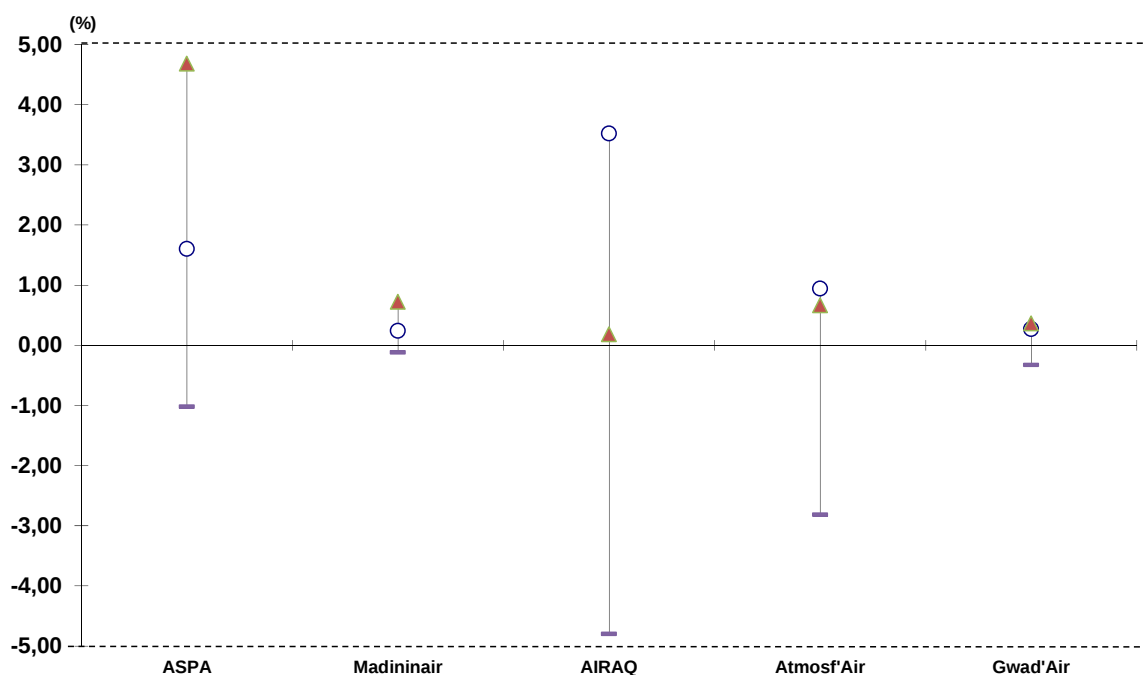


Figure 3 : Evolution de l'écart moyen et des extrêmes constatés en AASQA
(vérification du débit de prélèvement de l'analyseur automatique)

Ces résultats de contrôle sur site d'analyseurs automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant concernent les différents types d'appareils présents sur le parc (microbalance à variation de fréquence - que ce soit le TEOM classique 50°C, le TEOM-FDMS ou le 1405-F – ainsi que la jauge radiométrique MP101M. Il convient de rappeler que le débit doit être fixé à $16,67 \text{ L.min}^{-1}$ ($1 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$) pour respecter le seuil de coupure de la tête de prélèvement et que le contrôle de ce paramètre n'est pas aisé selon la configuration de la station. La moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 3,52 et 0,24% (soit une moyenne $\pm$ écart-type de $1,31 \pm 0,35\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est comprise entre -4,8% et +4,7%.

3.2 Vérification de la constante d'étalonnage de la microbalance

Les résultats obtenus en 2016 sont satisfaisants : la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,43 et 0,82% (soit une moyenne $\pm$ écart-type de $0,70 \pm 0,20\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre + 2,77 et 0%. 69 appareils de 5 AASQA ont été contrôlés (soit environ 13 % du parc de microbalances actuellement en utilisation dans le dispositif national).

Le tableau 3 et la figure 4 résument les résultats obtenus.

Tableau 3 : Résultats (au 31/12/16) des mises à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM (*contrôle de la constante d'étalonnage*)

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
ASPA	5	0,81	0,57	1,63	0,28
Madininair	7	0,88	1,00	0,58	0,32
Atmo NPdC	50	0,70	0,58	2,19	0,01
Atmosf'Air	4	0,43	0,32	0,78	0,12
Gwad'Air	3	0,42	0,50	0,98	0,01

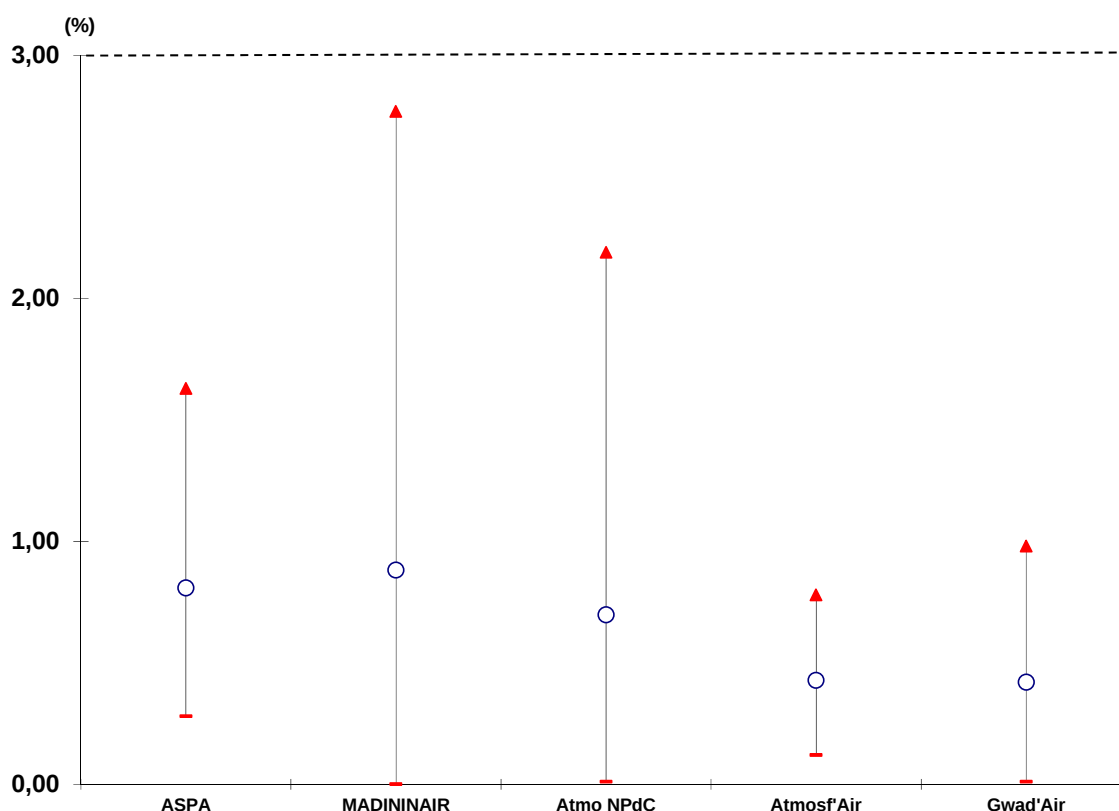


Figure 4 : Evolution de la moyenne de la valeur absolue de l'écart et des extrêmes constatés en AASQA (*vérification de la constante d'étalonnage de microbalance*)

3.3 Vérification de la linéarité de microbalance

L'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse correspondant à une masse accumulée de particules sur un filtre de collecte de microbalance de 10 mg. Pour vérifier cette caractéristique, dans le cas du TEOM classique, la microbalance est configurée dans un mode de fonctionnement spécifique, permettant de changer l'appareil en une balance classique. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse d'un filtre vierge et de la comparer à la masse affichée sur le certificat d'étalonnage du filtre fourni. Pour le FDMS ou le 1405-F, aucune modification n'est apportée, la valeur des fréquences relevées permet de recalculer la masse de la cale et de la comparer avec la valeur certifiée. Pour des raisons pratiques, le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro). Il convient de noter que l'écart de masse entre les différentes cales mises à disposition varie entre 3 et 10 mg. Cette gamme de masse est compatible avec la masse totale de particules prélevées entre 2 maintenances d'appareil, pour un débit d' $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ au total (dont environ 18% pour la partie « mesure » de la microbalance). Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par le LCSQA-MD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (version initiale de 1999). Ces spécifications sont rappelées dans le tableau 4.

Critères statistiques LCSQA-MD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de régression	$R^2 \geq 0,98$
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	$- 250^{(*)} \leq \text{Ordonnée à l'origine} \leq + 250^{(*)}$
Pente de la droite de régression	$0,98 \leq \text{pente} \leq 1,02$

Tableau 4 : Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de TEOM & TEOM-FDMS

(*) : L'amplitude de 500 μg correspond à environ 0,5% de la moyenne des masses des 3 filtres étalon constituant le kit de vérification de linéarité fourni à l'AASQA.

Les résultats montrent le comportement satisfaisant de la microbalance, que ce soit en configuration en continu (TEOM 50°C) ou séquentielle (avec le module 8500 ou en version 1405-F) : le coefficient de régression R^2 varie de 0,9999 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,9905 à 1,0076 et de - 113 à - 7.

Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par le LCSQA-MD ont été respectées. 6 AASQA ont contrôlé sur site 28 appareils sur ce paramètre (soit 5 % du parc de microbalances actuellement en utilisation dans le dispositif national). Les figures 5 à 10 présentent les résultats obtenus.

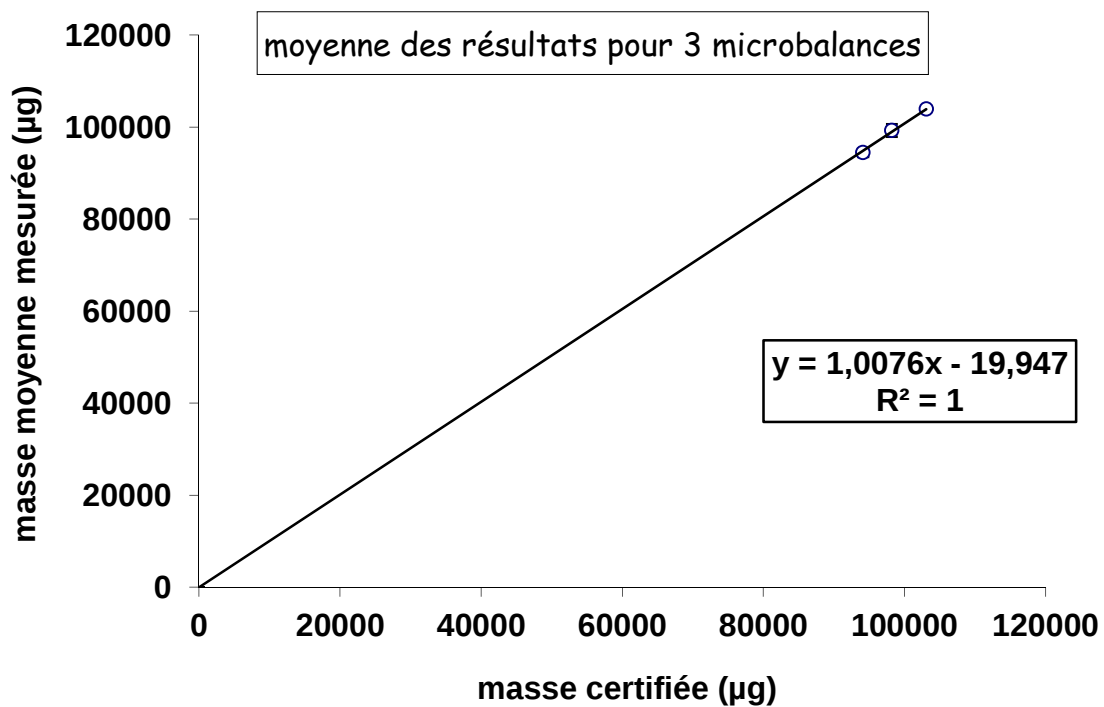


Figure 5 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d' Atmos'Air

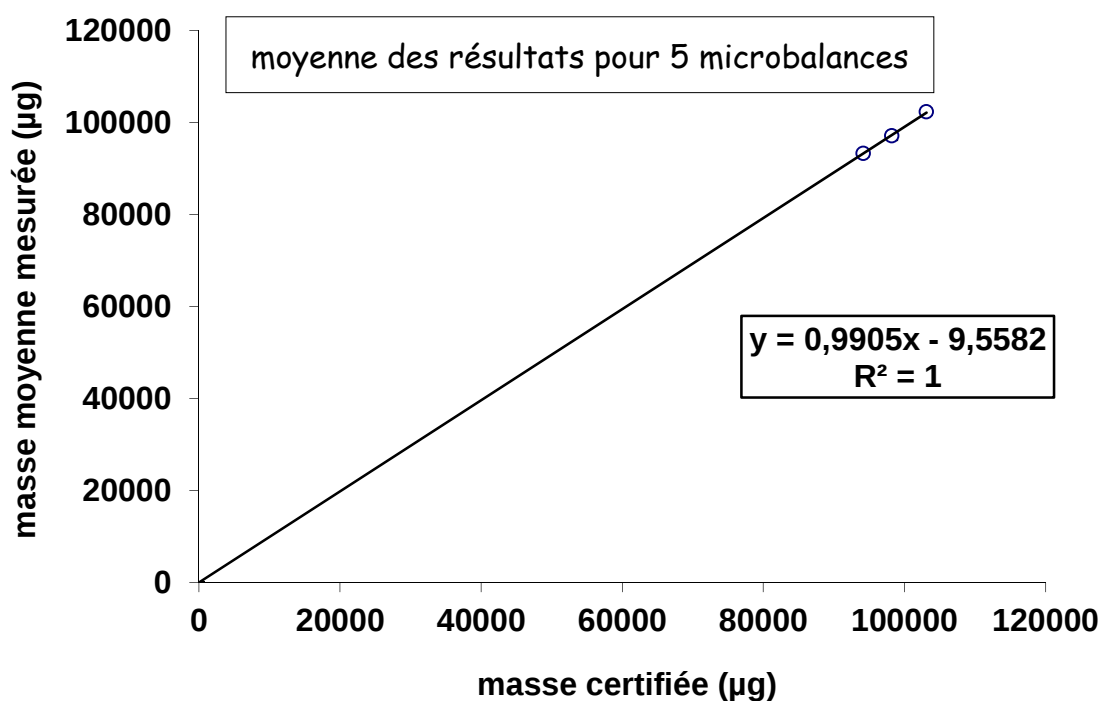


Figure 6 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'Atmo Poitou Charentes

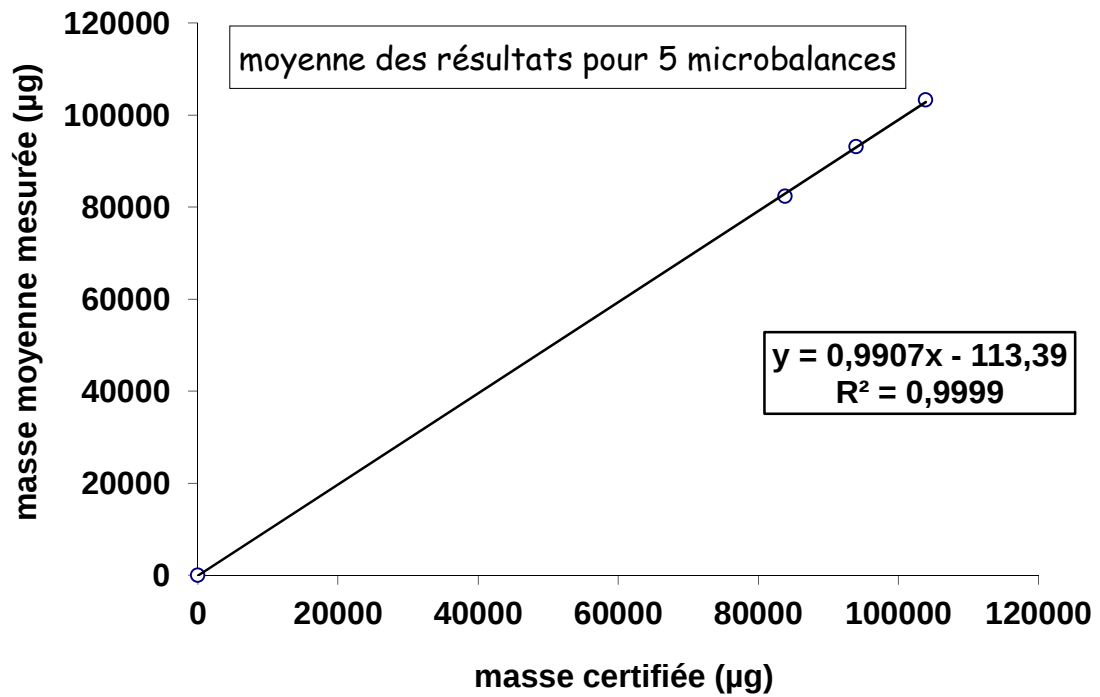


Figure 7 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'ASPA

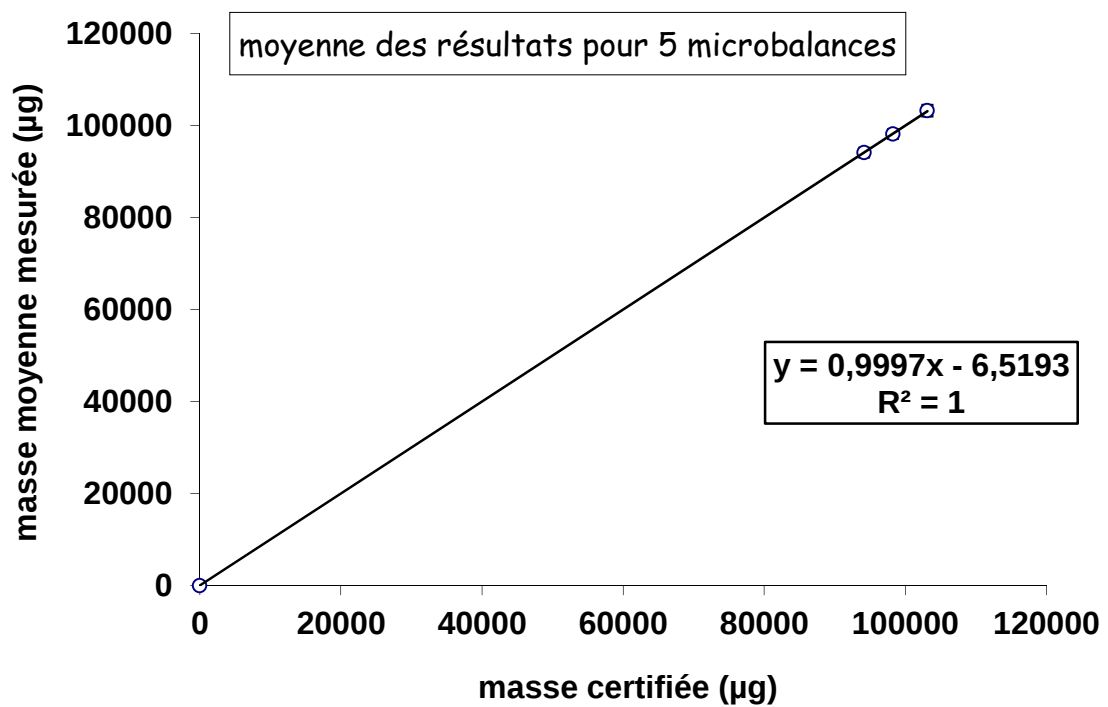


Figure 8 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'Atmo Franche Comté

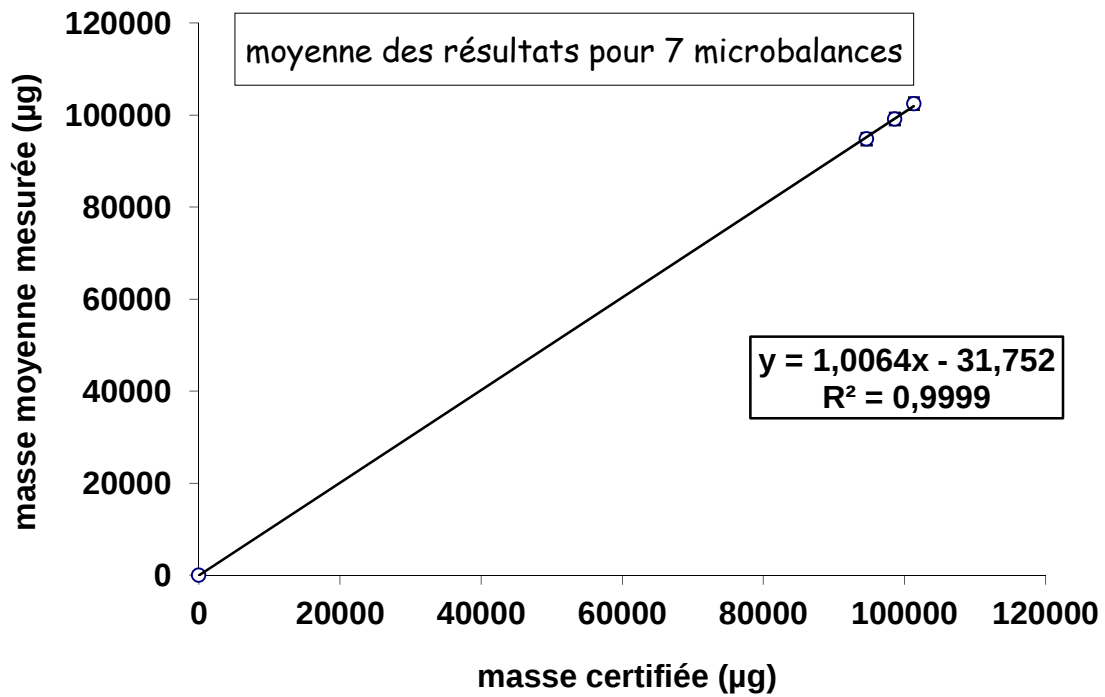


Figure 9 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de Madinair

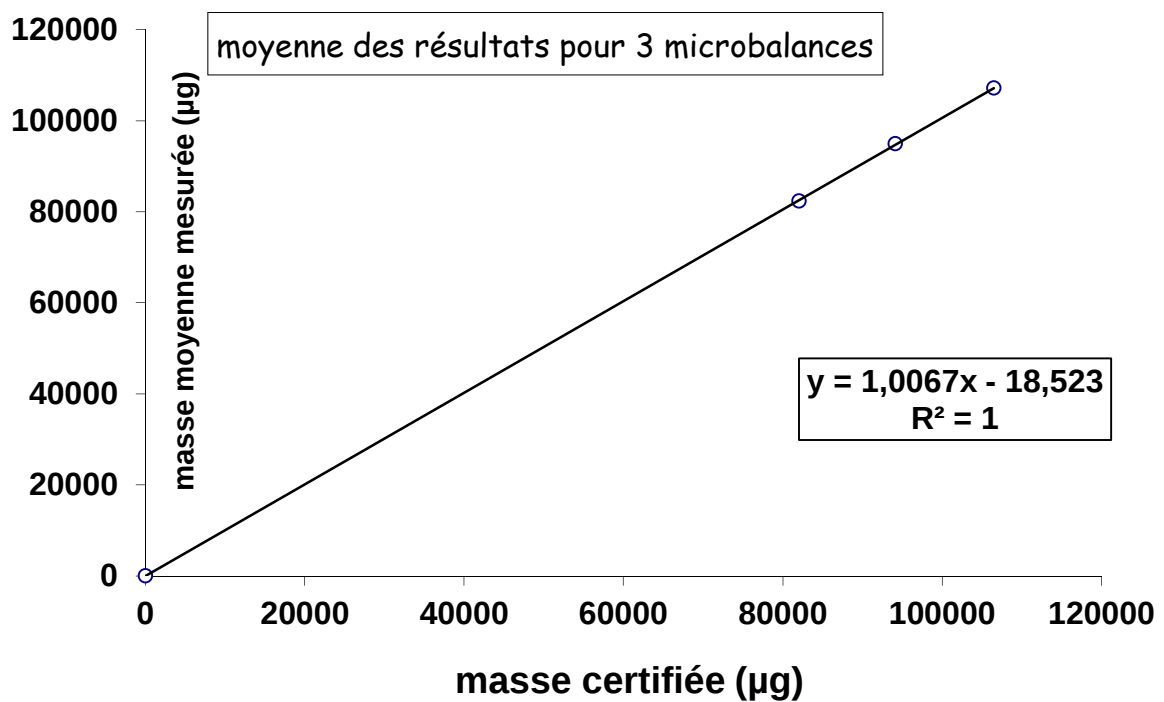


Figure 10 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de Gwad'Air

3.4 Contrôle de cales étalon pour jauges radiométriques MP101M

En 2016, 2 AASQA (ATMO Franche Comté et Air Rhône Alpes) ont demandé au LCSQA-MD de vérifier leurs cales étalons utilisées sur les jauges radiométriques MP101M de marque Environnement SA. Ces cales étalon consistent en une feuille en polymère (de type Mylar) montée sur un support adapté, permettant d'avoir un point de calage et de contrôle exprimé en $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$. Pour les cales étalon de MP101M, la valeur usuelle est de l'ordre de $800 \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$. La surface de lecture du compteur Geiger-Müller étant connue (de l'ordre de 2 cm^2), la connaissance du débit et du temps de prélèvement permet l'expression des résultats en $\mu\text{g}.\text{m}^{-3}$ dans les conditions souhaitées. Il convient de noter que le point de calage des jauges correspond à une concentration de l'ordre de $75 \mu\text{g}.\text{m}^{-3}$ pour un prélèvement journalier.

9 cales étalon ont été contrôlées. Le tableau 5 résume les résultats obtenus.

Tableau 5 : Résultat des vérifications de cale étalon d'ATMO Franche-Comté (ligne n°1) et d'Air Rhône Alpes

Date du contrôle	Valeur annoncée pour la cale ($\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$)	Résultat du contrôle ($\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$)	Ecart par rapport à la valeur annoncée	Ecart par rapport à la précédente évaluation
04/08/16	805	798	- 7 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-0,9 %)	+ 2 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (+0,3 %)
04/11/16	799	787	- 12 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-1,5 %)	
04/11/16	830	853	+ 23 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (+2,8 %)	
04/11/16	826	817	- 9 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-1,1 %)	
04/11/16	832	817	- 15 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-1,9 %)	
09/11/16	834	817	- 17 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-2 %)	
09/11/16	855	833	- 22 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-2,7 %)	
09/11/16	858	848	- 10 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (-1,1 %)	
09/11/16	858	863	+ 5 $\mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$ (+0,5 %)	

Le mode opératoire est basé sur la détermination de la masse surfacique de la cale à l'aide de la jauge radiométrique du LCSQA-MD (marque Environnement SA, modèle MP101M, n° de série 1185), étalonnée au préalable à l'aide d'une cale de référence (annoncée à $868 \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$) et vérifiée après utilisation avec une autre cale de référence (annoncée à $798 \mu\text{g}.\text{cm}^{-2}$).

L'incertitude sur le résultat a été estimée en tenant compte des principales composantes d'incertitude (cale étalon de référence, caractéristiques métrologiques de l'instrument de mesure...). Le faible écart constaté (moins de 3%) montre la stabilité de ce type de moyen d'étalonnage et de contrôle.

3.5 Vérification de la linéarité de jauges radiométriques MP101M

Comme pour la microbalance, l'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse surfacique correspondant à une concentration massique usuelle mesurée en AASQA (allant de 70 à 120 $\mu\text{g.m}^{-3}$ en valeur journalière). Pour vérifier cette caractéristique, dans le cas de l'appareil MP101M, l'utilisateur a recours à un mode de fonctionnement spécifique, permettant de mesurer la masse surfacique de la cale. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse surfacique d'une cale et de la comparer à la masse affichée sur le constat de vérification fourni par le LCSQA-MD. Pour des raisons pratiques (durée de la manipulation), le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro) avec 3 mesures indépendantes à chaque fois. La différence de masse surfacique entre les cales proposées est de l'ordre de 500 $\mu\text{g.cm}^{-2}$, compatible avec les concentrations journalières usuelles rencontrées en AASQA.

Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par le LCSQA-MD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (version initiale de 1999). Ces spécifications sont rappelées dans le tableau 6.

Tableau 6 : Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de jauge MP101M

Critères statistiques LCSQA-MD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de régression	$R^2 \geq 0,95$
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	Ordonnée à l'origine $\leq + 50 \mu\text{g.cm}^{-2}$ (*)
Pente de la droite de régression	$0,95 \leq \text{pente} \leq 1,05$

(*) : La valeur de 50 $\mu\text{g.cm}^{-2}$ correspond à 10 fois la limite de détection annoncée par le constructeur dans une configuration cyclique journalière.

Les résultats montrent l'excellent comportement de la jauge : sur les 8 appareils vérifiés, le coefficient de régression R^2 varie entre 0,9996 et 1, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 1,01 à 1,05 et de - 2 à - 19.

Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par le LCSQA-MD ont été respectées. Ces 8 appareils représentent 5 % du parc de jauges MP101M actuellement en station de mesure. Les figures 11 et 12 présentent la moyenne des résultats obtenus.

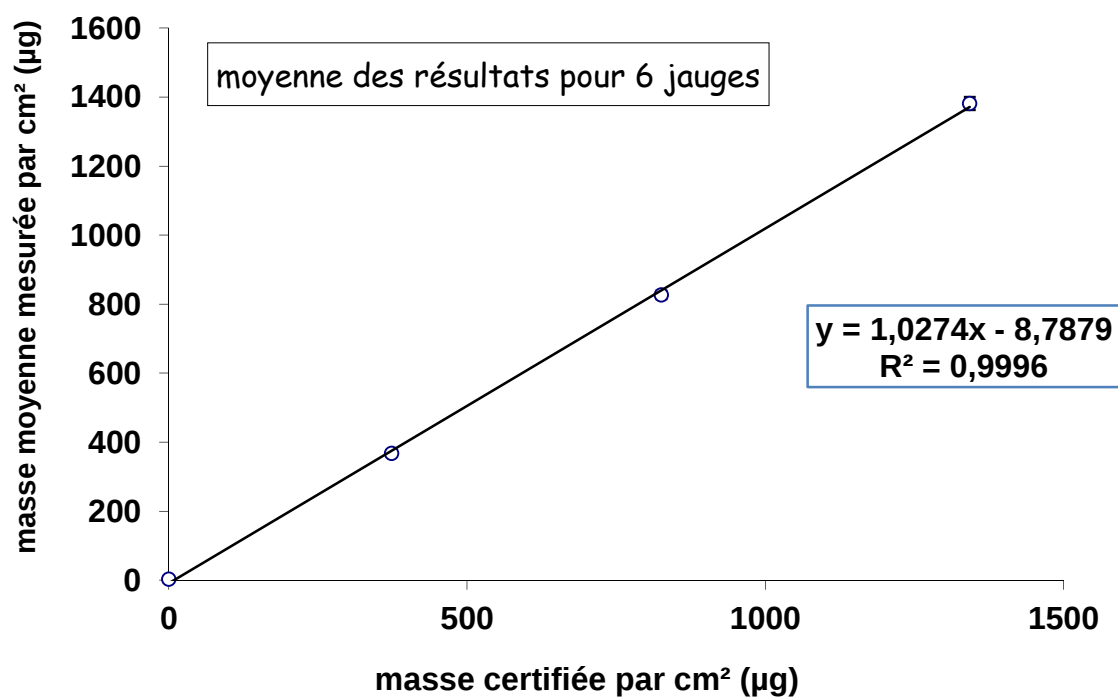


Figure 11 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'Atmosf'Air Bourgogne

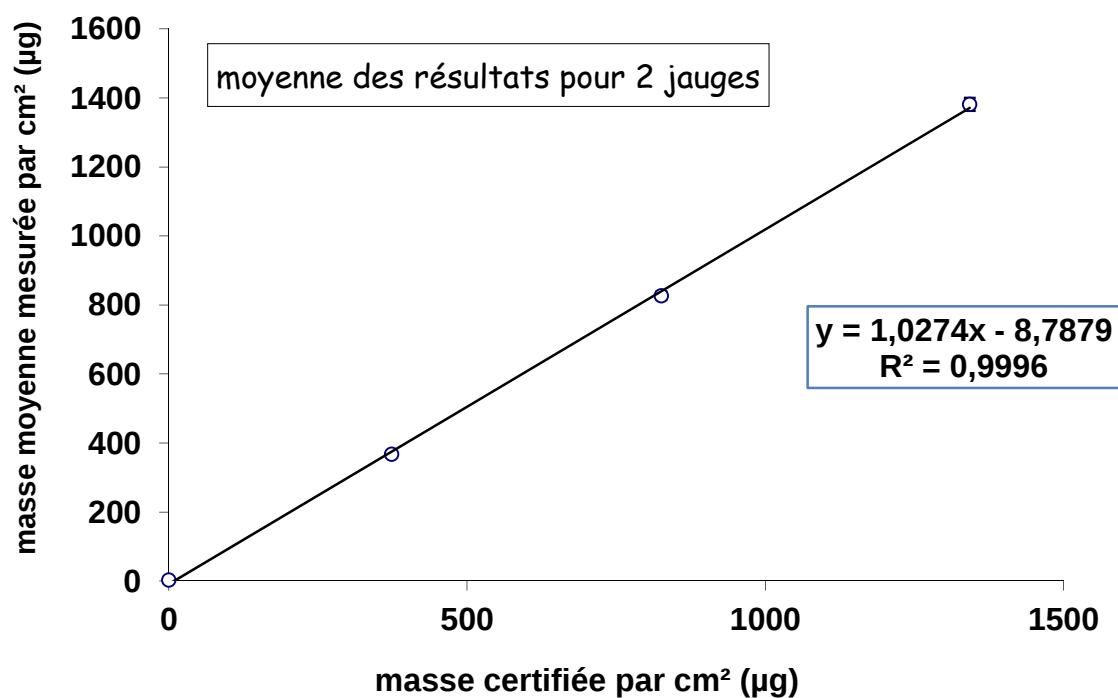


Figure 12 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'Air Rhône Alpes

3.6 Vérification de la réponse de jauges radiométriques BAM 1020

La vérification de la réponse des jauges radiométriques modèle BAM 1020 se fait l'aide de 2 cales étalon spécifiques vérifiées par le LCSQA-Mines Douai. Un protocole spécifique a été développé (cf. Annexe), nécessitant d'intervenir sur l'appareil. Il convient en effet de noter que contrairement aux jauges radiométriques modèle MP101M, la cale étalon est intégrée dans l'appareil et fait partie du processus de mesure (contrôle automatique toutes les heures). La procédure est par conséquent plus lourde dans la mesure où il est nécessaire de démonter la cale interne de l'appareil pour mettre l'une des cales fournies. Les cales spécifiques sont issues du fabricant Met One (cales de masse surfacique respectivement de 500 et 800 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ environ, sachant que la cale intégrée initialement dans l'appareil est également d'une masse surfacique d'environ 800 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$). Une estimation de la linéarité (basée sur 3 points en incluant le zéro) est recherchée. Un essai pilote a été mené avec l'AASQA Atmo Poitou Charentes. La faisabilité et la robustesse du protocole ont été testées en le répétant sur un même appareil (à des jours distincts) et en l'appliquant sur 9 appareils différents. Les figures 13 à 22 résument les résultats obtenus.

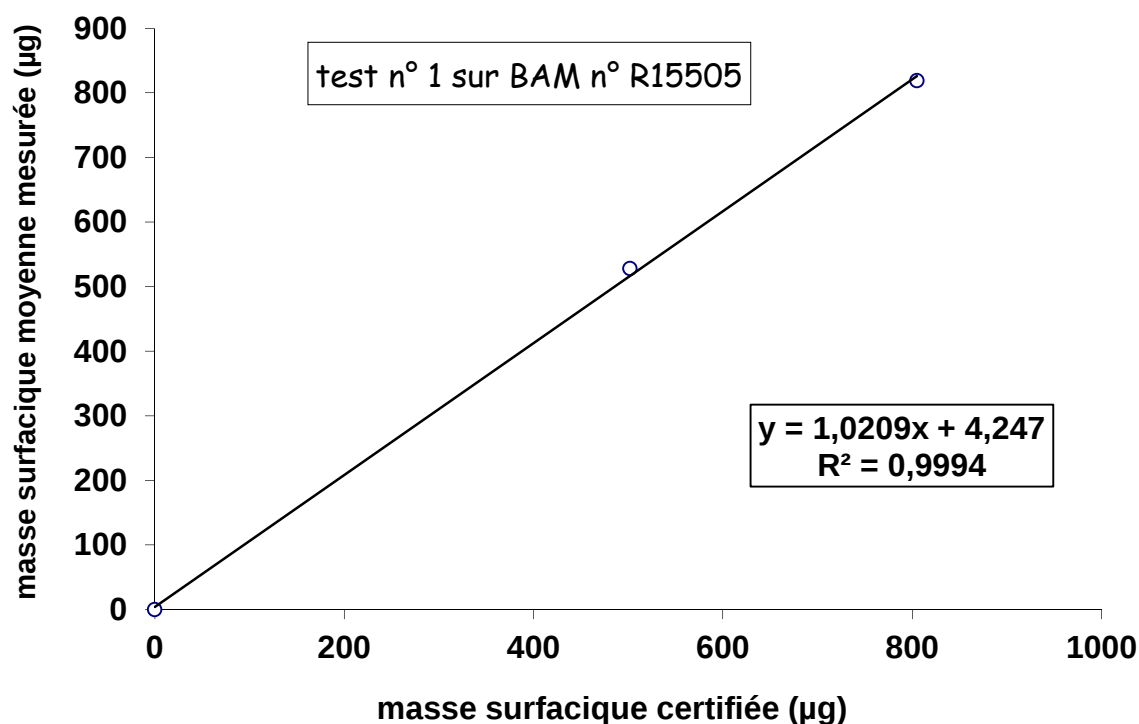


Figure 13 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité n°1 de la jauge n° R15505 d'Atmo Poitou Charentes

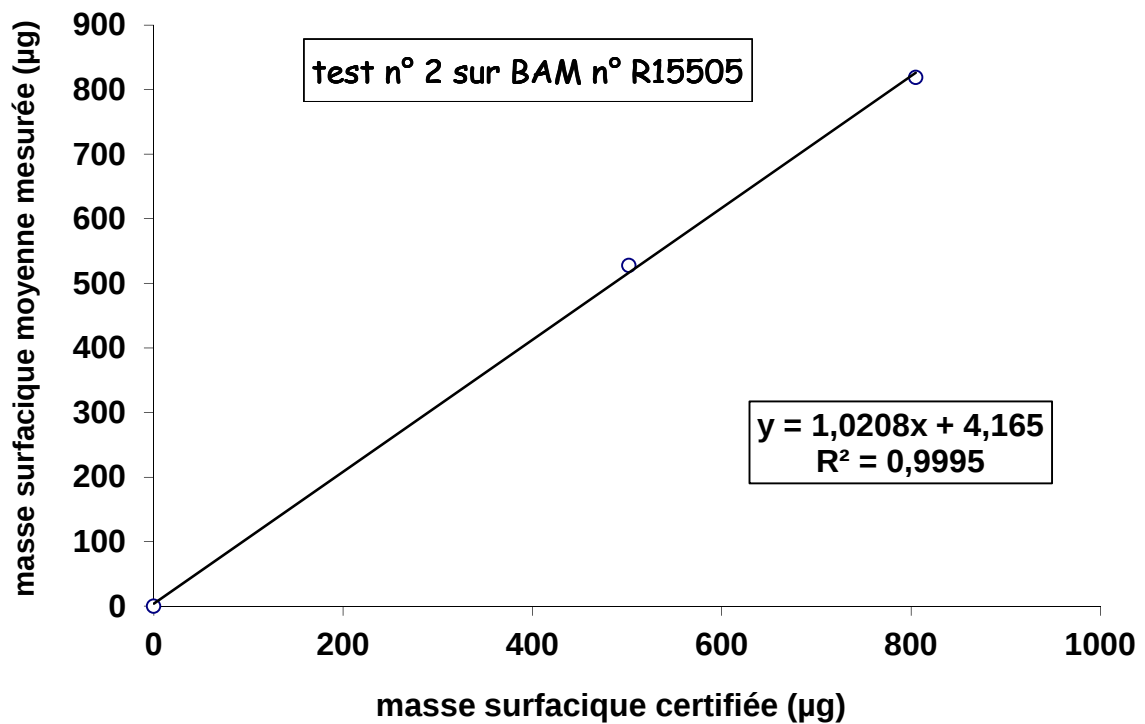


Figure 14 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité n°2 de la jauge n° R15505 d'Atmo Poitou Charentes

Le protocole appliqué sur le même appareil mais à des jours différents donnent des résultats quasi identiques, montrant sa faisabilité et sa robustesse. L'ensemble du parc de BAM 1020 de l'AASQA a ensuite été testé.

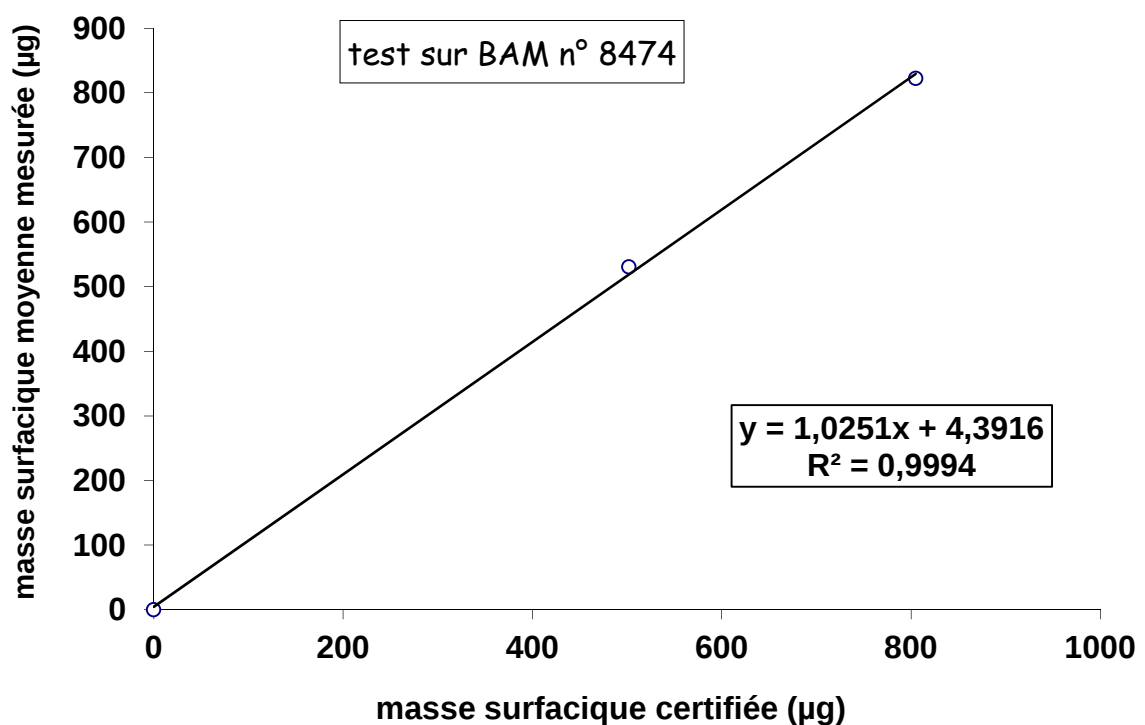


Figure 15 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n°8474 d'Atmo Poitou Charentes

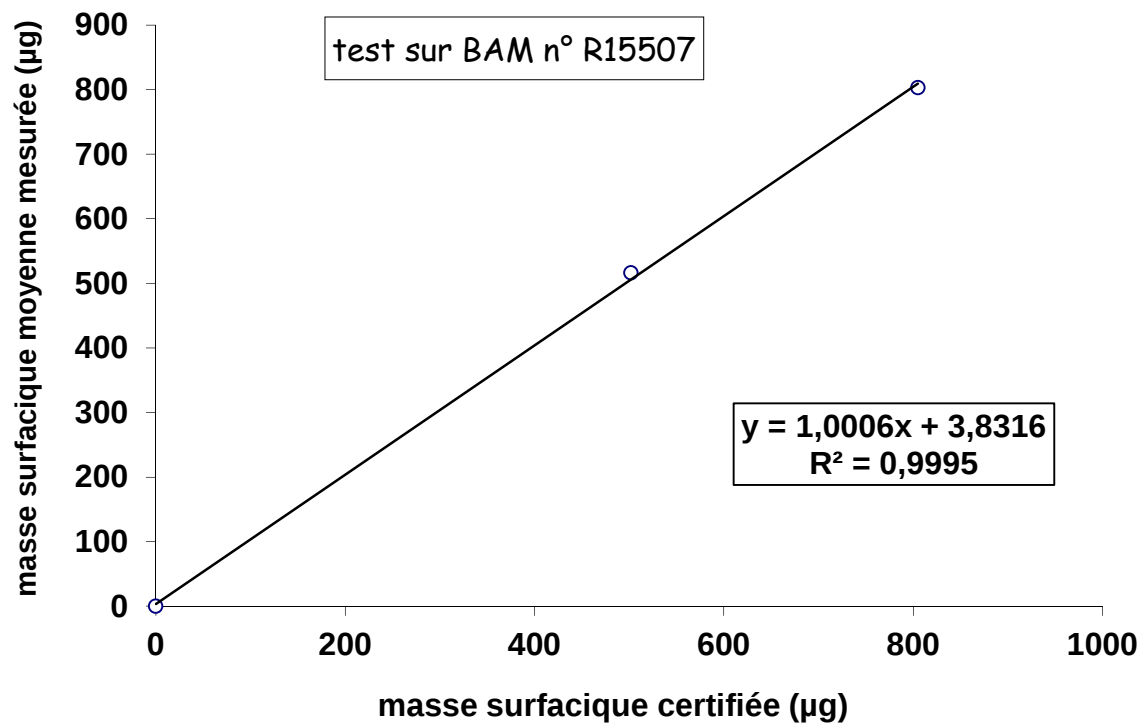


Figure 16 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° R15507 d'Atmo Poitou Charentes

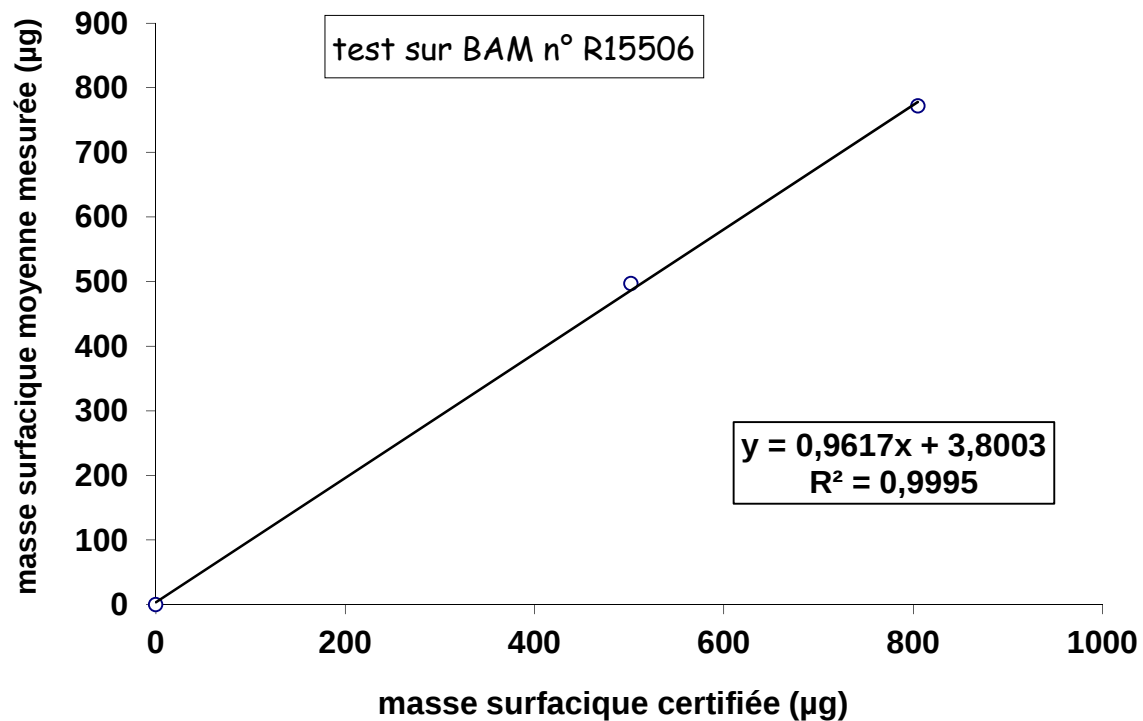


Figure 17 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° R15506 d'Atmo Poitou Charentes

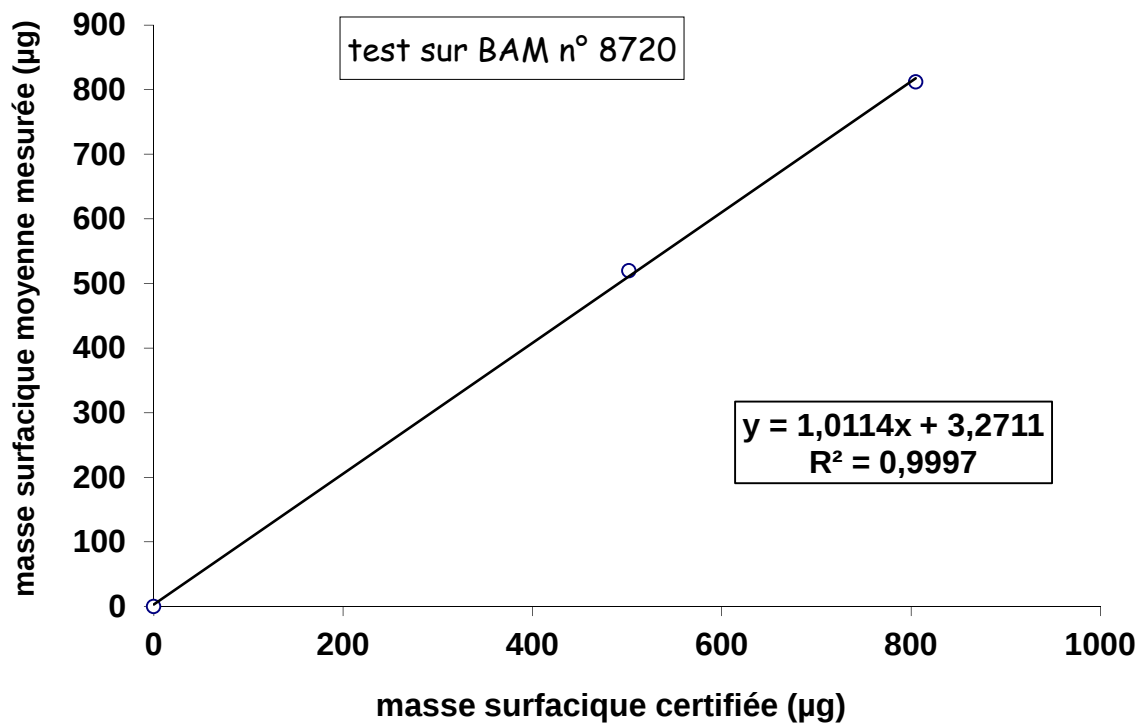


Figure 18 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° 8720 d'Atmo Poitou Charentes

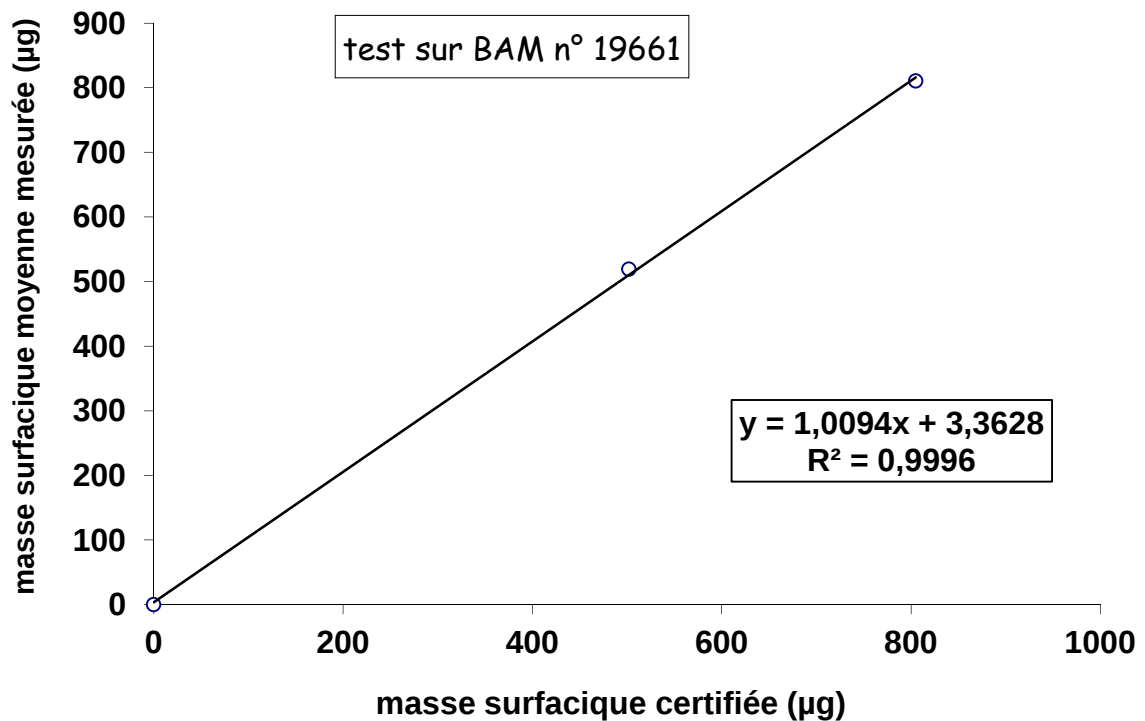


Figure 19 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° 19661 d'Atmo Poitou Charentes

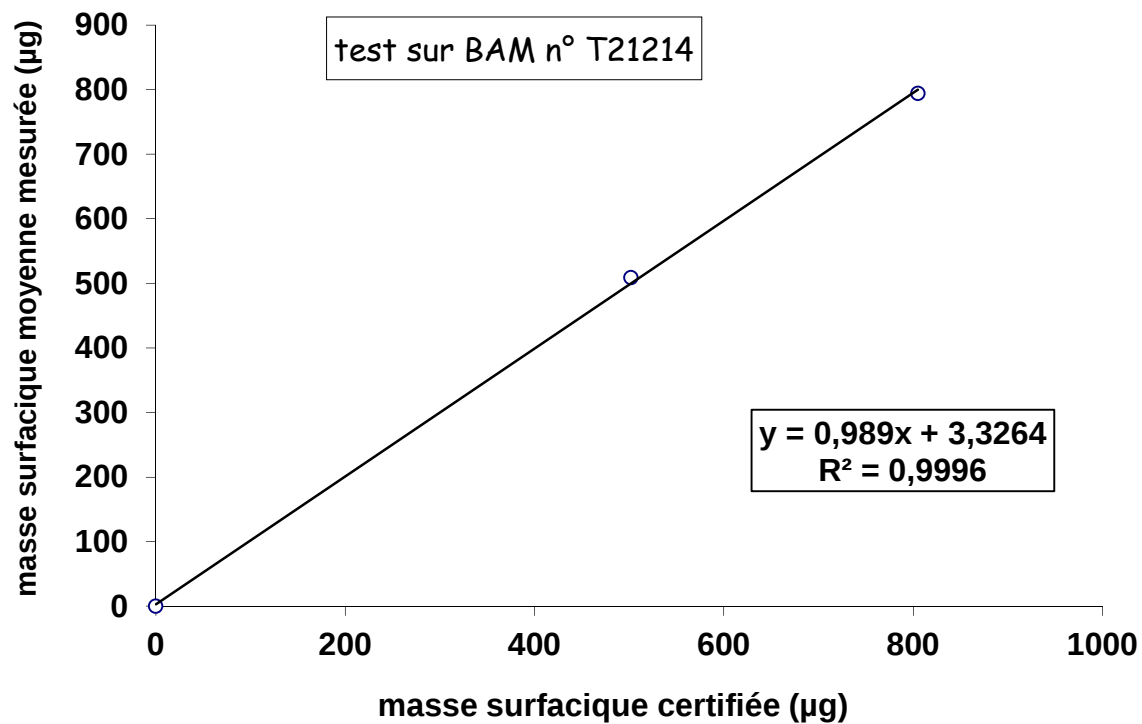


Figure 20 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° T21214 d'Atmo Poitou Charentes

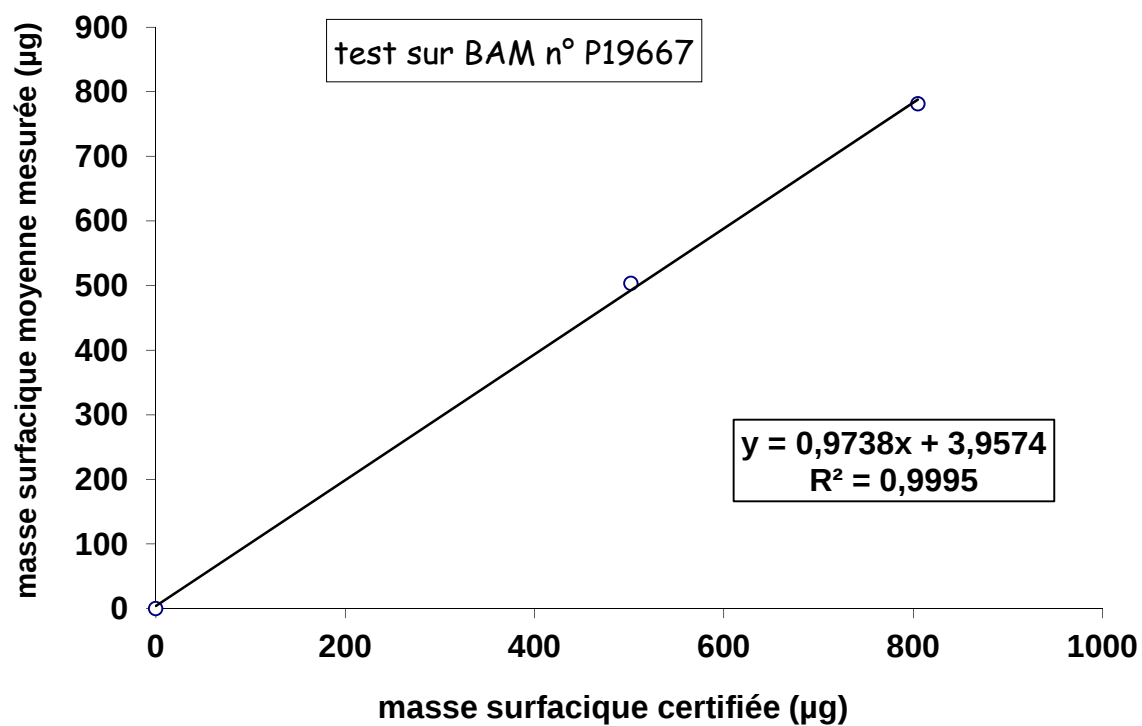


Figure 21 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° P19667 d'Atmo Poitou Charentes

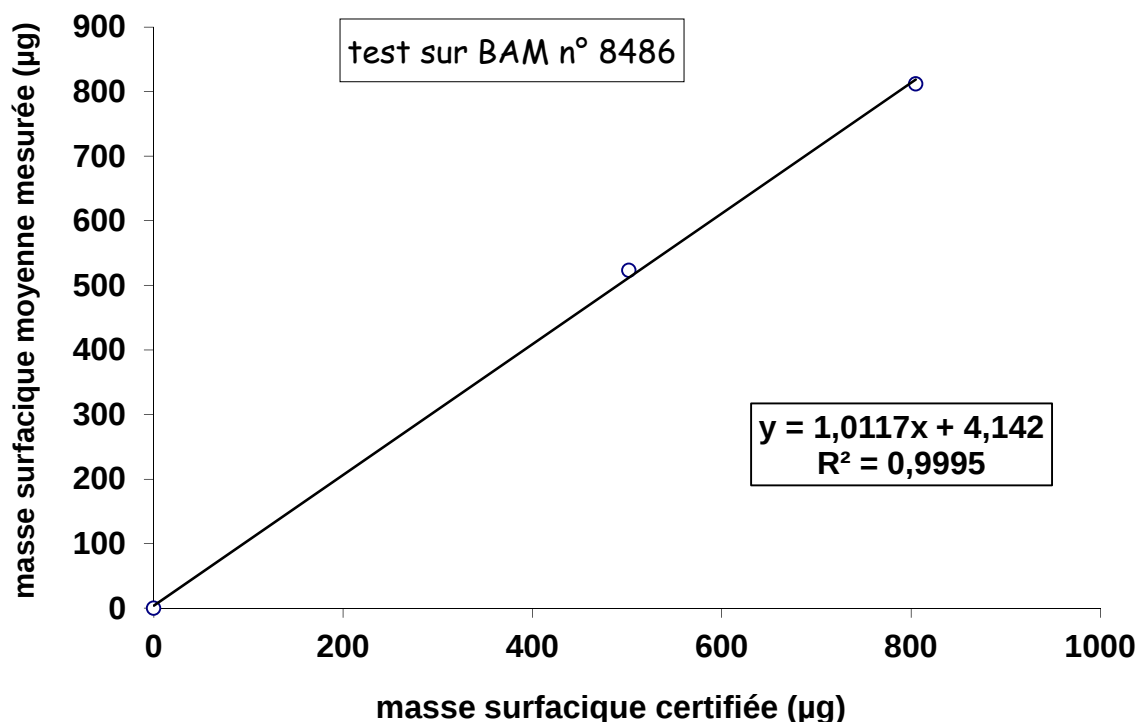


Figure 22 : Droite de régression obtenue lors du contrôle de linéarité de la jauge n° 8486 d'Atmo Poitou Charentes

Les résultats obtenus montrent l'excellent comportement de la jauge : sur les 9 appareils vérifiés, le coefficient de régression R^2 varie entre 0,9994 et 0,9997, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,9617 à 1,0251 et de + 3,3 à + 4,4. Cette valeur d'ordonnée à l'origine (en $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) est en cohérence avec la limite de détection horaire affichée par le constructeur ($\approx 4,8 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Ces valeurs vont permettre de proposer des critères de contrôle sur la linéarité de ce type d'appareil, applicables à partir de 2017 (cf. tableau suivant) :

Tableau 7 : Proposition de spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site pour la jauge BAM 1020

Critères statistiques LCSQA-MD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de régression	$R^2 \geq 0,9950$
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	Ordonnée à l'origine $\leq + 20 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ (*)
Pente de la droite de régression	$0,95 \leq \text{pente} \leq 1,05$

(*) : La valeur de $50 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ correspond à 5 fois la limite de détection annoncée par le constructeur dans une configuration cyclique horaire

Enfin, il convient de noter que par rapport au point usuel de vérification interne de ce type de jauge (aux environs de $800 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$), le biais observé correspond à une différence (en termes de concentration moyenne mesurée sur 24h) inférieure à $2 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

4. CONCLUSION

Le bilan sur les mises à disposition de moyens de contrôle d'étalonnage d'appareils effectués en 2016 par le LCSQA-MD dans le cas des particules est donné dans le présent rapport. Il convient de rappeler que la chaîne d'étalonnage nationale ne concernant que les polluants atmosphériques gazeux (SO_2 , NO, NO_2 , CO, O_3 et BTEX), une mise à disposition de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs PM_{10} et $\text{PM}_{2.5}$ sur site est assurée dans l'attente de l'intégration de ces polluants dans la chaîne. Ces dispositifs de transfert consistent en des cales étalon pour les analyseurs automatiques de particules (microbalances à variation de fréquence et jauges radiométriques) permettant aux AASQA de vérifier l'étalonnage et la linéarité de leurs appareils directement en station de mesure, en y associant le débit de prélèvement. Pour l'année 2016, 16 mises à disposition ont été effectuées, portant sur tous les modèles d'appareils utilisés en AASQA pour la mesure réglementaire des PM. Les résultats obtenus montrent que cette mise à disposition des cales étalon pour la vérification sur site du bon réglage des analyseurs automatiques de particules met en évidence la configuration technique correcte de l'ensemble des appareils contrôlés (respect du débit de prélèvement, absence d'écart d'étalonnage, absence de défaut de linéarité).

La « chaîne de contrôle » mise en place par le LCSQA-MD montrent des résultats obtenus attestant de la maîtrise des moyens de mesure de particules utilisés sur le terrain. Cette procédure reste une solution alternative à une vraie chaîne d'étalonnage. Son application a pour objectif de mettre en évidence un appareil douteux parmi un ensemble d'analyseurs. Dans le cadre de l'assurance de la traçabilité des mesures, elle peut être considérée comme un moyen de contrôle relativement simple et suffisant et est une source de données pour l'estimation de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil. La mise en place d'une chaîne de contrôle de l'étalonnage à partir de moyen dynamique ne se fera pas rapidement et ne pourra pas s'abstenir de la vérification au préalable de paramètres critiques de fonctionnement tels que le débit. Des travaux en ce sens sont prévus par le LCSQA en 2017, en prévision de la parution prochaine de la norme EN 16450 « Air ambiant - Systèmes automatisés de mesurage de la concentration de matière particulaire (PM_{10} ; $\text{PM}_{2.5}$) ».

**ANNEXE : MODE OPERATOIRE POUR LA VERIFICATION DE LA REPONSE
DE L'ANALYSEUR DE MARQUE MET ONE MODELE BAM 1020 AU MOYEN
DE CALES ETALON EXTERNES**

Note technique

MODE OPERATOIRE POUR LA VERIFICATION DE LA REPONSE DE L'ANALYSEUR DE MARQUE MET ONE MODELE BAM 1020 AU MOYEN DE CALES ETALON EXTERNES

Benoît Herbin, François Mathé

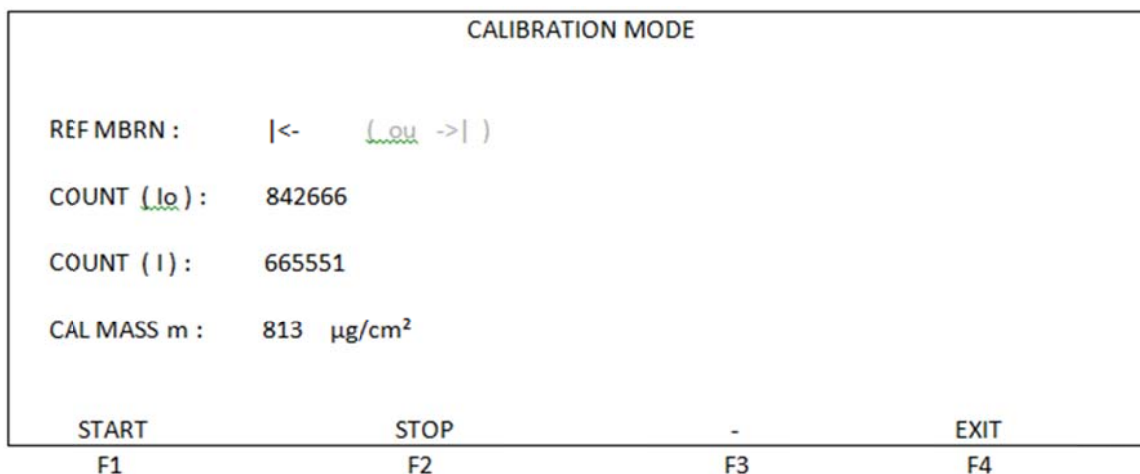
LCSQA - Mines Douai

**Département Sciences de l'Atmosphère &
Génie de l'Environnement (S.A.G.E.)**

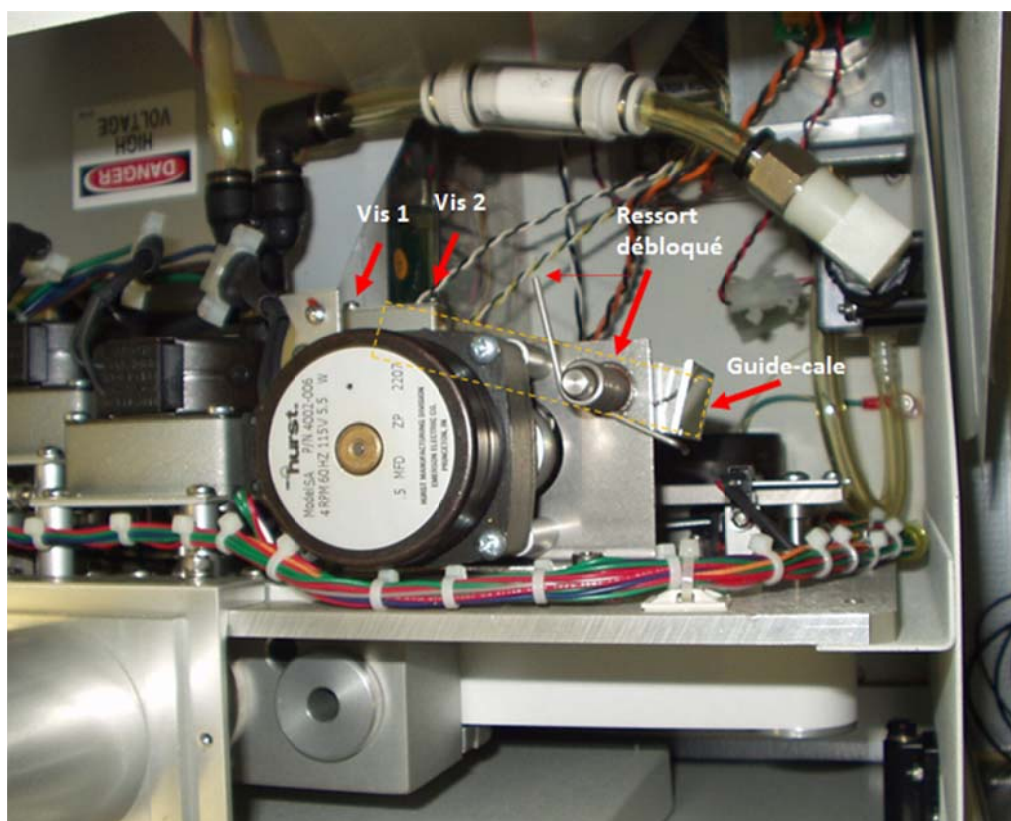
LA MISE EN ŒUVRE DE CE PROTOCOLE NECESSITE D'INTERVENIR SUR L'APPAREIL.

1. RETRAIT DE LA CALE INTERNE

- passer en mode **TEST** (touche F3), puis en mode **CALIBRATE** (accès à l'écran « Calibration Mode »)



- ouvrir le capot de l'appareil

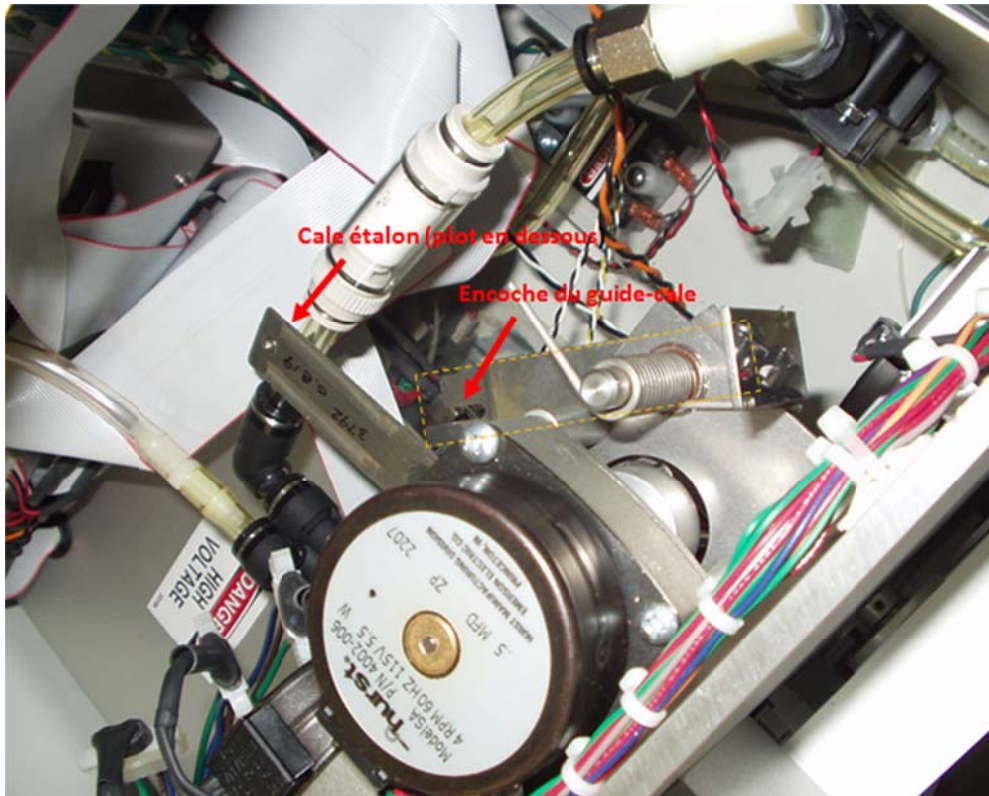


Vue générale de dessus de l'intérieur de la BAM 1020

- enlever le gros ressort du « guide-cale » de la cale étalon interne de l'appareil
- enlever les 2 petites vis du support de cale
- retirer la cale

2. MISE EN PLACE DE LA CALE EXTERNE

- insérer la nouvelle cale étalon en mettant le plot en bas dans l'encoche du bras de maintien de la cale
- remettre les 2 petites vis
- repositionner le gros ressort



Vue de dessus de l'intérieur de la BAM 1020 (emplacement de la cale étalon)

3. EVALUATION DE CALE EXTERNE

- appuyer sur **START** (touche F1)
- la mesure **COUNT (I₀)** dure environ 4 minutes
- la mesure **COUNT (I)** dure environ 4 minutes
- la valeur mesurée par l'appareil apparaît ensuite dans le champ « CAL MASS m » (en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
- répéter l'évaluation de la cale pour disposer d'un écart-type sur au moins 3 mesures
- répéter les opérations 1 à 3 pour l'autre cale mise à disposition

4. RESULTATS

Noter les informations requises dans le tableau suivant, à joindre avec les cales lors du renvoi du matériel:

Cale n°1	Mesure n°1	Mesure n°2	Mesure n°3	Mesure n°4 (si nécessaire)
Valeur cale étalon fournie ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Count I_0 (point)				
Count I (point)				
CAL MASS m ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Ecart (%)				
Moyenne CAL MASS m ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Ecart moyen (%)				

Cale n°2	Mesure n°1	Mesure n°2	Mesure n°3	Mesure n°4 (si nécessaire)
Valeur cale étalon fournie ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Count I_0 (point)				
Count I (point)				
CAL MASS m ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Ecart (%)				
Moyenne CAL MASS m ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)				
Ecart moyen (%)				

Usuellement, la moyenne des mesures lues sur la BAM 1020 doit se situer dans un intervalle de $\pm 5 \%$ autour de la valeur annoncée de la cale étalon externe. Si ce n'est pas le cas pour l'une des 2 cales fournies ou pour les 2, il convient de contacter le LCSQA – Mines Douai pour analyser la situation.



direction et secrétariat du LCSQA

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