

PREAMBULE

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué de laboratoires de l'Ecole des Mines de Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches finalisées à la demande du Ministère chargé de l'environnement, sous la coordination technique de l'ADEME et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par la Direction des Préventions des Pollutions et des Risques du Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable 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 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.

**LABORATOIRE NATIONAL DE METROLOGIE
ET D'ESSAIS**

DIVISION Métrologie chimique et biomédicale

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

***Caroline CHMIELIEWSKI
Jacques LACHENAL
Béatrice LALERE
Tatiana MACE
Christophe SUTOUR***

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

Hervé PLAISANCE et François MATHE

Convention : 000070

Novembre 2006

**INSTITUT NATIONAL DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL
ET DES RISQUES**

DIRECTION DES RISQUES CHRONIQUES
Unité Qualité de l'Air

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

Jean POULLEAU, Cécile RAVENTOS

GUIDE PRATIQUE D'UTILISATION

POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE DES CONCENTRATIONS EN POLLUANTS DANS L'AIR AMBIANT

Partie 5 : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique

Projet du 07/11/2006

Version 3

Ce document comporte 50 pages (hors couverture).

NOVEMBRE 2006

Table des matières

Table des matières	2
1 Définitions	4
1.1 Conditions de référence	4
1.2 Dérive.....	4
1.3 Dispositif de prélèvement	4
1.4 Erreur de moyennage.....	5
1.5 Erreur maximale tolérée (d'un instrument de mesure).....	5
1.6 Etalonnage	5
1.7 Facteur d'élargissement	5
1.8 Indication d'un instrument de mesure	5
1.9 Interférent	5
1.10 Justesse	5
1.11 Linéarité.....	6
1.12 Matière particulaire en suspension	6
1.13 PM_x	6
1.14 Rayonnement β	6
1.15 Réglage.....	6
1.16 Répétabilité.....	6
1.17 Reproductibilité.....	6
1.18 Résolution (d'un dispositif afficheur).....	7
1.19 Résultat brut.....	7
1.20 Résultat corrigé.....	7
2 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence	7
2.1 Description de la méthode de mesure	7
2.2 Définition du mesurande.....	8
2.3 Analyse du processus de mesure	8
2.4 Modèle mathématique.....	11
2.5 Evaluation des incertitudes-types.....	12
2.6 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique quart-horaire de particules $C_{m,QH}$ (en $\mu g/m^3$).....	21
2.7 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu g/m^3$).....	23
2.8 Expression finale du résultat.....	24
3 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β	24
3.1 Description de la méthode de mesure	24
3.2 Définition du mesurande.....	25
3.3 Analyse du processus de mesure	26
3.4 Modèle mathématique.....	29
3.5 Evaluation des incertitudes-types.....	29
3.6 Calcul de l'incertitude-type composée.....	37
3.7 Expression finale du résultat.....	40
4 Estimation de l'incertitude élargie sur une mesure de concentration massique en particules obtenue par une méthode automatique à l'aide d'essais d'intercomparaison.....	40
4.1 Introduction	40
4.2 Représentativité des essais sur site	41
4.3 Méthode d'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats des essais d'intercomparaison à la méthode de référence	41
5 Exemple d'application du guide pour la détermination de l'incertitude d'une méthode automatique par comparaison à la méthode de référence.....	43
Annexe A Application numérique (TEOM).....	46
Annexe B Application numérique (Jauge β).....	49

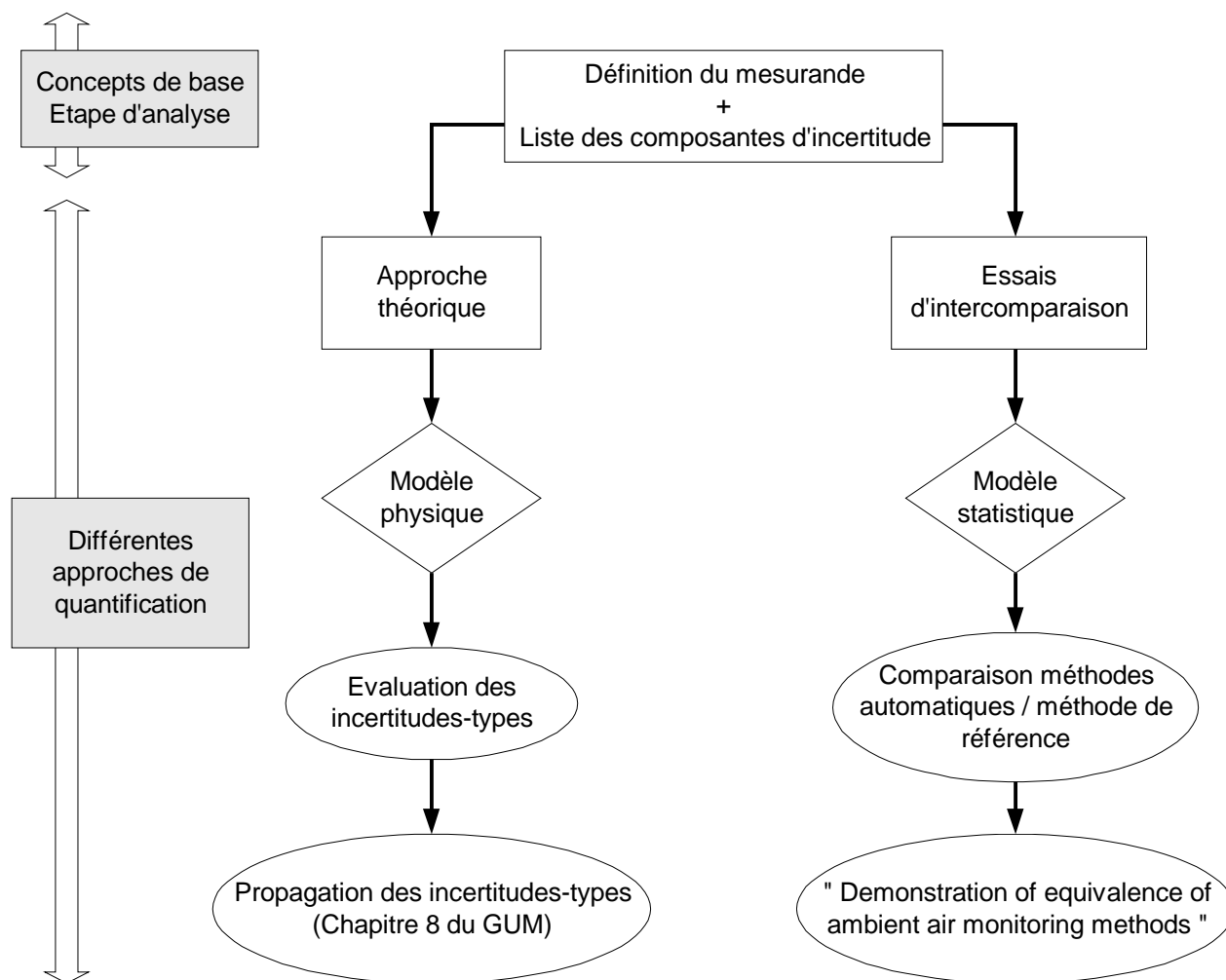
Introduction

La partie 5 de ce guide pratique d'utilisation présente les approches retenues pour établir le budget d'incertitude associé à un résultat de mesure journalier (réglementation) d'un appareil de mesure automatique de particules en suspension dans l'air ambiant (ex : PM10, PM2,5, ..) obtenu sur un site donné (urbain dense, proximité, rural...).

Les incertitudes sur les mesures automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant sont estimées selon deux approches :

- à l'aide d'un budget d'incertitude établi en suivant la méthode décrite au chapitre 8 du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005:1999 (GUM) (approche traitée au paragraphe 2 pour les mesures effectuées par microbalance à variation de fréquence et au paragraphe 3 pour celles effectuées avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β),
- à l'aide d'exercices d'intercomparaison menés sur site (approche traitée au paragraphe 4).

Les deux approches décrites dans cette partie sont résumées sur le logigramme ci-après.



L'estimation des incertitudes selon la méthode décrite au chapitre 8 du GUM est basée :

- sur la connaissance du principe de fonctionnement de l'appareil de mesure et sur ses caractéristiques de performance (linéarité, répétabilité...),
- sur les mesures simultanées effectuées par 2 appareils automatiques prélevant dans des conditions identiques et sur le même site (ou sur 2 sites jugés équivalents), ce qui conduit à déterminer un écart-type de reproductibilité du processus de mesure ; cet écart-type de reproductibilité permet d'estimer la variabilité de fabrication d'un modèle de dispositif de mesure.

Cette première approche permet d'estimer l'incertitude sous la forme d'une variance, basée sur les variances associées aux variables d'entrée du modèle mathématique. Il est à noter que certaines composantes du modèle mathématique ne sont actuellement pas quantifiables comme, par exemple, les incertitudes liées au dispositif de prélèvement en amont du filtre, à l'humidité de l'air prélevé..., car cela nécessiterait de disposer d'un générateur de particules à des niveaux de concentrations connus et stables : ce type de matériel n'est actuellement pas disponible. De plus, il est important de souligner que cette approche conduit à une estimation incomplète de la justesse (par exemple, dans le cas de la microbalance, le raccordement en masse est effectué avec des filtres de masse connue sans tenir compte du dispositif de prélèvement).

La seconde approche basée sur l'exploitation d'essais d'intercomparaison prend en compte certains paramètres qui ne sont pas quantifiables par la méthode GUM (effets liés à l'opérateur, à la mise en oeuvre de la méthode...). Elle est basée sur la comparaison de la méthode automatique avec la méthode de mesure ayant le statut de méthode de référence : les essais consistent alors à effectuer des mesures simultanées avec deux appareils automatiques et deux systèmes de mesure de référence (méthode gravimétrique), prélevant dans des conditions identiques et sur le même site pour évaluer l'incertitude. Elle est donc complémentaire à cette dernière, car elle permet de vérifier la cohérence des calculs de la 1^{ière} approche en les confrontant aux résultats d'essais sur site. Cependant, elle peut conduire elle-aussi à une estimation par défaut, tous les facteurs d'influence n'étant pas nécessairement présents sur le site choisi pour les essais d'intercomparaison, ou leur variation étant limitée (concentration en particules, fraction volatile, température ambiante, humidité de l'air prélevé...). Les conditions environnementales lors des essais sont donc d'une extrême importance.

1 Définitions

Les définitions générales sont explicitées dans la partie 1 du guide.

Ci-après sont uniquement citées les définitions spécifiques au domaine traité dans la présente partie du guide.

1.1 Conditions de référence

Conditions d'utilisation prescrites pour les essais de fonctionnement d'un instrument de mesure ou pour l'intercomparaison de résultats de mesures.

NOTE Les conditions de référence comprennent généralement des valeurs de référence ou des étendues de référence pour les grandeurs d'influence affectant l'instrument de mesure.

1.2 Dérive

Variation lente d'une caractéristique métrologique d'un instrument de mesure.

1.3 Dispositif de prélèvement

Dans le cas des particules en suspension dans l'air ambiant, tête de prélèvement (cf. 1.15) couplée à un tube d'adduction (plus ou moins long) à travers lesquels l'air ambiant est prélevé.

1.4 Erreur de moyennage

Ecart entre la réponse moyenne fournie par l'appareil de mesure pour des variations à court terme de la concentration de l'air prélevé, plus rapides que le processus de mesure, et la réponse fournie par l'appareil de mesure pour une concentration constante de l'air prélevé, de niveau équivalent à la moyenne des variations.

1.5 Erreur maximale tolérée (d'un instrument de mesure)

Valeurs extrêmes d'une erreur tolérées par les spécifications, règlements, etc... pour un instrument de mesure donné.

1.6 Etalonnage

Ensemble des opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs de la grandeur indiquées par un appareil de mesure ou un système de mesure, ou les valeurs représentées par une mesure matérialisée ou par un matériau de référence, et les valeurs correspondantes de la grandeur réalisées par des étalons.

NOTE 1 Le résultat d'un étalonnage permet soit d'attribuer aux indications les valeurs correspondantes du mesurande, soit de déterminer les corrections à appliquer aux indications.

NOTE 2 Un étalonnage peut aussi servir à déterminer d'autres propriétés métrologiques telles que les effets de grandeurs d'influence.

NOTE 3 Le résultat d'un étalonnage peut être consigné dans un document appelé certificat d'étalonnage ou rapport d'étalonnage.

1.7 Facteur d'élargissement

Facteur numérique utilisé comme multiplicateur de l'incertitude-type composée pour obtenir l'incertitude élargie.

NOTE Un facteur d'élargissement k a sa valeur typiquement comprise entre 2 et 3.

1.8 Indication d'un instrument de mesure

Valeur d'une grandeur fournie par un instrument de mesure

NOTE 1 La valeur lue sur le dispositif d'affichage peut être appelée indication directe : elle doit être multipliée par la constante de l'instrument pour obtenir l'indication.

NOTE 2 La grandeur peut être le mesurande, un signal de mesure ou une autre grandeur utilisée pour calculer la valeur du mesurande.

NOTE 3 Pour une mesure matérialisée, l'indication est la valeur qui lui est assignée.

1.9 Interférent

Composant de l'air prélevé, à l'exclusion du constituant mesuré, qui affecte le signal de sortie.

1.10 Justesse

Aptitude d'un instrument de mesure à donner des indications exemptes d'erreur systématique.

1.11 Linéarité

Capacité d'une méthode à donner une réponse proportionnelle à la concentration mesurée, ou plus généralement à la quantité de polluant à doser.

1.12 Matière particulaire en suspension

Notion englobant toutes les particules entourées d'air dans un volume d'air ambiant donné non perturbé

1.13 PM_x

Fraction de matière particulaire en suspension traversant un système de sélection de fraction granulométrique, avec une coupure efficace de 50 % pour un diamètre aérodynamique de x µm (ex : 10 µm, 2,5 µm...).

NOTE 1 Par extension, le terme « PM_x » désigne les particules en suspension dans l'air ambiant d'un diamètre aérodynamique inférieur ou égal à x micromètres

NOTE 2 Le système de sélection de la fraction granulométrique est communément appelé « tête de prélèvement »

1.14 Rayonnement β

Rayonnement électromagnétique émis lors de la transformation nucléaire d'éléments radioactifs (tels que le ¹⁴⁷Pm, le ¹⁴C ou le ⁸⁵Kr)

NOTE La dénomination « rayonnement β » désigne ici implicitement un rayonnement β⁻ (consistant en l'émission d'un électron)

1.15 Réglage

Ajustage utilisant uniquement les moyens mis à la disposition de l'utilisateur.

1.16 Répétabilité

Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure

NOTE : Ces conditions sont appelées **conditions de répétabilité**.

Les conditions de répétabilité comprennent :

- même mode opératoire
- même observateur
- même instrument de mesure utilisé dans les mêmes conditions
- même lieu
- répétition durant une courte période de temps (hors exigences spécifiées par le constructeur).

La répétabilité peut s'exprimer quantitativement à l'aide des caractéristiques de dispersion des résultats.

1.17 Reproductibilité

Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages du même mesurande, mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesure.

NOTE 1 Pour qu'une expression de la reproductibilité soit valable, il est nécessaire de spécifier les conditions que l'on fait varier.

NOTE 2 Les conditions que l'on fait varier peuvent comprendre :

- principe de mesure
- méthode de mesure
- observateur
- instrument de mesure
- étalon de référence
- lieu
- conditions d'utilisation
- temps

NOTE 3 La reproductibilité peut s'exprimer quantitativement à l'aide des caractéristiques de dispersion des résultats

1.18 Résolution (d'un dispositif afficheur)

La plus petite différence d'indication d'un dispositif afficheur qui peut être perçue de manière significative

NOTE 1 Pour un dispositif afficheur numérique, différence d'indication qui correspond au changement d'une unité du chiffre le moins significatif.

NOTE 2 Ce concept s'applique aussi à un dispositif enregistreur.

1.19 Résultat brut

Résultat d'un mesurage avant correction de l'erreur systématique.

1.20 Résultat corrigé

Résultat d'un mesurage après correction de l'erreur systématique.

2 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence

2.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant est basée sur la pesée des particules prélevées à l'aide d'une microbalance constituée d'un élément conique oscillant à sa fréquence propre naturelle.

Seule une fraction du débit d'air aspiré au niveau de la tête de prélèvement passe au travers du filtre. Le débit total prélevé et celui passant au travers du filtre sont régulés.

La masse déposée sur le filtre engendre une diminution de la fréquence d'oscillation de la microbalance. Cette variation de fréquence permet de déterminer la masse de matière déposée.

Le volume d'air prélevé au travers du filtre étant déterminé à partir des conditions de prélèvement (débit passant au travers du filtre et temps de prélèvement), la concentration est obtenue en divisant

la masse mesurée par le volume d'échantillon prélevé.

NOTE Cette méthode de mesure est donnée comme valable pour tout type de prélèvement (PM₁₀, PM_{2,5}...).

2.2 Définition du mesurande

Le mesurande est la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant de type PM_x (ex : PM₁₀), en amont de la tête de prélèvement et intégrée sur un pas de temps choisi par l'utilisateur en tenant compte de la transmission des données au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute est une donnée obtenue sur un pas de temps **journalier** par moyennage des valeurs instantanées ; dans la suite du document, le budget d'incertitudes est établi sur la base de ce pas de temps. Pour l'utilisation de tout autre pas de temps, il conviendra d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station de surveillance de la qualité de l'air couvre les concentrations comprises entre 0 et 1000 µg/m³.

Le mesurande correspond donc à une concentration massique journalière de particules (au niveau du poste central) exprimée en µg/m³ aux conditions standards (20°C et 101,3 kPa).

Il est à noter que la surveillance du débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement est essentielle pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché (PM_{2,5}, PM₁₀).

2.3 Analyse du processus de mesure

2.3.1 Méthode des « 5 M » - recherche des causes d'erreurs

Cette méthode décrite dans la partie 1 permet, à partir d'une très bonne connaissance du processus de mesurage, de répertorier toutes les causes possibles d'incertitude.

Les grandeurs ayant une influence sur la mesure des concentrations massiques journalières de particules sont détaillées dans les paragraphes ci-après, puis résumées dans un diagramme des « 5M ».

2.3.2 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

— Le dispositif de prélèvement

Des pertes dans le dispositif de prélèvement peuvent être détectées : celles-ci peuvent provenir d'un piégeage des particules dans le dispositif de prélèvement, par exemple en cas de présence d'humidité résiduelle dans le dispositif de prélèvement.

NOTE Pour limiter cette influence, il convient de respecter les procédures d'entretien préconisées par le fournisseur.

— L'appareil de mesure

Les caractéristiques métrologiques de l'appareil de mesure utilisé (linéarité, dérive, répétabilité de la mesure...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

— Les étalons

L'incertitude liée aux étalons doit être prise en compte lors du réglage de l'appareil de mesure.

— Le système d'acquisition et la chaîne de transmission

La concentration mesurée est transmise à un système d'acquisition.

L'incertitude liée au système d'acquisition dépend de la résolution de celui-ci et de sa justesse.

2.3.3 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification et le réglage éventuel de la constante d'étalonnage spécifique à l'appareil de mesure, la mesure du débit et du temps de prélèvement, le traitement statistique des valeurs instantanées des concentrations massiques et l'arrondissement des concentrations massiques.

Il est à noter que la régulation du débit est effectuée en fonction de la température et de la pression mesurées par les capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions suivantes : 20°C et 101,3 kPa. Par conséquent, il convient de vérifier les capteurs de température et de pression et de prendre en compte la dérive éventuelle de l'électronique.

2.3.4 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil si elles varient au cours de la période de mesure et prennent des valeurs différentes de celles qu'elles avaient lors de la vérification du réglage de l'appareil de mesure : il s'agit de grandeurs physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure.

Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

2.3.5 La matière (air)

Les caractéristiques de l'air prélevé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil de mesure : il s'agit de la composition de l'air et de ses caractéristiques physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure. Les principales grandeurs d'influence sont :

- les interférents chimiques (composés (semi)volatils tels que le nitrate d'ammonium par exemple),
- les grandeurs d'influence physiques telles que la température, la pression et l'hygrométrie du gaz.

2.3.6 La main d'œuvre

L'opérateur a une influence sur la vérification du réglage de l'appareil de mesure (expérience, respect des procédures, maintenance...).

Cette influence est déjà prise en compte dans les valeurs de certaines caractéristiques de performance, du fait de la mise en œuvre d'essais pour les déterminer tels que les essais de reproductibilité...

2.3.7 Synthèse

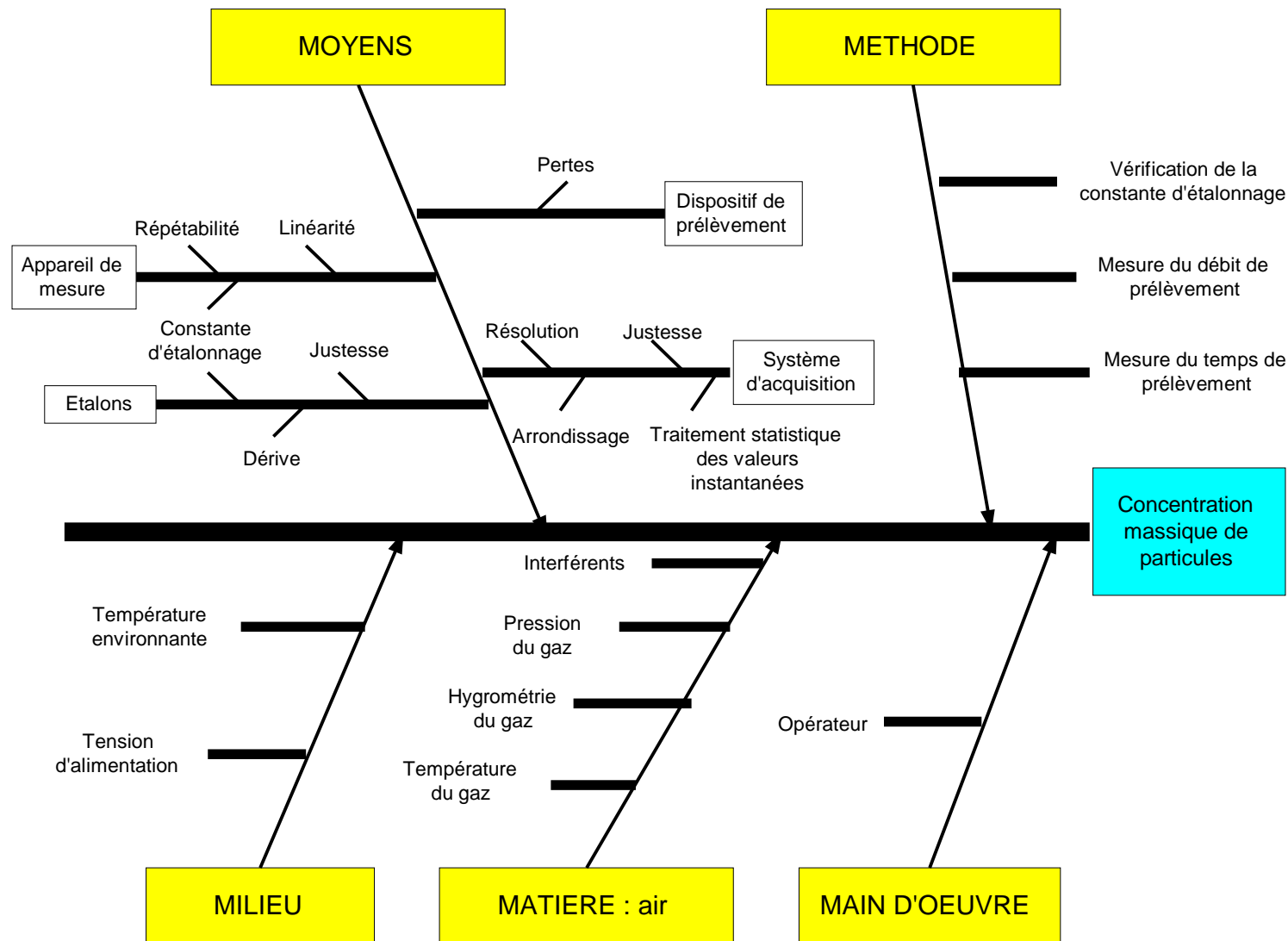


Figure 1 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par microbalance

2.4 Modèle mathématique

Chacun des membres des équations explicitées dans ce chapitre est déterminé au paragraphe 2.5.

2.4.1 Expression de la concentration massique quart-horaire de particules $C_{m,QH}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

D'après la méthode mise en œuvre et décrite au paragraphe 2.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique quart-horaire de particules** $C_{m,QH}$ est le suivant :

$$C_{m,QH} = \frac{\Delta m_{QH}}{Q \times t} + \sum Corrections_1 \quad (1)$$

Avec :

- $C_{m,QH}$ la concentration massique quart-horaire de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- Δm_{QH} la masse quart-horaire de particules collectées (en μg), dont l'expression figure en (3),
- Q le débit de prélèvement (en m^3/min),
- t le temps de prélèvement (en min),
- $\sum Corrections_1$ la somme des corrections (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$), dont l'expression figure ci-après.

$$\sum Corrections_1 = C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \quad (2)$$

NOTE Le débit de prélèvement désigne le débit traversant le filtre de la microbalance (sa valeur est généralement comprise entre 2 et 3 l/min).

Les corrections, propres à chaque appareil, doivent être évaluées. Dans certains cas, la valeur de la correction peut être nulle. Par exemple, les paramètres d'influence (facteurs d'environnement et interférents) pouvant croître ou décroître au cours de la période de mesure, il est alors considéré qu'en moyenne la correction est nulle. Que la valeur de la correction soit nulle ou non, l'incertitude associée à la valeur de la correction doit être prise en compte dans le calcul de l'incertitude élargie.

NOTE Si les corrections ne sont pas appliquées au résultat de mesure, l'incertitude élargie associée au résultat de mesure est augmentée de la valeur des corrections (ceci est applicable pour toute correction non nulle qui n'est pas effectuée).

La **masse quart-horaire de particules collectées** Δm_{QH} a pour expression :

$$\Delta m_{QH} = K_0 \left(\frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right) + Correction_2 \quad (3)$$

Avec :

- Δm_{QH} la masse quart-horaire de particules collectées (en μg),
- K_0 la constante d'étalonnage (en $\mu\text{g}.\text{Hz}^2$),
- f_2 la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules (en Hz),

- f_1 la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules (en Hz),
- $Correction_2$ la correction de linéarité (en μg), dont l'expression figure ci-après.

$$Corrections_2 = C_{Linéarité} \quad (4)$$

NOTE La correction de concentration effectuée par le constructeur de la microbalance ($1,03 \times X + 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$)

où $X = \frac{\Delta m_{QH}}{Q \times t}$ ne doit pas être désactivée.

2.4.2 Expression de la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

La concentration massique journalière de particules est calculée en appliquant l'équation suivante :

$$\overline{C}_{m,j} = \frac{1}{N} \sum_{1}^N C_{m,QH} \quad (5)$$

Avec :

- $\overline{C}_{m,j}$ la concentration massique journalière de particules,
- N le nombre de mesurages relevés sur la journée,
- $C_{m,QH}$ la concentration massique quart-horaire de particules.

2.5 Evaluation des incertitudes-types

Les éléments nécessaires pour l'évaluation des incertitudes-types et l'origine de la détermination de leur valeur sont regroupés dans le tableau du chapitre 2.5.9.

2.5.1 Incertitude-type sur la constante d'étalonnage $u(K_0)$ (en $\mu\text{g}.\text{Hz}^2$)

La constante d'étalonnage K_0 a pour expression :

$$K_0 = \frac{m_{\text{Filtre étalon}}}{\left(\frac{1}{f_{\text{Filtre étalon}}^2} - \frac{1}{f_0^2} \right)} \quad (6)$$

Avec :

- K_0 la constante d'étalonnage (en $\mu\text{g}.\text{Hz}^2$),
- $m_{\text{Filtre étalon}}$ la masse d'un filtre étalon (en μg),
- $f_{\text{Filtre étalon}}$ la fréquence d'oscillation de la microbalance avec le filtre étalon (en Hz),
- f_0 la fréquence d'oscillation de la microbalance sans le filtre étalon (en Hz).

L'incertitude sur la constante d'étalonnage est donc une combinaison :

- De l'incertitude-type sur le filtre étalon $u(m_{\text{Filtre étalon}})$ qui est liée à l'incertitude de justesse sur la masse du filtre étalon donnée par le certificat d'étalonnage et à la dérive de la masse du filtre étalon entre deux étalonnages,

- Des incertitudes-types sur les fréquences d'oscillation $u(f_0)$ et $u(f_{\text{Filtre étalon}})$ qui sont liées à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Dans le cas des mesures de concentrations massiques de particules par microbalance à fréquence variable, la modification de la valeur de la constante d'étalonnage K_0 en cas de constat d'une variation de sa valeur par rapport à celle initialement déterminée en usine, lors de l'utilisation des filtres étalons, n'est pas systématique. En effet, au vu de l'expérience acquise sur la mise en œuvre de ces microbalances, le constructeur préconise la procédure suivante :

- Lorsque l'écart relatif entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée avec les filtres étalons et celle déterminée initialement en usine est inférieur ou égal à 2,5 %, la valeur de la constante d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Par contre, un écart relatif supérieur à 2,5 % met en évidence, dans la majorité des cas, un problème technique plutôt qu'une dérive de la constante d'étalonnage ; il convient alors de prévenir le constructeur pour une maintenance de l'appareil de mesure qui, au vu des problèmes détectés, jugera de la pertinence d'une modification éventuelle de la constante d'étalonnage.

L'incertitude-type sur la constante d'étalonnage peut donc être estimée à partir :

- Soit de l'erreur maximale tolérée indiquée par le constructeur, à savoir 2,5% de la constante d'étalonnage ; dans ce cas, l'incertitude-type sur la constante d'étalonnage sera calculée de la façon suivante :

$$u(K_0) = \frac{0,025 \times K_0}{\sqrt{3}}$$

- Soit d'une valeur fixée sur la base des résultats des essais effectués par l'utilisateur ; l'incertitude-type pourra être calculée par analyse des écarts entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée initialement en usine et celles déterminées lors des vérifications du réglage.

2.5.2 Incertitude-type sur les fréquences d'oscillation $u(f_1)$ et $u(f_2)$ (en Hz)

Il est considéré que l'incertitude-type sur les fréquences d'oscillation est liée à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Les incertitudes liées à la répétabilité de la microbalance lorsqu'elle oscille aux fréquences f_1 et f_2 peuvent être calculées à partir des résultats des répétitions de la mesure avec un filtre étalon, car la valeur de la fréquence d'oscillation obtenue avec le filtre étalon est du même ordre de grandeur que celle obtenue lors des mesures de particules collectées sur site.

Lors des mesurages pour déterminer la répétabilité de la méthode, l'influence de la résolution de la microbalance est incluse dans les écarts de mesure. L'incertitude-type associée aux fréquences d'oscillation est donc posée comme étant égale à l'incertitude-type liée à la répétabilité.

Avec le filtre étalon, l'incertitude-type associée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation $u(f_{\text{Filtre étalon}})$ est calculée selon l'équation

$$\text{suivante : } u(f_{\text{Filtre étalon}}) = u(f_1) = u(f_2) = s_{rf} = \sqrt{\frac{\sum (x_{if} - x_f)^2}{n-1}} \quad (7)$$

Avec :

- $u(f_{\text{Filtre étalon}})$ l'incertitude-type liée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),

- $u(f_1)$ l'incertitude-type sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules (en Hz),
- $u(f_2)$ l'incertitude-type sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules (en Hz),
- s_{ff} l'écart-type de répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- x_{ff} la $i^{\text{ième}}$ mesure de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- \bar{x}_f la valeur moyenne des n mesures de la fréquence d'oscillation obtenues pour le filtre étalon lors de l'évaluation de la répétabilité de la microbalance (en Hz).

Toutefois, dans certains cas, l'écart-type de répétabilité peut être inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution. Par conséquent, pour éviter de sous-estimer l'incertitude de lecture, il convient de comparer l'écart-type de répétabilité et l'incertitude-type liée à la résolution.

Dans le cas où l'écart-type de répétabilité est inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte et les incertitudes sur les fréquences d'oscillation devient égale à :

$$u(f_1) = u(f_2) = \left(\frac{\text{Rés}}{2\sqrt{3}} \right) \quad (8)$$

Avec :

- Rés la résolution de la microbalance (en Hz).

2.5.3 Incertitude-type de linéarité $u(C_{\text{Linéarité}})$ (en μg)

La linéarité de la microbalance peut être contrôlée par utilisation de filtres étalons de masses différentes répartis sur une partie de la gamme de mesure de la microbalance, après vérification de la constante d'étalonnage de la microbalance.

En règle générale, l'écart de linéarité est défini comme le résidu maximum entre les masses données par la droite de régression linéaire et les masses mesurées avec les filtres étalons.

Or, en utilisation habituelle, l'équation de cette droite de régression linéaire ne sert pas à corriger les valeurs mesurées. Calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité sur la base de ce résidu risque donc de minimiser sa valeur.

Il est donc préférable de calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité en prenant comme résidu maximum $X_{lin,max}$, l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée pour le filtre étalon et la valeur « vraie » du filtre étalon. L'écart $X_{lin,max}$ sera donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a la même probabilité égale que l'écart de linéarité soit égal à une valeur de l'intervalle défini par $[-X_{lin,max} ; +X_{lin,max}]$. Il est donc appliqué une loi uniforme, ce qui conduit, pour une masse de particules Δm_{QH} collectée sur une moyenne quart horaire, à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{lin,max}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_{QH}}{100} \quad (9)$$

Avec :

- $u(C_{Linéarité})$ l'incertitude-type liée à la linéarité (en μg),
- $X_{lin,max}$ l'écart relatif maximum entre la masse mesurée et la masse « vraie » (en % de la masse mesurée lors du test de linéarité),
- Δm_{QH} la masse quart-horaire de particules collectées (en μg).

2.5.4 Incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ (en min)

L'incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ est calculée de la façon suivante en utilisant une loi uniforme :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (10)$$

Avec :

- $u(t)$ l'incertitude-type sur le temps de prélèvement (en min),
- a l'erreur sur le temps de prélèvement (étendue) (en min).

L'erreur sur le temps de prélèvement a peut être prise égale à la valeur de caractéristique de performance annoncée par le fabricant à savoir 2s, ou peut être vérifiée à l'aide d'un chronomètre calé par exemple sur l'horloge parlante.

2.5.5 Incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ (en m^3/min)

L'incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ est liée à l'incertitude du débit de prélèvement donnée par le certificat d'étalonnage du dispositif d'étalonnage, à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance, et à la répétabilité du débit de prélèvement de la microbalance, ce qui conduit à une incertitude-type sur le débit de prélèvement de :

$$u(Q) = \sqrt{\left(\frac{U(Étalonnage_{Q_{étal}})}{2}\right)^2 + (u_{Écart\ Consigne})^2 + (s_{r,Qmicrobalance})^2} \quad (11)$$

Avec :

- $u(Q)$ l'incertitude-type sur le débit de prélèvement de la microbalance (en m^3/min),
- $U(Étalonnage_{Q_{étal}})$ l'incertitude élargie de justesse sur le débit de prélèvement donnée sur le certificat d'étalonnage (en m^3/min),
- $u_{Écart\ Consigne}$ l'incertitude-type due à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance (en m^3/min),
- $s_{r,Qmicrobalance}$ l'écart-type de répétabilité du débit de prélèvement (en m^3/min).

Concernant l'incertitude-type liée à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance, elle peut être calculée :

- Soit à partir de l'écart maximum annoncé par le constructeur, à savoir 5% ; dans ce cas, l'incertitude liée à l'écart entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et la valeur indiquée par la microbalance sera calculée comme indiqué ci-après

$$u_{\text{Ecart Consigne}} = \frac{0,05 \times Q}{\sqrt{3}}$$

- Soit à partir de l'analyse, par l'utilisateur, des écarts qu'il a observés entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance.

NOTE L'écart observé entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance peut être dû à une dérive des capteurs de pression ou de température, et/ou de la carte électronique.

2.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

L'appareil de mesure est équipé soit d'une sortie analogique, soit d'une sortie numérique. La concentration mesurée est enregistrée par un système d'acquisition, puis les données sont transmises au poste central pour stockage, traitement et validation.

L'incertitude-type due au système d'acquisition est liée à l'écart que peut générer le système d'acquisition entre le signal émis en sortie de l'appareil de mesure qu'il reçoit, et celui qu'il transmet au poste central. Cet écart dépend de la résolution du système d'acquisition, de sa répétabilité et de sa justesse.

Selon que le système d'acquisition est étalonné ou qu'il est contrôlé par l'utilisateur, l'incertitude-type associée à la centrale d'acquisition prise en compte dans le budget d'incertitude sera obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il conviendra, pour calculer l'incertitude-type associée au système d'acquisition, de convertir le résultat d'étalonnage en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2} \right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (12)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou dans le constat de vérification exprimée en « équivalent concentration » (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$ l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2} \right)^2 + \frac{\text{Rés}^2}{2\sqrt{3}}} \quad (13)$$

Avec : Rés la résolution de la centrale d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

- A partir de données issues du contrôle effectué par l'utilisateur : dans ce cas il peut être défini, par exemple, une EMT basée sur l'analyse des écarts observés par l'utilisateur lors de l'utilisation de filtres étalons. L'incertitude-type associée au système d'acquisition doit également tenir compte de la répétabilité calculée en réalisant des séries de simulations de transmissions de données et de la résolution du système. Cette dernière étant prise en compte lors de la détermination de la répétabilité, l'incertitude associée au système d'acquisition est alors donnée par :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}} \right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (14)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $EMT_{\text{Système d'acquisition}}$ l'erreur maximale admissible du système d'acquisition fixée par l'utilisateur, traduisant l'erreur de justesse maximale admissible (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$ l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \frac{R\acute{e}s^2}{2\sqrt{3}}} \quad (15)$$

Avec : $R\acute{e}s$ la résolution du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

2.5.7 Incertitude-type due à la reproductibilité sur site $u(C_{\text{reproductibilité sur site}})$ en $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Cette reproductibilité vise à quantifier la variabilité de fabrication du type d'appareil considéré.

Pour déterminer la reproductibilité sur site, deux microbalances équipées de leur dispositif de prélèvement sont installés en parallèle sur un même site, de telle sorte que la réponse de l'une n'influe pas sur la réponse de l'autre et que la durée de l'essai couvre un domaine de concentration et de variation des paramètres d'influence suffisamment large.

Pendant cette période, les écarts entre les concentrations massiques quart-horaires de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (16)$$

Avec :

- $D_{f,i}$ l'écart entre les concentrations massiques quart-horaires de particules données par les 2 appareils de mesure au $i^{\text{ème}}$ mesurage parallèle (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $(L_{1,f})_i$ la $i^{\text{ème}}$ concentration massique quart-horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 1 (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $(L_{2,f})_i$ la $i^{\text{ème}}$ concentration massique quart-horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 2, correspondant à la même période que celle prise pour l'appareil de mesure 1 (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Cette méthode permet d'évaluer les écarts entre deux appareils de mesure fonctionnant sur le principe de la microbalance à variation de fréquence aux mêmes conditions d'environnement et de

matrice, et donc de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre les deux instruments de mesure qui devraient avoir les mêmes performances. Il est à noter que les écarts calculés sont liés, pour les paramètres d'influence physiques et pour les interférents, aux conditions environnementales du site sur lequel les appareils de mesure sont évalués : l'absence de certains facteurs d'influence ou une faible variation de leur valeur pendant l'essai sur site peut conduire à une sous-estimation des écarts potentiels entre les deux appareils et donc de l'écart-type de reproductibilité.

L'incertitude-type obtenue est calculée à partir des écarts en utilisant l'équation ci-après :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}}{\frac{2n}{L}} \times C_{m,QH} \quad (17)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$ l'incertitude-type due à la reproductibilité sur site (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $D_{f,i}$ l'écart entre les concentrations massiques quart-horaires données par les 2 appareils de mesure dans l'air ambiant au $i^{\text{ème}}$ mesurage parallèle (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- \bar{L} la concentration massique moyenne durant l'essai sur site (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- n le nombre de mesures faites en parallèle,
- $C_{m,QH}$ la concentration massique quart-horaire de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

2.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesures $u(C_{\text{Moyennage}})$, au dispositif de prélèvement $u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$, au milieu $u(C_{\text{Milieu}})$ et à la matière $u(C_{\text{Matière}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents en se basant sur la démarche développée par le GUM correspond à une approche « théorique ». Cependant, dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesures (écart de réponse de l'appareil de mesure obtenu lorsqu'on observe des variations à court terme de la concentration de particules dans l'air prélevé par rapport à la réponse qui serait obtenue pour la mesure d'un niveau constant et équivalent à la moyenne des variations de concentration),
- Au dispositif de prélèvement,
- Au milieu (Influence de la température environnante et de la tension d'alimentation),
- A la matière (Influence des interférents ; influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz).

En effet, pour pouvoir évaluer les incertitudes-types liées au moyennage des mesures, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait pouvoir, disposer d'un générateur délivrant des concentrations connues et stables de particules. Or, à l'heure actuelle, comme il n'existe pas de générateur répondant à ces spécifications, les incertitudes-types citées ci-dessus ne peuvent pas être déterminées individuellement.

Une voie possible pour évaluer l'impact de ces composantes est de comparer l'incertitude globale calculée selon la méthode GUM à l'intervalle de confiance obtenu par des d'essais d'intercomparaison sur site. L'écart entre les résultats de l'approche GUM sans la prise en compte des composantes citées ci-dessus et des d'essais d'intercomparaison peut donner un ordre de grandeur de la contribution dans l'incertitude de l'effet de moyennage, du dispositif de prélèvement et des facteurs d'influence (facteurs environnementaux et interférents). Cette comparaison des résultats ne peut toutefois donner qu'un ordre de grandeur, car lors des essais sur site, tous les facteurs d'influence ne sont pas forcément présents ou leur variation peut être limitée pendant les essais.

2.5.9 Tableau récapitulatif des éléments nécessaires et de leur source pour l'estimation des incertitudes-types

Dans le tableau qui suit sont récapitulés les éléments nécessaires pour estimer les incertitudes-types associées au processus de mesure des particules par microbalance.

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Constante d'étalonnage	Justesse, répétabilité, résolution	$u(K_0)$	$\mu\text{g}\cdot\text{Hz}^2$	EMT ou valeur fixée par l'utilisateur sur la base des vérifications effectuées
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance initiale avant collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_1)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 7 et 8)
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance après collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_2)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 7 et 8)
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	μg	Test réalisé par l'utilisateur (Equation 9)
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 10
Débit de prélèvement	Justesse	$u(\text{Etalonnage}_{Q_{\text{étal}}})$	m^3/min	Certificat d'étalonnage
	Ecart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance	$u_{\text{Ecart Consigne}}$	m^3/min	EMT fixée par le constructeur
	Répétabilité du débit de prélèvement	$S_{r,\text{microbalance}}$	m^3/min	Test réalisé par l'utilisateur
		$u(Q)$	m^3/min	Equation 11

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Système d'acquisition	Justesse	$u(Etalonage_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 12 et 13
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
		$u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
	Justesse	$EMT_{\text{Système d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
		$u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Equations 14 et 15
Reproductibilité sur site	Ecart-type de reproductibilité	$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Ecarts entre deux microbalances fonctionnant aux mêmes conditions d'environnement et de matrice Equations 16 et 17
Moyennage des mesures		$u(C_{\text{Moyennage}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable pour l'instant
Dispositif de prélèvement	Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable pour l'instant
Facteurs d'influence	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence			Non évaluable pour l'instant
Milieu (Température environnante et tension d'alimentation)		$u(C_{\text{Milieu}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
Matière (Interférents ;influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)		$u(C_{\text{Matière}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	

2.6 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique quart-horaire de particules $C_{m,QH}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

2.6.1 Concentration massique quart-horaire de particules $C_{m,QH}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Comme vu au chapitre 2.4.1, la variance $u^2(C_{m,QH})$ sur la concentration massique quart-horaire de particules est fonction de :

$$u^2(C_{m,QH}) = f(\Delta m_{QH}, Q, t, \sum \text{Corrections}_1)$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (1) et (2) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,QH}) = & \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial \Delta m_{QH}} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{QH}) + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left(\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (18)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial \Delta m_{QH}} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_{QH}}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_{QH}}{Q \times t^2}$$

$$\frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} = \frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} = \frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} = \frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} = \frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Matière}}} = \frac{\partial C_{m,QH}}{\partial C_{\text{Milieu}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (18) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,QH}) = & \left(\frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{QH}) + \left(\frac{-\Delta m_{QH}}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{-\Delta m_{QH}}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) \\ & + u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (19)$$

Avec :

— $u^2(C_{m,QH})$ la variance sur la concentration massique quart-horaire de particules,

— Q le débit de prélèvement,

- t le temps de prélèvement,
- $u^2(\Delta m_{QH})$ la variance sur la masse quart-horaire de particules collectées,
- $u^2(Q)$ la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$ la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Système d'acquisition}})$ la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$ la variance due à la reproductibilité,
- $u^2(C_{\text{Moyennage}})$ la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Matière}})$ la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{\text{Milieu}})$ la variance due à l'influence du milieu.

2.6.2 Masse quart-horaire de particules collectées Δm_{QH} (en μg)

Comme vu au chapitre 2.4.1, la variance $u^2(\Delta m_{QH})$ sur la masse quart-horaire de particules collectées est fonction de :

$$u^2(\Delta m_{QH}) = f(K_0, f_1, f_2, \text{Corrections}_2)$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (3) et (4) conduit à :

$$u^2(\Delta m_{QH}) = \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial K_0} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_1} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_2} \right)^2 \times u^2(f_2) + \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Linéarité}}) + 2 \times \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_1} \right) \times \left(\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_2} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) \quad (20)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial K_0} = \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_1} = \frac{2K_0}{f_1^3} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial f_2} = \frac{-2K_0}{f_2^3}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{QH}}{\partial C_{\text{Linéarité}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (20) est donc équivalente à :

$$u^2(\Delta m_{QH}) = \left(\frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left(\frac{2K_0}{f_1^3} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left(\frac{-2K_0}{f_2^3} \right)^2 \times u^2(f_2) + 2 \times \left(\frac{2K_0}{f_1^3} \right) \times \left(\frac{-2K_0}{f_2^3} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) + u^2(C_{\text{Linéarité}}) \quad (21)$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_{QH})$ la variance sur la masse quart-horaire de particules collectées,
- f_2 la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules,
- f_1 la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules,
- $u^2(K_0)$ la variance sur la constante d'étalonnage,
- K_0 la constante d'étalonnage,
- $u^2(f_1)$ la variance sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules,
- $u^2(f_2)$ la variance sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules,
- $u^2(C_{\text{Linéarité}})$ la variance de linéarité.

2.7 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Comme vu au chapitre 2.4.2, la variance $u^2(\overline{C}_{m,j})$ sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = f(C_{m,QH}, N)$$

L'incertitude-type composée est déterminée en se basant sur la norme NF ISO 11222 "Qualité de l'air - Détermination de l'incertitude de mesure de la moyenne temporelle des mesurages de la qualité de l'air" et en appliquant le raisonnement développé dans le chapitre 5 de la partie 2 du présent guide, ce qui conduit à :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = u^2(C_{m,QH}) + \frac{N_{\max} - N}{N_{\max} \times N \times (N - 1)} \sum_{i=1}^N (C_{m,QH} - \overline{C}_{m,j})^2 \quad (22)$$

Avec :

- $u^2(\overline{C}_{m,j})$ la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- $u^2(C_{m,QH})$ la variance sur la concentration massique quart-horaire de particules,
- N_{\max} le nombre de résultats de mesure correspondant à une couverture totale de la période de moyennage (sur une journée, $N_{\max} = 96$),

— N le nombre de mesurages relevés sur la journée.

2.8 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement k généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules $\bar{C}_{m,j}$ sont calculées comme suit :

$$U(\bar{C}_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(\bar{C}_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(\bar{C}_{m,j})} \quad (23)$$

$$U_{rel}(\bar{C}_{m,j}) = \frac{U(\bar{C}_{m,j})}{\bar{C}_{m,j}} \times 100 \quad (24)$$

Avec :

- $U(\bar{C}_{m,j})$ l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules $\bar{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $u(\bar{C}_{m,j})$ l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules $\bar{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- k le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(\bar{C}_{m,j})$ l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules $\bar{C}_{m,j}$ (en %).

Une application numérique est donnée en Annexe A.

3 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β

3.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant utilisée dans la jauge radiométrique (dite « jauge β ») est basée sur l'absorption du rayonnement β par la matière particulaire. Le rayonnement β , émis par une source radioactive (ex : ^{14}C) est absorbé par collision avec le dépôt de particules obtenu par prélèvement d'air ambiant sur un média filtrant. Cette absorption est reliée à la masse de particules déposées sur le filtre, indépendamment de leur nature physico-chimique.

L'appareil mesure l'absorption du rayonnement β et donc la masse de particules déposée de manière séquentielle sur une base de temps réglable (1/2, 1, 2, 4, 8, 12 et 24 heures). A chaque temps d'accumulation (cycle), une mesure N_1 de l'intensité du rayonnement β est faite sur le filtre vierge, une autre N_2 sur le filtre chargé en fin de cycle, de façon à s'affranchir du risque d'hétérogénéité du ruban filtre.

La masse est reliée au rapport entre les 2 mesures du rayonnement β selon la relation suivante :

$$\Delta m = \frac{1}{K} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) \quad (25)$$

Avec :

- Δm la masse de particules collectées (en μg),
- K le coefficient d'absorption massique déterminé expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument (μg^{-1}), dont l'expression est :

$$\frac{1}{K} = aX$$

Avec :

- $a = 2 \left(\frac{0,156}{0,022} \right)^{\frac{4}{3}}$ la constante empirique liée à la loi physique d'absorption [0] et à la surface de mesure (il est postulé qu'il n'y a pas d'incertitude sur a),
- X le coefficient d'étalonnage de la jauge β .
- N_1 le comptage sur le filtre vierge (en coup/s),
- N_2 le comptage sur le filtre empoussiéré (en coup/s).

Le volume d'air prélevé étant déterminé à partir des conditions de prélèvement (débit et temps de prélèvement), la concentration est obtenue en divisant la masse mesurée par le volume d'échantillon prélevé.

NOTE 1 Cette méthode de mesure est à priori valable pour tout type de prélèvement (PM_{10} , $\text{PM}_{2.5}$...).

NOTE 2 Afin d'obtenir de meilleures performances (justesse, exactitude), les AASQA utilisent un pas de temps pour le cycle de mesure, suffisamment long (ex : quelques heures) pour que la quantité de particules déposées sur le filtre soit maximale.

NOTE 3 Dans le cas de la jauge β , la totalité du volume de prélèvement est filtré et analysé.

3.2 Définition du mesurande

Le mesurande est la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant de type PM_x (ex : PM_{10}), déterminée en amont de la tête de prélèvement et intégrée sur un pas de temps choisi par l'utilisateur en tenant compte de la transmission des données au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute recommandée est une donnée obtenue sur un pas de temps **journalier** ; dans la suite du document, le budget d'incertitudes est établi sur la base de ce pas de temps. Pour l'utilisation de tout autre pas de temps, il conviendra d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station couvre les concentrations comprises entre 0 et $1000 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Le mesurande correspond donc à une concentration massique journalière de particules (au niveau du poste central) exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ aux conditions standards (20°C et $101,3 \text{ kPa}$).

3.3 Analyse du processus de mesure

3.3.1 Méthode des « 5 M » - recherche des causes d'erreurs

Cette méthode décrite dans la partie 1 permet, à partir d'une très bonne connaissance du processus de mesurage, de répertorier toutes les causes possibles d'incertitude.

Les grandeurs ayant une influence sur la mesure des concentrations massiques journalières de particules sont détaillées dans les paragraphes ci-après, puis résumées dans un diagramme des « 5M ».

3.3.2 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

— Le dispositif de prélèvement

Des pertes dans le dispositif de prélèvement peuvent être détectées : celles-ci peuvent provenir d'un piégeage des particules dans le dispositif de prélèvement, par exemple en cas de présence d'humidité résiduelle dans le dispositif de prélèvement.

NOTE Pour s'affranchir de cette influence, il conviendra de respecter les procédures d'entretien préconisées par le fournisseur. Dans le cas de la jauge β , les phénomènes de perte sont cependant limités dans la mesure où le circuit fluidique est simple et où l'intégralité du prélèvement est analysé.

— L'appareil de mesure

Les caractéristiques métrologiques de l'appareil de mesure utilisé (linéarité, dérive, répétabilité de la mesure...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

— Les étalons

L'incertitude liée aux étalons doit être prise en compte lors du réglage de l'appareil de mesure.

— Le système d'acquisition et la chaîne de transmission

La concentration mesurée est transmise à un système d'acquisition.

L'incertitude liée au système d'acquisition dépend de la résolution de celui-ci et de sa justesse.

3.3.3 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification et le réglage éventuel de la constante d'étalonnage spécifique à l'appareil de mesure, la mesure du débit et du temps de prélèvement, le traitement statistique des valeurs cycliques des concentrations massiques et l'arrondissement des concentrations massiques.

3.3.4 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil si elles varient au cours de la période de mesure et prennent des valeurs différentes de celles qu'elles avaient lors de la vérification du réglage de l'appareil de mesure : il s'agit de grandeurs physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure.

Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

3.3.5 La matière (air)

Les caractéristiques de l'air prélevé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil de mesure : il s'agit de la composition de l'air et de ses caractéristiques physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure. Les principales grandeurs d'influence sont :

- les interférents chimiques (composés (semi)volatils tels que le nitrate d'ammonium par exemple),
- les grandeurs d'influence physiques telles que la température, la pression et l'hygrométrie du gaz.

3.3.6 La main d'œuvre

L'opérateur a une influence sur la vérification du réglage de l'appareil de mesure (expérience, respect des procédures, maintenance...).

Cette influence est déjà prise en compte dans les valeurs de certaines caractéristiques de performance, du fait de la mise en œuvre d'essais pour les déterminer tels que les essais de reproductibilité...

3.3.7 Synthèse

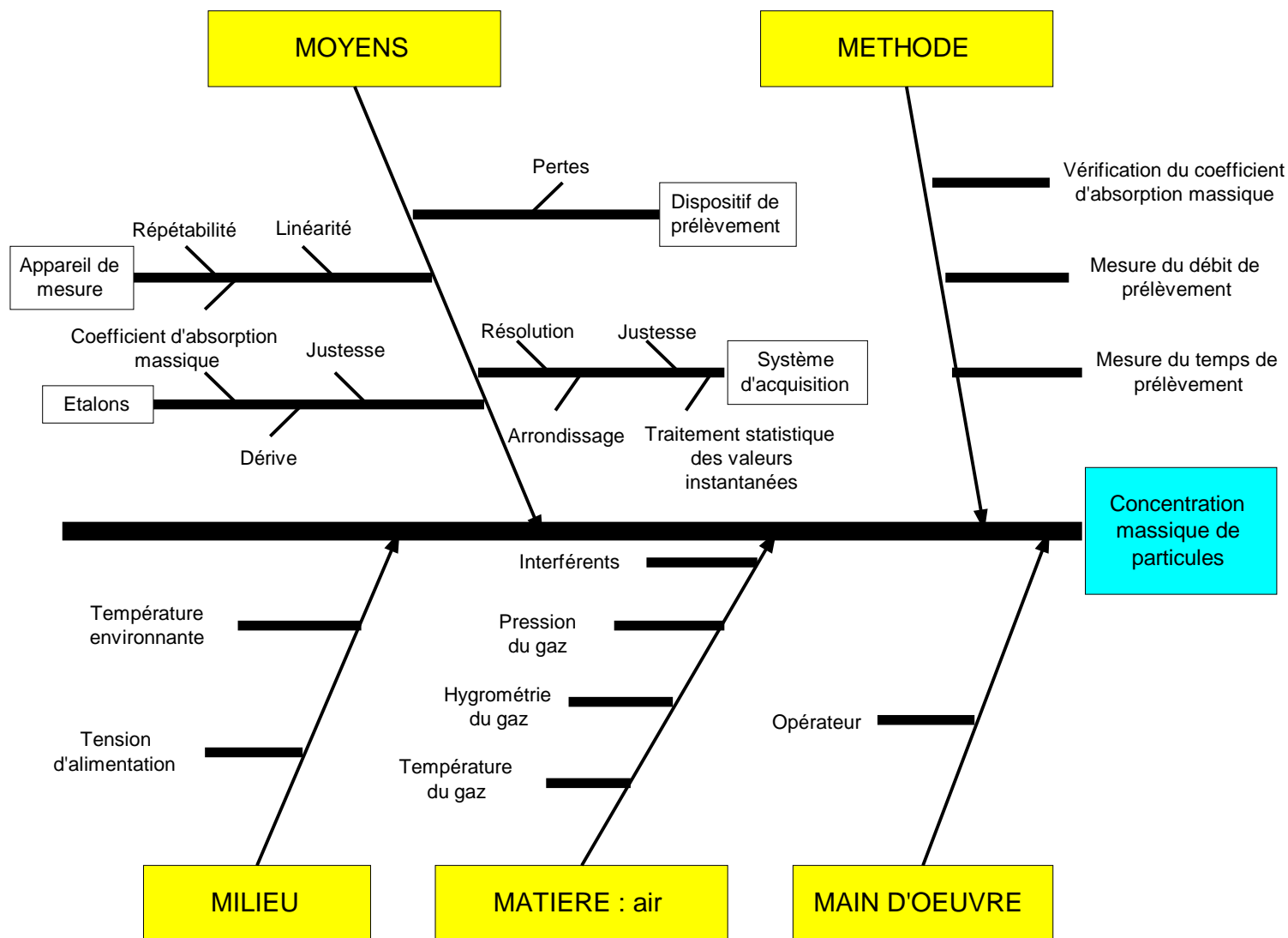


Figure 2 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par jauge β

3.4 Modèle mathématique

3.4.1 Expression de la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

D'après la méthode mise en œuvre et décrite au paragraphe 3.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$** est le suivant :

$$C_{m,j} = \frac{\Delta m_j}{Q \times t} + \sum \text{Corrections}_3 \quad (26)$$

Avec :

- $C_{m,j}$ la concentration massique journalière de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- Δm_j la masse journalière de particules collectées (en μg), dont l'expression figure en (28),
- Q le débit de prélèvement (en m^3/h),
- t le temps de prélèvement (en h),
- $\sum \text{Corrections}_3$ la somme des corrections (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$), dont l'expression figure ci-après.

$$\begin{aligned} \sum \text{Corrections}_3 = & C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} \\ & + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \end{aligned} \quad (27)$$

3.4.2 Expression de la masse journalière de particules collectées Δm_j (en μg)

La **masse journalière de particules collectées Δm_j** a pour expression :

$$\Delta m_j = \frac{1}{K} \ln \left(\frac{N_1}{N_2} \right) + \text{Correction}_4 \quad (28)$$

Avec :

- Δm_j la masse journalière de particules collectées (en μg),
- K le coefficient d'absorption massique qui est une constante déterminée expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil) (μg^{-1}),
- N_1 le comptage sur le filtre vierge (en coup/s),
- N_2 le comptage sur le filtre empoussiéré (en coup/s),
- Correction_4 la correction de linéarité (en μg), dont l'expression figure ci-après.

$$\text{Correction}_4 = C_{\text{Linéarité}} \quad (29)$$

3.5 Evaluation des incertitudes-types

Les expressions des incertitudes-types sont regroupées dans le tableau du chapitre 3.5.9

3.5.1 Incertitude-type sur le coefficient d'absorption massique $u(K)$ (en μg^{-1})

Le coefficient d'absorption massique K a pour expression :

$$\frac{1}{K} = aX \quad (30)$$

Avec :

- K le coefficient d'absorption massique,
- a un terme constant déterminé expérimentalement par le constructeur, propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil) et prenant en compte la surface de mesure sur le dépôt de particules. Il sera considéré que l'incertitude sur ce terme constant non modifiable est nulle,
- X le coefficient d'étalonnage sur lequel l'utilisateur peut agir.

L'incertitude sur le coefficient d'absorption massique ne dépend que du coefficient d'étalonnage dont la modification n'est due qu'au résultat du contrôle à l'aide d'une cale étalon de masse surfacique connue.

Dans le cas des mesures de concentrations massiques de particules par jauge β , la modification de la valeur du coefficient d'étalonnage lors de l'utilisation d'une cale étalon n'est pas systématique. En effet, au vu de l'expérience acquise sur la mise en œuvre des jauges radiométriques, le constructeur préconise la procédure suivante :

- Lorsque l'écart relatif entre la valeur du coefficient d'étalonnage déterminée avec la cale étalon et celle déterminée initialement en usine est inférieur ou égale à 5 %, la valeur du coefficient d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Par contre, un écart relatif supérieur à 5 % entraîne la modification du coefficient d'étalonnage.

L'incertitude-type sur le coefficient d'étalonnage peut donc être calculée :

- Soit à partir de l'erreur maximale tolérée indiquée par le constructeur, à savoir 5% du coefficient d'étalonnage ; dans ce cas, l'incertitude-type sur la constante d'étalonnage sera calculée de la façon suivante :

$$u(K) = \frac{0,05 \times K}{\sqrt{3}}$$

- Soit à une valeur fixée sur la base des résultats des essais effectués par l'utilisateur ; l'incertitude-type pourra être calculée par analyse des écarts entre la valeur du coefficient d'étalonnage déterminée initialement en usine et celles déterminées lors des vérifications du réglage.

3.5.2 Incertitudes-types sur les comptages $u(N_1)$ et $u(N_2)$ (en coup/s)

Il est considéré que l'incertitude-type sur les comptages est liée à la résolution et à la répétabilité de la jauge β .

Les écarts-types de répétabilité de la jauge β lors des comptages N_1 sur filtre vierge et N_2 après collecte de particules peuvent être calculés respectivement à partir des résultats des répétitions de la mesure sur le filtre vierge (« blanc ») et sur la cale étalon (« calibration »).

Lors des mesurages pour déterminer la répétabilité, l'influence de la résolution de la jauge β est incluse dans les écarts de mesure. L'incertitude-type associée aux comptages est donc posée comme étant égale à l'incertitude-type liée à la répétabilité.

Que ce soit sur le filtre vierge ou sur la cale étalon, l'incertitude-type sur la lecture du comptage $u(N_i)$ est égale à l'écart-type des résultats des répétitions de mesure dont le nombre est fixé par l'utilisateur.

Toutefois, dans la mesure où le constructeur considère une tolérance sur l'écart-type (« blanc » et « calibration ») de 5%, il peut être défini une EMT basée sur cet écart relatif maximum toléré lors du contrôle de la jauge β (conformité du compteur Geiger et utilisation de cale étalon).

L'incertitude-type sur les comptages est alors posée comme étant égale à :

$$u(N_1) = u(N_2) = \frac{0,05 \bar{N}}{\sqrt{3}} \quad (31)$$

Avec : \bar{N} la valeur moyenne du comptage sur le filtre vierge ou sur la cale étalon (en coup/s).

3.5.3 Incertitude-type de linéarité $u(C_{\text{Linéarité}})$ (en μg)

La linéarité de la jauge β peut être contrôlée par utilisation de cales étalons de masses surfaciques différentes réparties sur une partie de la gamme de mesure de la jauge β , après vérification du coefficient d'absorption massique de la jauge β .

En règle générale, l'écart de linéarité est défini comme le résidu maximum entre les valeurs données par la droite de régression linéaire et les résultats de mesure.

Or, en utilisation habituelle, l'équation de cette droite de régression linéaire ne sert pas à corriger les valeurs mesurées. Calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité sur la base de ce résidu risque donc de minimiser sa valeur.

Il est donc préférable de calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité en prenant comme résidu maximum $X_{\text{lin,max}}$, l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée de la cale étalon et la valeur « vraie » de la cale étalon. L'écart $X_{\text{lin,max}}$ sera donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a une probabilité égale que l'écart de linéarité soit égal à une valeur de l'intervalle défini par $[-X_{\text{lin,max}} ; +X_{\text{lin,max}}]$. Il est donc appliqué une loi uniforme : l'écart maximum est divisé par $\sqrt{3}$ pour calculer l'incertitude-type due à la linéarité $u(C_{\text{Linéarité}})$, ce qui conduit, pour une masse de particules collectée Δm_j , à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{\text{lin,max}}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_j}{100} \quad (32)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Linéarité}})$ l'incertitude-type liée à la linéarité (en μg),
- $X_{\text{lin,max}}$ l'écart relatif maximum entre la masse mesurée et la masse « vraie » (en % de la masse surfacique mesurée lors du test de linéarité),
- Δm_j la masse journalière de particules collectées (en μg).

3.5.4 Incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ (en h)

L'incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ est calculée de la façon suivante en utilisant une loi uniforme :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (33)$$

Avec :

- $u(t)$ l'incertitude-type sur le temps de prélèvement (en h),
- a l'erreur sur le temps de prélèvement (étendue) (en h).

L'erreur sur le temps de prélèvement a peut être prise égale à la valeur de caractéristique de performance annoncée par le fabricant à savoir $2s$, ou peut être vérifiée à l'aide d'un chronomètre calé par exemple sur l'horloge parlante.

3.5.5 Incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ (en m^3/h)

L'incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ est liée à l'incertitude du débit de prélèvement donnée par le certificat d'étalonnage du moyen de référence, à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β , et à la répétabilité du débit de prélèvement de la jauge β ce qui conduit à une incertitude-type sur le débit de prélèvement de :

$$u(Q) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage_Q)}{2}\right)^2 + (u_{Ecart\ Consigne})^2 + (s_{r,Qjaug\beta})^2} \quad (34)$$

Avec :

- $u(Q)$ l'incertitude-type sur le débit de prélèvement (en m^3/h),
- $U(Etalonnage_Q)$ l'incertitude élargie de justesse sur le débit de prélèvement donnée sur le certificat d'étalonnage (en m^3/h),
- $u_{Ecart\ Consigne}$ l'incertitude due à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β (en m^3/h),
- $s_{r,Qjaug\beta}$ l'écart-type de répétabilité du débit de prélèvement (en m^3/min).

Concernant l'incertitude-type liée à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β , elle peut être calculée :

- Soit à partir de l'écart maximum annoncé par le constructeur à savoir 10% ; dans ce cas, l'incertitude liée à l'écart entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et la valeur indiquée par la jauge β est calculée comme indiqué ci-après :

$$u_{Ecart\ Consigne} = \frac{0,10 \times Q}{\sqrt{3}}$$

- Soit à partir de l'analyse, par l'utilisateur, des écarts qu'il a observés entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β .

3.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

L'appareil de mesure est équipé soit d'une sortie analogique soit d'une sortie numérique. La concentration mesurée est enregistrée par un système d'acquisition, puis les données sont transmises au poste central pour stockage, traitement et validation.

L'incertitude-type due au système d'acquisition est liée à l'écart que peut générer le système d'acquisition entre le signal émis en sortie de l'appareil de mesure qu'il reçoit, et celui qu'il transmet au poste central. Cet écart dépend de la résolution du système d'acquisition, de sa répétabilité et de sa justesse.

Selon que le système d'acquisition est étalonné ou qu'il est contrôlé par l'utilisateur, l'incertitude-type associée à la centrale d'acquisition prise en compte dans le budget d'incertitude sera obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il conviendra, pour calculer l'incertitude-type associée au système d'acquisition, de convertir le résultat d'étalonnage en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2} \right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (35)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou dans le constat de vérification exprimée en « équivalent concentration » (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$ l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2} \right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}}{2\sqrt{2}} \right)^2} \quad (36)$$

Avec : Rés la résolution de la centrale d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

- A partir de données issues du contrôle effectué par l'utilisateur : dans ce cas il peut être défini, par exemple, une EMT basée sur l'analyse des écarts observés par l'utilisateur lors de l'utilisation de cales étalons. L'incertitude-type associée au système d'acquisition doit également tenir compte de la répétabilité calculée en réalisant des séries de simulations de transmissions de données et de la résolution du système. Cette dernière étant prise en compte lors de la détermination de la répétabilité, l'incertitude associée au système d'acquisition est alors donnée par :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{\text{EMT}_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}} \right)^2 + S_{r,\text{système d'acquisition}}^2} \quad (37)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $EMT_{\text{Système d'acquisition}}$ l'erreur maximale admissible du système d'acquisition fixée par l'utilisateur, traduisant l'erreur de justesse maximale admissible (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $S_{r,\text{système d'acquisition}}$ l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{R\acute{e}s}{\sqrt{2}} \right)^2} \quad (38)$$

Avec : $R\acute{e}s$ la résolution du système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

3.5.7 Incertitude-type due à la reproductibilité sur site $u(C_{\text{reproductibilité sur site}})$ en $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Cette reproductibilité vise à quantifier la variabilité de fabrication du type d'appareil considéré.

Pour déterminer la reproductibilité sur site, deux jauges β équipées de leur dispositif de prélèvement sont installés en parallèle sur un même site, de telle sorte que la réponse de l'une n'influe pas sur la réponse de l'autre et que la durée de l'essai couvre un domaine de concentration et de variation des paramètres d'influence suffisamment large.

Pendant cette période, les écarts entre les concentrations massiques journalières de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (39)$$

Avec :

- $D_{f,i}$ l'écart entre les concentrations massiques journalières de particules données par les 2 appareils de mesure au $i^{\text{ème}}$ mesurage parallèle (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $(L_{1,f})_i$ la $i^{\text{ème}}$ concentration massique journalière de particules donnée par l'appareil de mesure 1 (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $(L_{2,f})_i$ la $i^{\text{ème}}$ concentration massique journalière de particules donnée par l'appareil de mesure 2, correspondant à la même période que celle prise pour l'appareil de mesure 1 (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Cette méthode permet d'évaluer les écarts entre deux appareils de mesure fonctionnant sur le principe de l'absorption du rayonnement β aux mêmes conditions d'environnement et de matrice, et donc de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre les deux instruments de mesure qui devraient avoir les mêmes performances. Il est à noter que les écarts calculés sont liés, pour les paramètres d'influence physiques et pour les interférents, aux conditions environnementales du site sur lequel les appareils de mesure sont évalués : l'absence de certains facteurs d'influence ou une faible variation de leur valeur pendant l'essai sur site peut conduire à une sous-estimation des écarts potentiels entre les deux appareils et donc de l'écart-type de reproductibilité.

L'incertitude-type obtenue est calculée à partir des écarts en utilisant l'équation ci-après :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}}{\sqrt{2n}} \times C_{m,QH} \quad (40)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$ l'incertitude-type due à la reproductibilité sur site (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $D_{f,i}$ l'écart entre les concentrations massiques journalières données par les 2 appareils de mesure dans l'air ambiant au $i^{\text{ème}}$ mesurage parallèle (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- \bar{L} la concentration massique moyenne durant l'essai sur site (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- n le nombre de mesures faites en parallèle,
- $C_{m,QH}$ la concentration massique journalière de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

3.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesures $u(C_{\text{Moyennage}})$, au dispositif de prélèvement $u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$, au milieu $u(C_{\text{Milieu}})$ et à la matière $u(C_{\text{Matière}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents en se basant sur la démarche développée par le GUM correspond à une approche « théorique ». Cependant, dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesures (écart de réponse de l'appareil de mesure obtenu lorsqu'on observe des variations à court terme de la concentration de particules dans l'air prélevé par rapport à la réponse qui serait obtenue pour la mesure d'un niveau constant et équivalent à la moyenne des variations de concentration),
- Au dispositif de prélèvement,
- Au milieu (Influence de la température environnante et de la tension d'alimentation),
- A la matière (Influence des interférents ; influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz).

En effet, pour pouvoir évaluer les incertitudes-types liées au moyennage des mesures, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait pouvoir, par exemple, disposer d'un générateur délivrant des concentrations connues et stables de particules. Or, à l'heure actuelle, comme il n'existe pas de générateur répondant à ces spécifications, les incertitudes-types citées ci-dessus ne peuvent pas être déterminées individuellement.

Une voie possible pour évaluer l'impact de ces composantes est de comparer l'incertitude globale calculée selon la méthode GUM à l'intervalle de confiance obtenu par des essais d'intercomparaison sur site. L'écart entre les résultats de l'approche GUM sans la prise en compte des composantes citées ci-dessus et des d'essais d'intercomparaison peut donner un ordre de grandeur de la contribution dans l'incertitude de l'effet de moyennage, du dispositif de prélèvement et des facteurs d'influence (facteurs environnementaux et interférents). Cette comparaison des résultats ne peut toutefois donner qu'un ordre de grandeur, car lors des essais sur site, tous les facteurs d'influence ne sont pas forcément présents ou leur variation peut être limitée pendant les essais.

3.5.9 Tableau récapitulatif des éléments nécessaires et de leur source pour l'estimation des incertitudes-types

Dans le tableau qui suit sont récapitulés les éléments nécessaires pour estimer les incertitudes-types associées au processus de mesure des particules par jauge β .

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Éléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Coefficient d'absorption massique	Justesse	$u(K)$	μg^{-1}	EMT Equation 30
Comptage sur le filtre vierge	Répétabilité	$u(N_1)$	coup/s	EMT+ test « blanc » réalisé par l'utilisateur Equation 31
Comptage sur la cale étalon	Répétabilité	$u(N_2)$	coup/s	EMT + test « calibration » réalisé par l'utilisateur Equation 31
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	μg	Test réalisé par l'utilisateur Equation 32
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 33
Débit de prélèvement	Justesse	$u(\text{Étalonnage}_{Q_{\text{étal}}})$	m^3/min	Certificat d'étalonnage
	Ecart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β	$u_{\text{Ecart Consigne}}$	m^3/min	EMT fixée par le constructeur
	Répétabilité du débit de prélèvement	$S_{r,\text{jauge } \beta}$ $u(Q)$	m^3/min m^3/min	Test réalisé par l'utilisateur Equation 34
Système d'acquisition	Justesse	$u(\text{Étalonnage}_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 35 et 36
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
		$u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
	Justesse	$EMT_{\text{Système d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 37 et 38
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$ $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Reproductibilité sur site	Ecart-type de reproductibilité	$u(C_{Reproductibilité\ sur\ site})$	$\mu g/m^3$	Ecart entre deux jauges β fonctionnant aux mêmes conditions d'environnement et de matrice Equations 39 et 40
Moyennage des mesures	-	$u(C_{Moyennage})$	$\mu g/m^3$	Non évaluable pour l'instant
Dispositif de prélèvement	Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$	$\mu g/m^3$	Non évaluable pour l'instant
Facteurs d'influence Milieu (Température environnante et tension d'alimentation) Matière (Interférénts ;influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{Milieu})$ $u(C_{Matière})$	$\mu g/m^3$ $\mu g/m^3$	Non évaluable pour l'instant

3.6 Calcul de l'incertitude-type composée

3.6.1 Pour la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en $\mu g/m^3$)

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance $u^2(C_{m,j})$ sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

$$u^2(C_{m,j}) = f(\Delta m_j, Q, t, \sum Corrections_3)$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (26) et (27) conduit à :

$$\begin{aligned}
 u^2(C_{m,j}) = & \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial \Delta m_j} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\
 & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Système\ d'acquisition}} \right)^2 \times u^2(C_{Système\ d'acquisition}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Reproductibilité\ sur\ site}} \right)^2 \times u^2(C_{Reproductibilité\ sur\ site}) \\
 & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Moyennage}} \right)^2 \times u^2(C_{Moyennage}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Dispositif\ de\ prélèvement}} \right)^2 \times u^2(C_{Dispositif\ de\ prélèvement}) \\
 & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Matière}} \right)^2 \times u^2(C_{Matière}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{Milieu}} \right)^2 \times u^2(C_{Milieu})
 \end{aligned} \tag{41}$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial \Delta m_j} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_j}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_j}{Q \times t^2}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Matière}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Milieu}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (41) est donc équivalente à :

$$u^2(C_{m,j}) = \left(\frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left(\frac{-\Delta m_j}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{-\Delta m_j}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) + u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \quad (42)$$

Avec :

- $u^2(C_{m,j})$ la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- Q le débit de prélèvement,
- t le temps de prélèvement,
- $u^2(\Delta m_j)$ la variance sur la masse journalière de particules collectées,
- $u^2(Q)$ la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$ la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Système d'acquisition}})$ la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$ la variance due à la reproductibilité sur site,
- $u^2(C_{\text{Moyennage}})$ la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Matière}})$ la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{\text{Milieu}})$ la variance due à l'influence du milieu.

3.6.2 Pour la masse journalière de particules collectées Δm_j (en μg)

Comme vu au chapitre 3.4.2, la variance $u^2(\Delta m_j)$ sur la masse journalière de particules collectées est fonction de :

$$u^2(\Delta m_j) = f(K, N_1, N_2, \text{Corrections}_4)$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (28) et (29) conduit à :

$$u^2(\Delta m_j) = \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial K} \right)^2 \times u^2(K) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right)^2 \times u^2(N_1) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right)^2 \times u^2(N_2) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Linéarité}}) + 2 \times \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right) \times \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) \quad (43)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_j}{\partial K} = -\frac{1}{K^2} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} = \frac{1}{KN_2} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} = \frac{-N_1}{KN_2^2} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial C_{\text{Linéarité}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (43) est donc équivalente à :

$$u^2(\Delta m_j) = \left(\frac{-1}{K^2} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) \right)^2 \times u^2(K) + \left(\frac{1}{KN_2} \right)^2 \times u^2(N_1) + \left(\frac{-N_1}{KN_2^2} \right)^2 \times u^2(N_2) + 2 \times \left(\frac{1}{KN_2} \right) \times \left(\frac{-N_1}{KN_2^2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) + u^2(C_{\text{Linéarité}}) \quad (44)$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_j)$ la variance sur la masse journalière de particules collectées,
- K le coefficient d'absorption massique (qui est une constante déterminée expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil),
- N_1 le comptage sur le filtre vierge (test « blanc »),
- N_2 le comptage sur la cale étalon (test « calibration »),
- $u^2(K)$ la variance sur le coefficient d'absorption massique,
- $u^2(N_1)$ la variance sur le comptage sur le filtre vierge,
- $u^2(N_2)$ la variance sur le comptage sur la cale étalon,
- $u^2(C_{\text{Linéarité}})$ la variance de linéarité.

3.7 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement k généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ sont calculées comme suit :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} \quad (45)$$

$$U_{rel}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (46)$$

Avec :

- $U(C_{m,j})$ l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $u(C_{m,j})$ l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- k le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(C_{m,j})$ l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en %).

Une application numérique est donnée en Annexe B.

4 Estimation de l'incertitude élargie sur une mesure de concentration massique en particules obtenue par une méthode automatique à l'aide d'essais d'intercomparaison

4.1 Introduction

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents correspond à une approche « théorique ». Dans cette approche GUM, outre les composantes liées aux effets de moyennage, au dispositif de prélèvement et aux facteurs d'influence physiques et chimiques qui ne sont actuellement pas quantifiées en raison de l'absence de générateur de particules, il est difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées par exemple à la mise en œuvre de la mesure, à l'opérateur, au vieillissement des appareils pouvant conduire à l'évolution des caractéristiques de performance... Des essais d'intercomparaison peuvent permettre de donner un ordre de grandeur à la contribution des composantes citées ci-dessus, par comparaison du résultat obtenu avec l'approche GUM sans leur prise en compte dans le calcul du budget d'incertitude, au résultat obtenu lors d'essais d'intercomparaison.

Toutefois, l'approche par essais sur site présente également une limite dans la mesure où le résultat est étroitement lié aux conditions d'environnement et de matrice lors des essais. Une variation limitée des paramètres d'influence pendant les essais peut conduire à une sous-estimation de l'incertitude.

La méthode consiste à faire une comparaison entre la mesure au moyen d'un appareil automatique et un système de mesure ayant le statut de référence (méthode gravimétrique de référence), prélevant dans des conditions identiques et sur le même site ; cette approche permet d'évaluer l'incertitude de

la méthode de mesure automatique en se basant sur les écarts de mesure par rapport à la méthode de référence et sur l'incertitude de la mesure de référence.

4.2 Représentativité des essais sur site

Les mesures doivent couvrir une période suffisamment longue de manière à prendre en compte des fluctuations des paramètres météorologiques et des épisodes de pollution particulaire plus ou moins forte. De même, les sites utilisés doivent être représentatifs des conditions typiques rencontrées. Ces conditions peuvent être résumées de la façon suivante :

- Composition de l'aérosol, avec notamment des concentrations variées (faible à élevée) en composés semi-volatils, de façon à observer l'impact maximum de la perte en ce type de composés,
- Humidité de l'air et température atmosphérique variées (faible à élevée) de façon à observer l'impact maximum de ces paramètres sur la perte en composés semi-volatils durant la période de prélèvement,
- Vitesse de vent variée (faible à élevée) de façon à observer l'influence de la tête de prélèvement.

NOTE La France utilise un système de classification de stations de mesure de la qualité de l'air ambiant, basé sur le principe de respect de critères d'implantation communs dont on peut supposer qu'il est un élément important assurant une comparabilité entre sites appartenant à la même catégorie.

4.3 Méthode d'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats des essais d'intercomparaison à la méthode de référence

4.3.1 Détermination de l'incertitude-type de la méthode automatique

Les essais consistent à effectuer des mesures simultanées entre deux appareils automatiques et deux préleveurs séquentiels de référence, prélevant dans des conditions identiques et sur le même site, de telle sorte que la réponse de l'un n'influe pas sur la réponse des autres.

L'incertitude de mesure des appareils automatiques est évaluée en se basant sur la procédure décrite dans le document « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » (Final draft 2006).

Il s'agit d'une incertitude traduisant l'écart de la méthode dite « candidate », ici une méthode automatique, par rapport à la méthode de référence, en prenant en compte les erreurs aléatoires de la méthode de référence, et en supposant qu'il existe une relation linéaire entre les résultats des deux méthodes de mesure.

La relation entre la moyenne des mesures fournies par les appareils automatiques et celle fournie par les préleveurs séquentiels de référence est décrite par une relation linéaire de la forme :

$$C_{m,j} = a + b \times x_j \quad (47)$$

Avec :

- x_j la concentration massique journalière fournie par le préleveur séquentiel de référence,
- a l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- b la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$ la concentration massique journalière fournie par un appareil automatique.

La somme des résidus au carré de la régression linéaire orthogonale RSS est ensuite calculée en utilisant l'équation suivante :

$$RSS = \sum_{j=1}^n (C_{m,j} - a - b \times x_j)^2 \quad (48)$$

Avec :

- RSS la somme des résidus au carré de la régression linéaire orthogonale,
- x_j la concentration massique journalière fournie par le préleveur séquentiel de référence,
- a l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- b la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$ la concentration massique journalière fournie par un appareil automatique.

L'incertitude-type sur la méthode automatique de mesure des concentrations en particules est évaluée par l'équation suivante :

$$u^2(C_{m,j}) = \frac{RSS}{(n-2)} + u^2(x_j) + [a + (b-1) \times x_j]^2 \quad (49)$$

Avec :

- $u(C_{m,j})$ l'incertitude-type sur la méthode automatique de mesure des concentrations en particules (microbalance ou jauge β),
- RSS la somme des résidus au carré de la régression orthogonale,
- $u(x_j)$ l'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence), dont l'expression figure en (50),
- a l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- b la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$ les concentrations massiques journalières fournies par l'appareil automatique (microbalance ou jauge β).

L'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence) peut être estimée en considérant qu'elle est égale à la valeur de la répétabilité intra-méthode u_{bs} , soit :

$$u(x_j) = u_{bs} = \sqrt{\frac{\sum (x_{j,1} - x_{j,2})^2}{2n}} \quad (50)$$

Avec :

- $u(x_j)$ l'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence) (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- u_{bs} l'incertitude-type de répétabilité intra-méthode (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $x_{j,1}$ et $x_{j,2}$ les résultats de deux prélèvements journaliers réalisés en parallèle avec la méthode de référence (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- n le nombre de prélèvements journaliers réalisés.

4.3.2 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement k généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ sont calculées comme suit :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} \quad (51)$$

$$U_{rel}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (52)$$

Avec :

- $U(C_{m,j})$ l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $u(C_{m,j})$ l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules collectées $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- k le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(C_{m,j})$ l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en %).

5 Exemple d'application du guide pour la détermination de l'incertitude d'une méthode automatique par comparaison à la méthode de référence

Le guide a été appliqué pour déterminer l'incertitude de la mesure par microbalance à variation de fréquence par comparaison à la mesure de référence par gravimétrie. Deux campagnes de comparaison ont été effectuées en 2005 à Bobigny et en 2006 à Marseille.

Il est à noter que le guide n'a pas été appliqué en tout point, car un seul dispositif de mesure par microbalance à variation de fréquence a été mis en place. Les valeurs mesurées ont donc été prises en compte comme si elles correspondaient à la moyenne des couples de mesures de 2 dispositifs de mesure.

Dans le tableau qui suit sont récapitulées les incertitudes-types absolues et relatives ainsi que les incertitudes élargies relatives obtenues au niveau de la valeur limite journalière lors des deux campagnes de mesure.

Le guide indique que les données doivent être telles que :

- La pente ne doit pas être significativement différente de 1 c'est à dire : $|b - 1| \leq 2 \times u(b)$
- L'ordonnée à l'origine ne doit pas être significativement différente de 0 c'est à dire : $|a| \leq 2 \times u(a)$

Avec :

- a l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- $u(a)$ l'incertitude-type associée à l'ordonnée à l'origine de la régression,
- b la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $u(b)$ l'incertitude-type associée à la pente de la régression.

Si ce n'est pas le cas, des corrections doivent être apportées sur la pente et/ou sur l'ordonnée à l'origine. Il a été appliqué une correction sur la pente seule, puis une correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine afin de voir l'impact de ces corrections sur les valeurs des incertitudes.

	Campagne 2005			Campagne 2006		
	$u_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$u_{\text{rel}}(C_{m,j})$ %	$U_{\text{rel}}(C_{m,j})$ %	$u_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$u_{\text{rel}}(C_{m,j})$ %	$U_{\text{rel}}(C_{m,j})$ %
Sans correction	20,3	40,5	81,0	11,9	23,7	47,5
Correction sur la pente	6,9	13,6	27,2	6,0	12,0	24,0
Correction sur la pente et l'ordonnée à l'origine	6,3	12,5	25,0	5,7	11,4	22,9

Sans correction de pente et d'ordonnée à l'origine de la régression, l'incertitude élargie relative au niveau de la valeur limite journalière est bien supérieure au seuil réglementaire fixé à 25% à 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, pour les deux campagnes de mesure.

Dans le cas de la campagne de 2006, l'incertitude élargie relative est toutefois moins élevée que pour la précédente. Cela s'explique par le fait que l'incertitude de la méthode automatique est liée à l'incertitude de la méthode de référence (sensiblement la même lors des deux campagnes de mesures) et aux écarts entre la méthode automatique et la méthode de référence. Or, en 2005, ces écarts étaient plus importants en raison probablement de conditions environnementales différentes.

Les corrections de l'ordonnée à l'origine et de la pente de l'équation de la régression linéaire, diminuent nettement les incertitudes élargies relatives et permettent de respecter le critère d'incertitude réglementaire. La limite de ces corrections est que les écarts entre méthode automatique et méthode de référence dépendent des conditions environnementales et notamment de la fraction volatile des particules, comme en témoignent les écarts d'incertitude entre 2005 et 2006 avant corrections. Ces corrections ne peuvent donc pas être appliquées à tous les sites et quelles que soient les conditions environnementales.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [0] Norme NF ISO 10473 (2000) « Air ambiant - Mesurage de la masse des matières particulaires sur un milieu filtrant - Méthode par absorption de rayons bêta »
- [1] « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » - Report by an EC Working group on Guidance for the Demonstration of Equivalence (January 2006)
- [2] Norme EN 14907 (2006) « Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la fraction massique MP2,5 de matière particulaire en suspension »
- [3] Norme NF EN 12341 (Janvier 1999) « Qualité de l'air - Détermination de la fraction MP10 de matière particulaire en suspension - Méthode de référence et procédure d'essai in situ pour démontrer l'équivalence à la référence de méthodes de mesurage »
- [4] Rapports LCSQA 2005 "Equivalence et représentativité des méthodes de surveillance des particules "

Annexe A Application numérique (TEOM)

Un exemple de calcul de l'incertitude associée au mesurage de la concentration massique des particules en utilisant une microbalance à variation de fréquence est présenté ci-après.

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par le LCSQA,
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse quart-horaire de particules prélevées

Masse quart-horaire de particules m_{QH} : 44.30 μg

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Contributions à $u(X_i)$: caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i) \cdot C_i $
f_2	289.46731	Répétabilité de la fréquence d'oscillation de la micro-balance après collection de particules	0.20 % de la fréquence	Répétabilité déterminée à partir de 3 pesées successives de filtres étalons par le TEOM	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Juillet 1998)	A	-	0.29	-1.48E-03	-4.28E-04
f_1	289.49731	Répétabilité de la fréquence d'oscillation initiale de la micro-balance avant collection de particules	0.20 % de la fréquence	Répétabilité déterminée à partir de 3 pesées successives de filtres étalons par le TEOM	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Juillet 1998)	A	-	0.29	1.48E-03	4.27E-04
K_0	17912	Constante d'étalonnage	2.50 % de K_0	Préconisations du constructeur		B	Uniforme	258.54	2.47E-09	6.39E-07
$C_{\text{Linéarité}}$	0	Ecart de linéarité	3.00 % de la masse	Essais de linéarité réalisés avec des dépôts de NaCl	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Décembre 2002)	A	-	7.67E-07	1	7.67E-07
									Covariance	-3.66E-07

VARIANCE $u^2(m_{QH})$

1.01E-12

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(m_{QH})$

1.00 μg

Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique quart-horaire de particules

Concentration massique quart-horaire de particules C

m_{QH} :

52.7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Contributions à $u(X_i)$: caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i) \cdot C_i $	Contribution à l'incertitude-type sur C m_{QH} (en %)
m_{QH}	44.30	Masse quart-horaire de particules prélevées	1.00 μg	-	Tableau m_{QH}	-	-	1.00	1.19	1.19	3.0
t	282	Temps de prélèvement	1.00 min	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.29	-1.87E-01	-0.05	0.0
Q	2.98E-03	Débit de prélèvement	5.00 % du débit	Préconisations du constructeur		B	Uniforme	8.60E-05	-1.77E+04	-1.52	4.8
C Système d'acquisition	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT	1.00 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	0.7
		Répétabilité du système d'acquisition									
C Reproductibilité sur site	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	12.60 % de la conc.	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais AIRPARIF (Site 4)	A	-	6.64	1	6.64	91.5
C Moyennage	0	Erreur de moyennage	- % de la conc.	Essai en laboratoire qui consiste à comparer la réponse de l'appareil selon que la concentration de particules est constante ou varie en échelons	-	Non évaluable pour l'instant					
C Dispositif de prélèvement	0	Adsorption dans le système de prélèvement	- % de la conc.	Injection d'une concentration connue de particules avec et sans système de prélèvement	-	Non évaluable pour l'instant					
Facteurs d'influence	0	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	- % de la conc.	Influence de la température ambiante, de la tension d'alimentation, des interférents ; Influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz	-	Non évaluable pour l'instant					

VARIANCE $u^2(C_{m,QH})$
 INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(C_{m,QH})$
 INCERTITUDE ELARGIE $U(C_{m,QH})$
 INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE $U(C_{m,QH})$

48.20
 6.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
 13.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
 26.3 %

Annexe B Application numérique (Jauge β)

Un exemple de calcul de l'incertitude associée au mesurage de la concentration massique des particules en utilisant une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β à variation de fréquence est présenté ci-après.

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par le LCSQA,
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse journalière de particules prélevées

Masse journalière de particules m_j : 855.37 μg

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Contributions à $u(X_i)$: caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i) \cdot C_i $
N_2	1782.295	Répétabilité du comptage de la jauge après prélèvement	90.00 coups/s	ET de répétabilité calculé à partir de 10 mesures successives sur cale étalon par la jauge	Essais EMD	A	-	51.96	-6.35E-01	-3.30E+01
N_1	3793.13	Répétabilité du comptage initial de la jauge avant prélèvement	190.00 coups/s	ET de répétabilité calculé à partir de 10 mesures successives sur filtre vierge par la jauge	Essais EMD	A	-	109.70	2.99E-01	3.28E+01
K	0.883	Coefficient d'absorption massique	0.044 μg^{-1}	Spécification du constructeur		B	Uniforme	0.03	-9.69E+02	-2.46E+01
$C_{\text{Linéarité}}$	0	Ecart de linéarité	8.5 % de masse de réf	Essais de linéarité réalisés avec des cales étalons de masses surfaciques différentes (résidu max en %)	Essais Constructeur	A	-	4.20E+01	1	4.20E+01
									Covariance	-2.16E+03

VARIANCE $u^2(m_j)$ 2.37E+03
INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(m_j)$ 48.66 μg
Urelative (%) 5.7

Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique journalière de particules

Concentration massique journalière de particules C

m_j :

35.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Contributions à $u(X_i)$: caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i) \cdot C_i $	Contribution à l'incertitude-type sur C_{m_j} (en %)
m_j	855.37	Masse journalière de particules prélevées (μg)	48.66 μg	cf. feuille calcul	Tableau m_j	-	-	48.66	0.04	2.04	45.7
t	23.9	Temps de prélèvement (h)	0.00 h	Spécification du constructeur	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	1.60E-04	-1.50E+00	0.00	0.0
Q	1.00	Débit de prélèvement (m^3/h)	5.00 % du débit nominal	Spécifications des constructeurs		B	Uniforme	2.89E-02	-3.58E+01	-1.03	11.8
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	cf. Guide paragraphe 3.5.6?	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	3.7
		Répétabilité du système d'acquisition									
$C_{\text{Reproductibilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	1.88 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais EMD (cadre DoE)	A	-	1.88	1	1.88	38.9
$C_{\text{Moyennage}}$	0	Erreur de moyennage	- % de la conc.	Essai en laboratoire qui consiste à comparer la réponse de l'appareil selon que la concentration de particules est constante ou varie en échelons	-	Non évaluable pour l'instant					
$C_{\text{Dispositif de prélèvement}}$	0	Adsorption dans le système de prélèvement	- % de la conc.	Injection d'une concentration connue de particules avec et sans système de prélèvement	-	Non évaluable pour l'instant					
Facteurs d'influence	0	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	- % de la conc.	Influence de la température environnante, de la tension d'alimentation, des interférents ; Influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz	-	Non évaluable pour l'instant					

VARIANCE $u^2(C_{m_j})$

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE

INCERTITUDE ELARGIE $U(C_{m_j})$

INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE

$u(C_{m_j})$

$U(C_{m_j})$

$U(C_{m_j})$

9.09

3.01 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

6.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

16.8 %