



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 Générale de l'énergie et du climat du Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de l'Aménagement du Territoire 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 biomédical

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

Tatiana MACE

Convention : 0001189

Novembre 2008

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

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

François MATHE

Convention : 0001190

Novembre 2008

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

DIRECTION DES RISQUES CHRONIQUES

Unités

**Chimie, métrologie, essais
et Sources et Emissions**

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

Cécile RAVENTOS

**Programme LCSQA 2008
DRC-08-94269-16455A**

Novembre 2008

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 de Juin 2008

Version 6

Ce document comporte 84 pages (hors couverture).

JUIN 2008

Table des matières

Table des matières	0
1 Définitions	4
1.1 Appareil de mesure automatique de particules	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	6
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.....	7
1.18 Reproductibilité dans les conditions sur site	7
1.19 Résolution (d'un dispositif afficheur).....	7
2 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence	8
2.1 Description de la méthode de mesure	8
2.2 Définition du mesurande.....	8
2.3 Analyse du processus de mesure	8
2.4 Modèle mathématique.....	12
2.5 Evaluation des incertitudes-types.....	13
2.6 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).....	22
2.7 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).....	24
2.8 Expression finale du résultat.....	25
3 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence avec module pour la fraction volatile de l'aérosol.....	25
3.1 Description de la méthode de mesure	25
3.2 Définition du mesurande.....	27
3.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »	28
3.4 Modèle mathématique et calcul de l'incertitude-type composée sur la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$	31
4 Estimation de l'incertitude élargie des données PM mesurées par microbalance à variation de fréquence TEOM et ajustées par rapport aux données fournies par les stations de référence .	32
4.1 Stratégie d'ajustement définie par les pouvoirs publics français.....	32
4.2 Méthode d'ajustement des données des TEOM.....	32
4.3 Estimation des incertitudes sur les concentrations ajustées des stations de mesure	33
4.4 Expression finale du résultat.....	34
5 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β	35
5.1 Description de la méthode de mesure	35
5.2 Définition du mesurande.....	36
5.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »	36
5.4 Modèle mathématique.....	39

5.5	Evaluation des incertitudes-types.....	40
5.6	Calcul de l'incertitude-type composée.....	48
5.7	Expression finale du résultat.....	50
6	Exploitation des données sur site.....	51
6.1	Introduction.....	51
6.2	Représentativité des essais sur site.....	51
6.3	Méthode d'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats des essais d'intercomparaison à la méthode de référence.....	51
6.4	Exemples d'application du guide pour la détermination de l'incertitude de méthodes automatiques par comparaison à la méthode de référence.....	54
Annexe A	Application numérique (TEOM).....	60
Annexe B	Application numérique (TEOM-FDMS).....	63
Annexe C	Application numérique (Jauge β).....	66
Annexe D	Bibliographie.....	69

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 d'un appareil de mesure automatique de particules en suspension dans l'air.

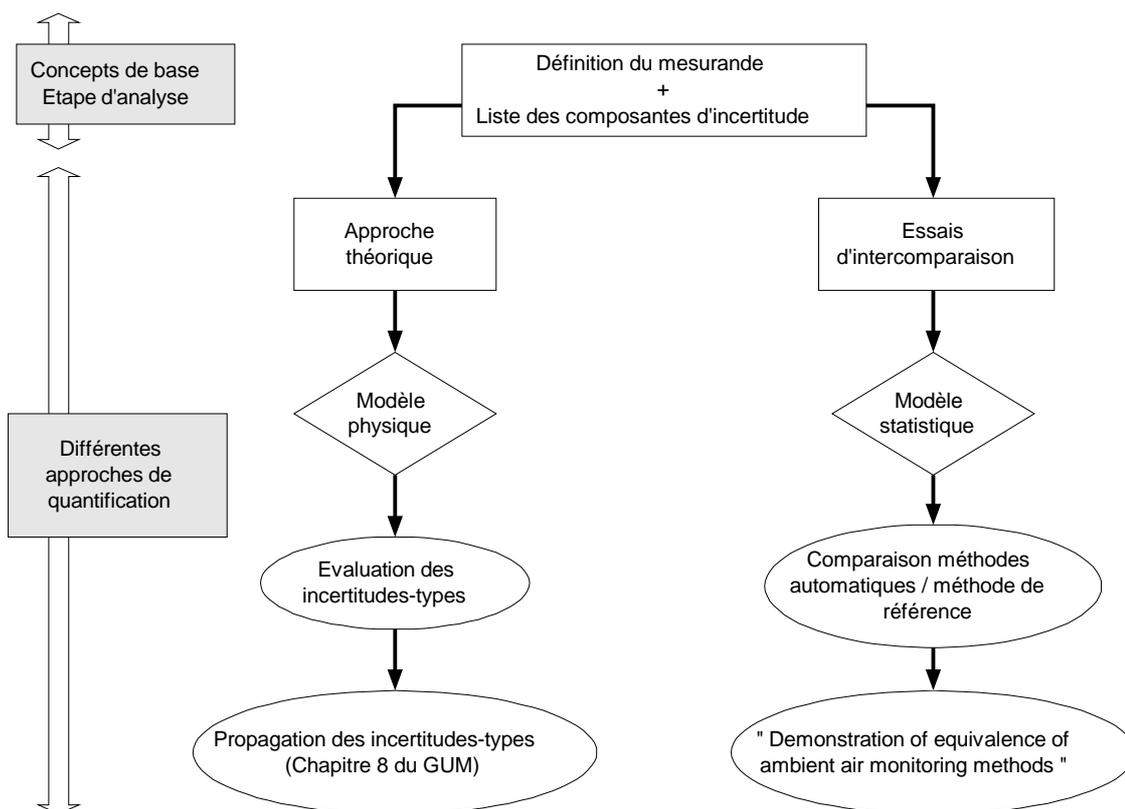
Dans le cas de la surveillance de la qualité de l'air ambiant, la réglementation en vigueur fixe le type de particules à mesurer (ex : PM_{10} , $PM_{2,5}$, ..), sur des sites de typologie donnés (urbain dense, proximité, rural...), selon une couverture temporelle spécifique (la réglementation fixe des valeurs limites journalière et annuelle), et avec un objectif de qualité des données à respecter en termes d'incertitude de mesure.

Dans le présent document, l'évaluation de l'incertitude a été orientée plus spécifiquement pour la surveillance réglementaire de la qualité de l'air ambiant [1]. Il conviendra d'adapter le calcul d'incertitude pour toute autre application, par exemple dans le cas d'une couverture temporelle différente.

Les incertitudes sur les mesurages automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant par microbalance à variation de fréquence et par jauge β 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) : au chapitre 2 pour les mesurages effectués par microbalance à variation de fréquence (TEOM), au chapitre 3 pour ceux effectués par microbalance à variation de fréquence avec module pour la fraction volatile de l'aérosol (TEOM-FDMS) et au chapitre 4 pour ceux effectués avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement β équipée d'un module RST,
- à l'aide d'exercices d'intercomparaison menés sur site : approche traitée au chapitre 5.

Le logigramme ci-après résume le déroulement des deux approches.



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 la modélisation mathématique du processus de mesure,
- sur les caractéristiques de performance de l'appareil de mesure (linéarité, répétabilité...),
- sur les mesurages simultanés effectués par 2 appareils automatiques de même modèle 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 du modèle de l'appareil considéré.

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, correspondant aux paramètres d'influence de la méthode de mesure. 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 à ce jour pas disponible. Il convient aussi de souligner que le mode d'utilisation des dispositifs de mesure conduit à une estimation incomplète de la justesse et donc de l'incertitude : 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 mesurages simultanés 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 la 1^{ère} approche, car elle permet de vérifier la cohérence des calculs 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 DEFINITIONS

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 Appareil de mesure automatique de particules

Instrument analytique fournissant un signal de sortie qui est une fonction de la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant.

1.2 Dérive

Variation d'une caractéristique métrologique d'un instrument de mesure dans le temps.

1.3 Dispositif de prélèvement

Dans le cas des particules en suspension dans l'air ambiant, tête de prélèvement (cf. 1.13) 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 indiquées par un appareil de mesure ou un système de mesure et les valeurs fournies par un étalon.

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.

NOTE Dans le cas des particules, les composés volatils ou semi-volatils (humidité, nitrate d'ammonium, composés organiques, etc...) présents dans l'aérosol peuvent affecter le mesurage, impliquant la mise en place de dispositif de correction (module RST sur la jauge radiométrique MP101M, module FDMS pour la microbalance TEOM). Dans le cas du TEOM, l'utilisation du module FDMS permet d'obtenir la fraction de ces composés et la masse totale. Dans le cas de la jauge radiométrique MP101M-RST, seule la masse totale est obtenue.

1.10 Justesse

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

1.11 Linéarité

Ecart systématique, dans l'étendue de l'application, entre la valeur acceptée d'un matériau de référence appliqué au système de mesure et le résultat de mesure correspondant produit par le système de mesure étalonné.

NOTE Dans la pratique, le terme « linéarité » est souvent appelé « écart de linéarité » ou « défaut de linéarité ».

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

Étroitesse 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 Reproductibilité dans les conditions sur site

Etroitesse de l'accord entre les résultats de mesures simultanées effectuées avec deux appareils de mesure dans les mêmes conditions de mesure

NOTE 1 Ces conditions sont appelées conditions de reproductibilité sur site et incluent :

- le même mode opératoire de mesure
- deux appareils de mesure identiques, utilisés dans les mêmes conditions
- la même station de mesure
- la même période de fonctionnement sans intervention

NOTE 2 La reproductibilité dans les conditions sur site telle que définie ci-dessus (et dans les normes NF EN 14211, 14212, 14625 et 14626), permet de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre deux appareils qui devraient avoir les mêmes performances.

1.19 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.

2 ESTIMATION DE L'INCERTITUDE ELARGIE SUR UNE CONCENTRATION MASSIQUE JOURNALIERE DE PARTICULES MESUREE PAR MICROBALANCE A VARIATION DE FREQUENCE

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. Le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché (PM_{2,5}, PM₁₀).

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 est déterminé à partir du débit passant au travers du filtre et du temps de prélèvement. La concentration est calculée en divisant la masse mesurée par ce volume.

NOTE 1 L'appareil commercialisé sous le nom "TEOM" (Tapered Element Oscillating Microbalance) met en œuvre cette technique de mesure.

NOTE 2 Cette méthode de mesure est applicable 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, transmise au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute est une donnée obtenue sur un pas de temps **de 24 heures** par moyennage des valeurs horaires ; 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 convient d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station de mesure 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 ambiantes de température et de pression pendant la période de mesure.

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 de la connaissance du processus de mesure, de répertorier toutes les causes possibles d'incertitude.

Les grandeurs ayant une influence sur le mesurage des concentrations massiques journalières de particules sont détaillées dans les chapitres 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 peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

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 du mesurage...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

- Les filtres étalons

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

NOTE Dans le cas des particules, il n'y a pas à proprement parler d'étalons mais une vérification de conformité de paramètres de fonctionnement (constante du constructeur, débits de prélèvement)

- 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, le mesurage du débit et du temps de prélèvement, le traitement 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 des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et de pression pendant la période de mesure. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

2.3.4 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé 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. 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 de l'air prélevé.

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, telles que la reproductibilité...

2.3.7 Synthèse

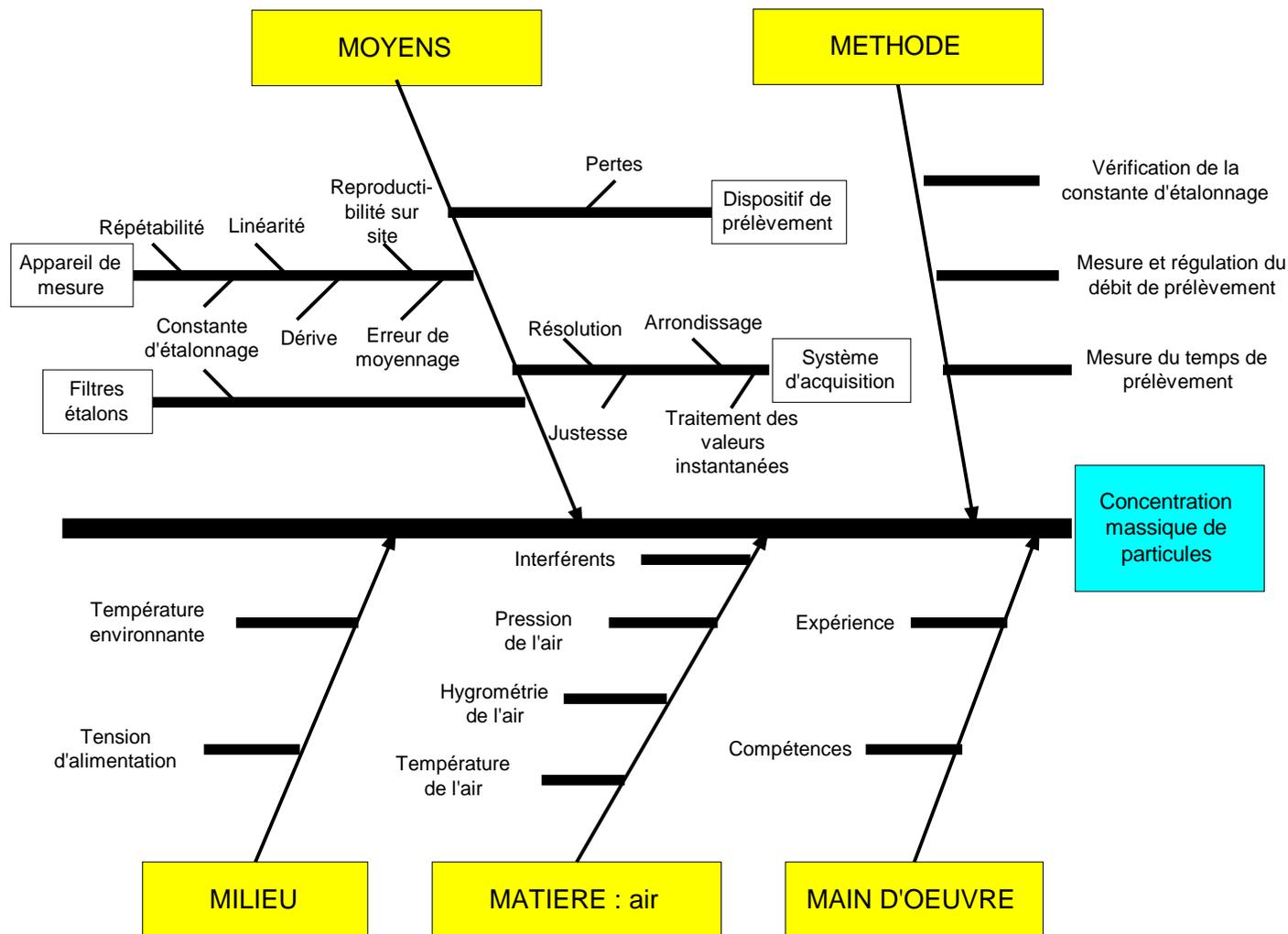


Figure 1 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par microbalance TEOM

2.4 Modèle mathématique

L'incertitude-type associée à chaque terme des équations (1) à (4) est déterminée au chapitre 2.5.

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

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

$$C_{m,H} = \frac{\Delta m_H}{Q \times t} + \sum \text{Corrections} \quad (1)$$

Avec :

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

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

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. Cependant 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 horaire de particules collectées Δm_H** a pour expression :

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

Avec :

- Δm_H la masse horaire de particules collectées (en μg),
- K_0 la constante d'étalonnage de la microbalance (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),
- $C_{Linéarité}$ la correction de linéarité de la microbalance (en μg).

NOTE La correction de concentration effectuée par le constructeur de la microbalance ($1,03 \times C_{m,H} + 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ où $C_{m,H} = \frac{\Delta m_H}{Q \times t}$) 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 :

$$\overline{C}_{m,j} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N C_{m,H,i} \quad (4)$$

Avec :

- $\overline{C}_{m,j}$ la concentration massique journalière de particules,
- N le nombre de mesurages horaires relevés sur la journée,
- $C_{m,H,i}$ la $i^{\text{ème}}$ concentration massique 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 :

$$K_0 = \frac{m_{\text{Filtre étalon}}}{\left(\frac{1}{f_{\text{Filtre étalon}}^2} - \frac{1}{f_0^2}\right)} \quad (5)$$

Avec :

- K_0 la constante d'étalonnage de la microbalance (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 mesurages 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 en valeur absolue 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 % de cette dernière, la valeur de la constante d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Et lorsque l'écart relatif en valeur absolue est supérieur à 2,5 %, cela est dû, dans la majorité des cas, à un problème technique plutôt qu'à 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 ou pas 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 est 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 est 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 du mesurage 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 mesurages de particules 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 suivante :

$$u(f_{\text{Filtre étalon}}) = u(f_1) = u(f_2) = s_{rf} = \sqrt{\frac{\sum (x_{if} - x_f)^2}{n-1}} \quad (6)$$

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_{if} le $i^{\text{ème}}$ mesurage de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- \bar{x}_f la valeur moyenne des n mesurages de la fréquence d'oscillation obtenus 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 l'incertitude sur les fréquences d'oscillation devient égale à :

$$u(f_1) = u(f_2) = \left(\frac{\text{Rés}}{2\sqrt{3}} \right) \quad (7)$$

Avec :

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

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

La linéarité de la microbalance peut être contrôlée par utilisation de filtres étalons de masses différentes réparties 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 $X_{lin,max}$ est donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a la même probabilité que l'écart de linéarité soit égal à toute 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_H collectée sur une heure, à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{lin,max}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_H}{100} \quad (8)$$

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_H la masse 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 :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (9)$$

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 sur une heure, 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 l/min)

Dans les conditions normales d'utilisation, l'appareil fonctionne normal à un débit nominal fixe quels que soient les conditions de température et de pression ambiantes.

Le constructeur associe une tolérance de $\pm 5\%$ au débit nominal, et recommande de ne pas effectuer de correction sur le débit si l'écart entre le débit de l'appareil et le débit de référence est inférieur à cette tolérance.

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 est calculée comme indiqué ci-après

$$u(Q) = \frac{0,05 \times Q}{\sqrt{3}} \quad (10)$$

NOTE 1 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.

NOTE 2 Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

2.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{Système\ d'acquisition})$ (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 est obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il est à noter que le résultat d'étalonnage doit être converti en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2}\right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (11)$$

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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (12)$$

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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{\text{EMT}_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (13)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $\text{EMT}_{\text{Système d'acquisition}}$ 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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{R\acute{e}s}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (14)$$

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 installées 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 horaires de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (15)$$

Avec :

- $D_{f,i}$ l'écart entre les concentrations massiques 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 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 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 même modèle fonctionnant dans les 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 :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}}{2n} \times C_{m,H} \quad (16)$$

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 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 mesurages faits en parallèle,
- $C_{m,H}$ la concentration massique horaire de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

2.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesurages $u(C_{\text{Moyennage}})$, 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 ». Dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesurages (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 le mesurage 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 mesurages, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait 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.

Tableau 1 : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure par microbalance à variation de fréquence

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 (Equation 5)
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 6 et 7)
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 6 et 7)
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	μg	Test réalisé par l'utilisateur (Equation 8)
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 9
Débit de prélèvement	Ecart maximum toléré entre le débit de référence et le débit nominal	$u(Q)$	l/min	EMT Equation 10

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Éléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Système d'acquisition	Justesse Répétabilité	$u(\text{Etalonnage}_{\text{Système d'acquisition}})$ $S_{r,\text{système d'acquisition}}$ $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage + exploitation des données pour conversion en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 11 et 12
	Justesse Répétabilité	$EMT_{\text{Système d'acquisition}}$ $S_{r,\text{système d'acquisition}}$ $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 13 et 14
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 15 et 16
Moyennage des mesurages	-	$u(C_{\text{Moyennage}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Dispositif de prélèvement	Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Facteurs d'influence Milieu (Température environnante et tension d'alimentation) Matière (Interférents;influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{\text{Milieu}})$ $u(C_{\text{Matière}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide

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

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

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

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

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

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,H}) = & \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial \Delta m_H} \right)^2 \times u^2(\Delta m_H) + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left(\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (17)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{m,H}}{\partial \Delta m_H} = \frac{1}{Q \times t}$$

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

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

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

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (17) est équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,H}) = & \left(\frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_H) + \left(\frac{-\Delta m_H}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{-\Delta m_H}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) \\ & + u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (18)$$

Avec :

- $u^2(C_{m,H})$ la variance sur la concentration massique horaire de particules,
- Q le débit de prélèvement,
- t le temps de prélèvement,

- Δm_H la masse horaire de particules collectées,
- $u^2 (\Delta m_H)$ la variance sur la masse 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 mesurages,
- $u^2 (C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ 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 horaire de particules collectées Δm_H (en μg)

Comme vu au chapitre 2.4.1, la variance $u^2 (\Delta m_H)$ sur la masse horaire de particules collectées est fonction de :

$$u^2 (\Delta m_H) = f(K_0, f_1, f_2, C_{\text{Linéarité}})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (3) conduit à :

$$u^2 (\Delta m_H) = \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial K_0} \right)^2 \times u^2 (K_0) + \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_1} \right)^2 \times u^2 (f_1) + \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_2} \right)^2 \times u^2 (f_2) + \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2 (C_{\text{Linéarité}}) + 2 \times \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_1} \right) \times \left(\frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_2} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) \quad (19)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

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

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

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

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (19) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned}
u^2(\Delta m_H) &= \left(\frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left(\frac{2K_0}{f_1^3} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left(\frac{-2K_0}{f_2^3} \right)^2 \times u^2(f_2) \\
&+ 2 \times \left(\frac{2K_0}{f_1^3} \right) \times \left(\frac{-2K_0}{f_2^3} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) + u^2(C_{\text{Linéarité}})
\end{aligned}
\tag{20}$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_H)$ la variance sur la masse 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 :

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

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 :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = u^2(C_{m,H,i}) + \frac{N_{\text{max}} - N}{N_{\text{max}} \times N \times (N - 1)} \sum_{i=1}^N (C_{m,H,i} - \overline{C}_{m,j})^2 \tag{21}$$

Avec :

- $u^2(\overline{C}_{m,j})$ la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- $u^2(C_{m,H,i})$ la variance sur la concentration massique horaire de particules,

- N_{max} le nombre de résultats de mesure correspondant à une couverture totale de la période de moyennage (sur une journée, $N_{max} = 24$),
- 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 $\overline{C_{m,j}}$ sont calculées comme suit :

$$U(\overline{C_{m,j}}) = k \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} = 2 \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} \quad (22)$$

$$U_{rel}(\overline{C_{m,j}}) = \frac{U(\overline{C_{m,j}})}{\overline{C_{m,j}}} \times 100 \quad (23)$$

Avec :

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

Une application numérique est donnée en Annexe A.

3 ESTIMATION DE L'INCERTITUDE ELARGIE SUR UNE CONCENTRATION MASSIQUE JOURNALIERE DE PARTICULES MESUREE PAR MICROBALANCE A VARIATION DE FREQUENCE AVEC MODULE POUR LA FRACTION VOLATILE DE L'AEROSOL

3.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant reste basée sur la pesée des particules prélevées à l'aide d'une microbalance constituée d'un élément conique oscillant à sa fréquence propre naturelle (cf. 2.1).

Cependant, comme la microbalance est équipée d'un module "Filter Dynamic Measurement System" noté FDMS, le mesurage n'est plus effectué en continu, mais devient séquentielle : l'échantillon subit différents traitements, et les différentes concentrations mesurées sont combinées pour donner le résultat final.

La figure 2 présente le schéma de principe du TEOM-FDMS.

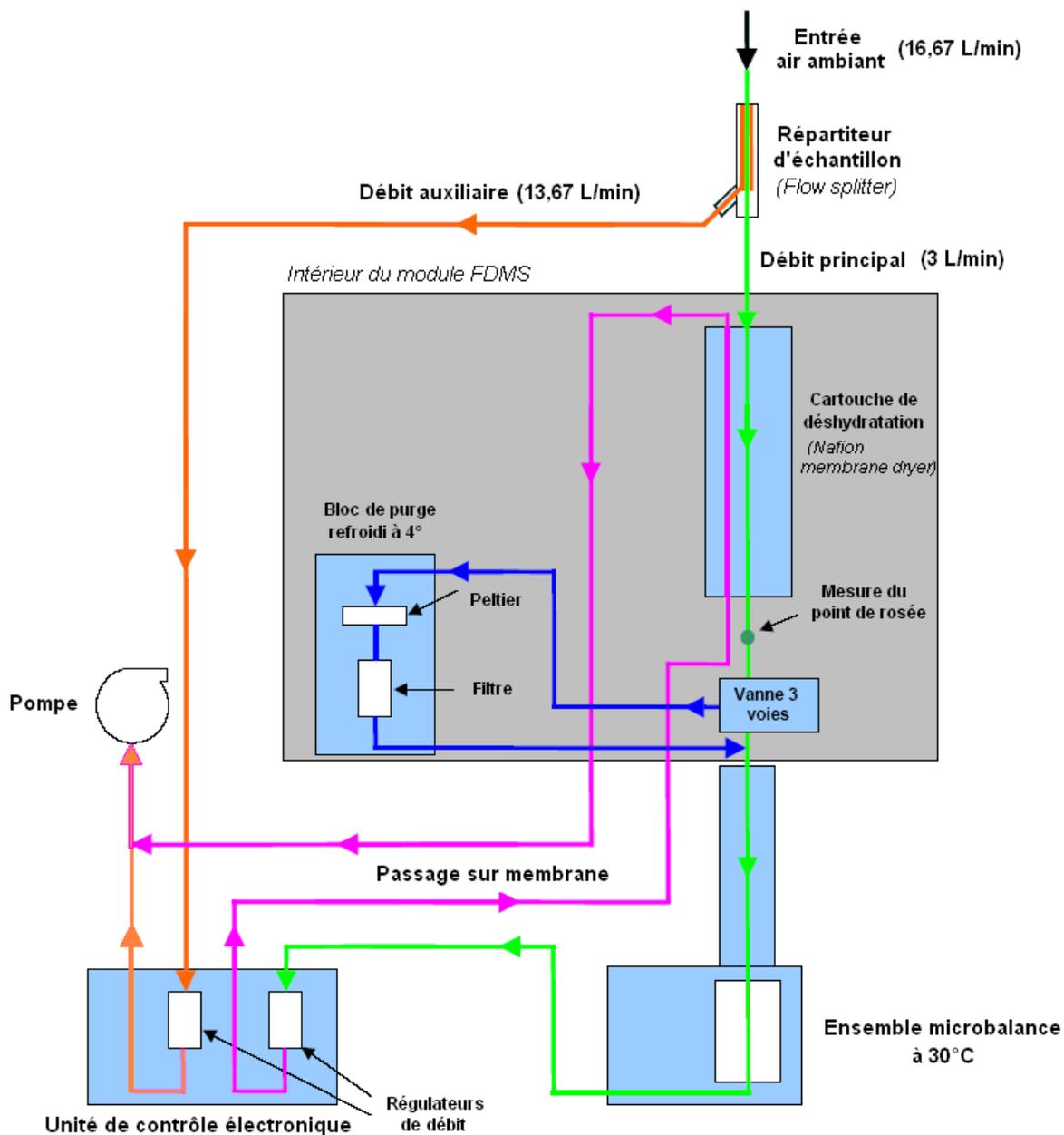


Figure 2 : Schéma de principe de fonctionnement du TEOM-FDMS

Les différentes étapes de fonctionnement sont les suivantes :

- L'échantillon d'air aspiré au niveau de la tête de prélèvement est séparé en 2 fractions au niveau du répartiteur d'échantillon (« Flow-splitter »), 1 seule étant destinée à l'analyse. Les 2 débits sont régulés et constants quelle que soit la phase du cycle considérée.
- La partie de l'échantillon destiné à l'analyse est séchée par passage dans une colonne déshydratante du type Nafion. Ce traitement permet d'abaisser la température de la partie analytique de 50°C (TEOM) à 30°C, évitant ainsi les problèmes de sous-estimation connus sur le TEOM.
- Une vanne séquentielle 3 voies installée en sortie de la colonne déshydratante mais en amont de la microbalance dirige alternativement l'échantillon soit vers le filtre de collection de la

microbalance TEOM, soit vers un filtre de purge refroidi à 4 °C. La séquence est calée sur une fréquence de 6 minutes :

— Pendant 6 minutes, la vanne séquentielle dirige l'échantillon vers le filtre de collection de la microbalance. La variation de masse du filtre de collection de la microbalance pendant ces 6 minutes (dénommées « cycle de base » dans le présent document) correspond à la masse de particules dans l'air moins une fraction qui se volatilise simultanément au dépôt ; la fraction qui s'est volatilisée est estimée au cours du cycle suivant ; la masse de particules collectée au cours de ce premier cycle est notée $C_{Bm,H}$ (Base Mass Concentration).

— Pendant les 6 minutes suivantes, la vanne séquentielle dirige l'air vers un filtre de purge refroidi à 4 °C. Cette boucle de filtration piège les particules en suspension dans l'air échantillonné. L'air filtré ne contenant plus de particules passe sur la microbalance. La perte de masse mesurée pendant ces 6 minutes (dénommées « cycle de référence » dans le présent document) est causée par une perte des matières volatilisables de l'échantillon collecté lors du cycle de base. En partant de l'hypothèse que cette perte massique est équivalente à celle affectant l'échantillon des 6 minutes précédentes, une variation de concentration notée $C_{Rm,H}$ (Reference Concentration) est calculée.

$C_{Rm,H}$ a généralement une valeur négative mais des valeurs positives sont parfois observées (par absorption de gaz par les particules présentes sur le filtre de collection), ce qui doit conduire à une analyse des données en vue de leur validation/invalidation.

— Toutes les 12 minutes, le TEOM FDMS soustrait $C_{Rm,H}$ de $C_{Bm,H}$. Cela conduit à la «concentration massique» (Mass Concentration notée $C_{m,H}$), qui représente la valeur supposée réelle de la concentration en particules dans l'atmosphère, soit :

$$C_{m,H} = C_{Bm,H} - C_{Rm,H}$$

Par exemple, si $C_{Bm,H} = 33 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et $C_{Rm,H} = -4,8 \mu\text{g} / \text{m}^3$, alors :

$$C_{m,H} = 33 - (-4,8) = 37,8 \mu\text{g} / \text{m}^3$$

— L'appareil fournit au final une moyenne horaire glissante (rafraîchie toutes les 12 minutes) des 3 paramètres «concentration en particules volatiles», «concentration en particules non volatiles» et «concentration massique» ainsi que la concentration massique horaire mise à jour toutes les heures.

De plus, il est à noter que le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché (PM_{2,5}, PM₁₀).

3.2 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, transmise au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute est une donnée obtenue sur un pas de temps de 24h par moyennage des valeurs horaires ; 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 convient 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 ambiantes de température et de pression pendant la

période de mesure.

L'objectif de l'utilisation d'un dispositif TEOM-FDMS est de mesurer la concentration supposée réelle en particules dans l'atmosphère $C_{m,H}$. Les concentrations $C_{Bm,H}$ et $C_{Rm,H}$ sont des informations complémentaires non utilisées dans le calcul de l'incertitude, qui est donc effectué uniquement sur la concentration $C_{m,H}$.

3.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »

3.3.1 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

— Le dispositif de prélèvement

Des pertes peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

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 du mesurage...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

— Les filtres étalons

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

NOTE Dans le cas des particules, il n'y a pas à proprement parler d'étalons mais une vérification de conformité de paramètres de fonctionnement (constante du constructeur, débits de prélèvement)

— 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.

3.3.2 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification et le réglage éventuel de la constante d'étalonnage spécifique à l'appareil de mesure, le mesurage du débit et du temps de prélèvement, le traitement des valeurs instantanées des différentes concentrations massiques, le calcul final de la concentration massique réelle et son arrondissement.

Il est à noter que la régulation du débit est effectuée en fonction de la température et de la pression mesurées par des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et pression pendant la période de mesure. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

3.3.3 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé 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.

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

3.3.4 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 de l'air échantillonné.

3.3.5 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, telles que la reproductibilité...

3.3.6 Synthèse

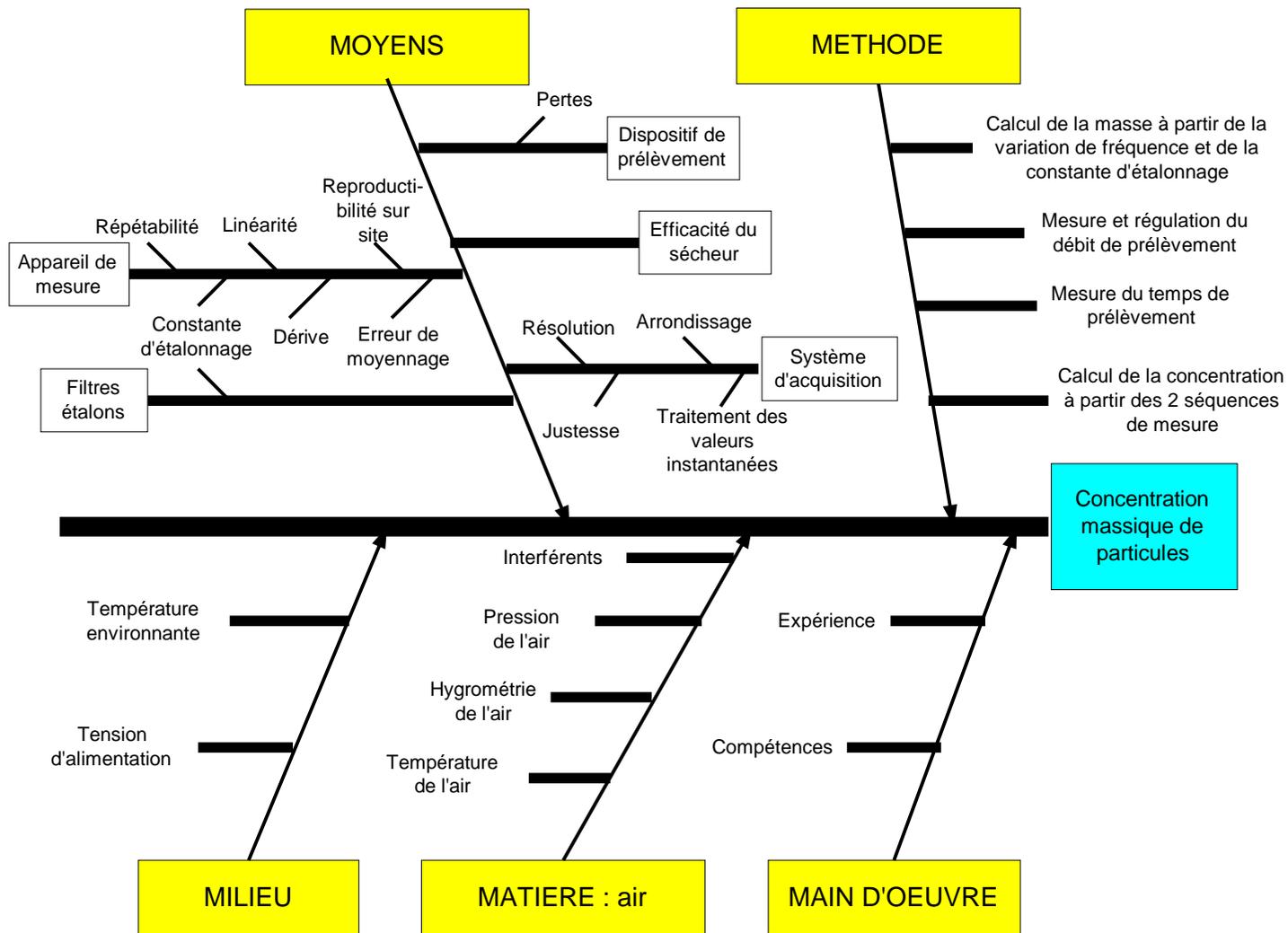


Figure 3 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure de la concentration massique journalière de particules par microbalance TEOM-FDMS

3.4 Modèle mathématique et calcul de l'incertitude-type composée sur la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$

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

$$C_{m,H} = C_{Bm,H} - C_{Rm,H} \quad (24)$$

Cette équation peut également s'écrire de la façon suivante :

$$C_{m,H} = \frac{m_{Bm,H} - m_{Rm,H}}{Q \times t} \quad (25)$$

Avec :

- $C_{m,H}$ la concentration massique horaire de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $m_{Bm,H}$ la masse horaire de particules collectées durant le « cycle de base » (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $m_{Rm,H}$ la masse horaire de particules collectées durant le « cycle de référence » (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- Q le débit de prélèvement (en m^3/h),
- t le temps de prélèvement (en h).

Toutefois, l'état actuel de la connaissance ne permet pas d'estimer les incertitudes-types individuelles sur les masses horaires $m_{Bm,H}$ et $m_{Rm,H}$ (manque de données notamment en termes de répétabilité, linéarité...).

Par conséquent, pour pouvoir effectuer une estimation de l'incertitude-type sur la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$, il est posé que :

$$\Delta m_H = m_{Bm,H} - m_{Rm,H} \quad (26)$$

Dans ces conditions et en tenant compte d'un certain nombre de corrections, on retrouve la même équation que celle du TEOM, soit l'équation (1) :

$$C_{m,H} = \frac{\Delta m_H}{Q \times t} + \sum \text{Corrections}$$

Avec :

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

$$\sum \text{Corrections} = C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} \\ + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}}$$

L'incertitude élargie sur la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ est ensuite estimée en appliquant les méthodes décrites dans les chapitres 2.5 à 2.8.

Une application numérique est donnée en Annexe B.

4 ESTIMATION DE L'INCERTITUDE ELARGIE DES DONNEES PM MESUREES PAR MICROBALANCE A VARIATION DE FREQUENCE TEOM ET AJUSTEES PAR RAPPORT AUX DONNEES FOURNIES PAR LES STATIONS DE REFERENCE

4.1 Stratégie d'ajustement définie par les pouvoirs publics français

La directive 1999/30/EC indique que les mesurages en PM_{10} doivent être effectués en utilisant la méthode de référence définie par la norme européenne EN 12341 [2]. Il s'agit de la méthode manuelle basée sur la pesée d'un filtre unique après prélèvement d'air à l'aide d'une pompe alors que les méthodes de mesure mises en œuvre par la France sont automatiques (TEOM, jauge bêta).

L'utilisation d'une méthode différente de la méthode de référence oblige donc la France à démontrer que les résultats obtenus sont équivalents à ceux qui seraient obtenus avec la méthode de référence.

Or, les résultats des appareils automatiques mettant en œuvre la microbalance à variation de fréquence sans module pour le mesurage de la fraction volatile de l'aérosol (TEOM) utilisés par les AASQA, dans leurs conditions standard d'échantillonnage, ne sont pas équivalents à ceux obtenus avec la méthode de référence (prise en compte incomplète de la fraction volatile des particules, qui tend dans certaines conditions à une sous-estimation des concentrations de PM_{10} en masse).

Pour pallier ce problème, les pouvoirs publics français ont décidé d'adopter la stratégie suivante :

- Des stations de surveillance, répondant à des critères de représentativité pour une certaine zone géographique et effectuant un mesurage de PM_{10} avec des TEOM ont été sélectionnées ;
- Ces stations ont été équipées avec des ensembles supplémentaires TEOM-FDMS ;
- Cet équipement "double" permet d'accéder à une estimation de la concentration non-détectée par les appareils TEOM non-équipés de modules FDMS, et faisant partie de la zone de représentativité de la (ou des) station(s) doublement équipée(s) ;
- Cette information, rapatriée et gérée au niveau des postes centraux, est ensuite exploitée pour ajuster les mesurages effectués par les stations de mesure PM_{10} non équipées, mais faisant partie de la même « zone de représentativité » que celles qui ont servi à l'élaboration du facteur d'ajustement.

4.2 Méthode d'ajustement des données des TEOM

La méthode d'ajustement des concentrations mesurées par les TEOM en stations de mesure à partir des résultats issus des stations de référence est explicitée ci-après.

4.2.1 Au niveau de la station de référence

Les écarts entre le TEOM-FDMS et le TEOM sont calculés à partir des concentrations massiques quart-horaires au niveau de la station dite de référence.

- L'écart brut (E_j) entre les concentrations massiques quart-horaires mesurées par le TEOM-FDMS et par le TEOM, est égal à :

$$E_j = C_{TEOM-FDMS,QHj} - C_{TEOM,QHj} \quad (27)$$

- L'écart lissé (\overline{E}_j) qui est la moyenne des 16 derniers écarts bruts quart-horaires est donné par :

$$\overline{E}_j = \frac{1}{16} \times \sum_{j=1}^{16} E_j \quad (28)$$

Le lissage sur 4 heures a pour objectif d'atténuer les effets de variations rapides de concentration pouvant conduire, à des invalidations non pertinentes de données quart-horaires (cf. chapitre 4.1).

L'écart lissé est rafraîchi tous les ¼ heures.

4.2.2 Au niveau de la station de mesure

Les concentrations massiques horaires mesurées par un TEOM dans une station de mesure sont ajustées de la façon suivante :

$$C_{m,Hj,ajustée} = C_{m,Hj} + \overline{E}_j \quad (29)$$

Avec :

- $C_{m,Hj,ajustée}$ La concentration massique horaire ajustée de particules,
- $C_{m,Hj}$ La concentration massique horaire mesurée par le TEOM de la station de mesure,
- \overline{E}_j L'écart lissé calculé à partir des données de la station de référence.

4.3 Estimation des incertitudes sur les concentrations ajustées des stations de mesure

4.3.1 Au niveau de la station de référence

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (27) conduit à la variance sur l'écart brut (E_j) entre les concentrations massiques quart-horaires mesurées par le TEOM-FDMS et par le TEOM, soit :

$$u^2(E_j) = u^2(C_{TEOM-FDMS,QHj}) + u^2(C_{TEOM,QHj}) \quad (30)$$

La variance de l'écart lissé \overline{E}_j , égal à la moyenne de 16 écarts bruts, est liée à l'incertitude des dispositifs de mesure ayant servi à sa détermination et à la dispersion des 16 écarts bruts. Elle est donnée par l'équation (31).

$$u^2(\overline{E}_j) = u^2(C_{TEOM-FDMS,QHj}) + u^2(C_{TEOM,QHj}) + \left(\frac{\sigma}{\sqrt{16}} \right)^2 \quad (31)$$

Les incertitudes des TEOM et TEOM-FDMS ayant été évaluées sur une base horaire, on considèrera que l'incertitude quart-horaire peut être prise égale à l'incertitude horaire.

4.3.2 Au niveau de la station de mesure

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (29) conduit à la variance sur la concentration massique quart-horaire ajustée de particules, soit :

$$u^2(C_{m,Hj,ajustée}) = u^2(C_{m,Hj}) + u^2(\overline{E}_j) \quad (32)$$

Avec :

- $u^2(C_{m,Hj,ajustée})$ La variance sur la concentration massique horaire ajustée de particules,
- $u^2(C_{m,Hj})$ La variance sur la concentration massique horaire mesurée par le TEOM de la station de mesure,
- $u^2(\overline{E}_j)$ La variance sur l'écart lissé calculé à partir des données de la station de référence.

4.4 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 horaire ajustée de particules $C_{m,Hj,ajustée}$ sont calculées comme suit :

$$U(C_{m,Hj,ajustée}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,Hj,ajustée})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,Hj,ajustée})} \quad (33)$$

$$U_{rel}(C_{m,Hj,ajustée}) = \frac{U(C_{m,Hj,ajustée})}{C_{m,Hj,ajustée}} \times 100 \quad (34)$$

Avec :

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

5 ESTIMATION DE L'INCERTITUDE ELARGIE SUR UNE CONCENTRATION MASSIQUE JOURNALIERE DE PARTICULES MESUREE AVEC UNE JAUGE RADIOMETRIQUE PAR ABSORPTION DE RAYONNEMENT β

5.1 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 corrélée à la masse de particules déposées sur le filtre, indépendamment de leur nature physico-chimique.

Un dispositif de correction permet de prendre en compte la fraction volatile de l'aérosol. Dans le cas de l'appareil MP101M, il s'agit du module « RST » (Regulating Sampling Temperature).

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). Le cycle de mesure comprend un mesurage N_1 de l'intensité du rayonnement β sur le filtre vierge, puis un mesurage N_2 sur le filtre chargé en fin de cycle, de façon à s'affranchir du risque d'hétérogénéité du ruban filtre.

La relation entre la masse et les 2 mesurages du rayonnement β est la suivante :

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

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 [3] 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.

De plus, il est à noter que le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché ($\text{PM}_{2,5}$, PM_{10}).

- NOTE 1 Cette méthode de mesure est à priori valable pour tout type de prélèvement (PM₁₀, PM_{2.5}...).
- NOTE 2 L'équivalence de l'appareil MP101M muni du dispositif de correction « RST » a été démontrée pour un prélèvement journalier unique en PM₁₀ [4]. En utilisation usuelle en réseau de surveillance de la qualité de l'air, ce prélèvement sur 24 heures est généralement interrompu pour déterminer des valeurs intermédiaires de l'absorption sur le filtre (exemple : toutes les 2 heures). L'absence de prélèvement durant ces déterminations intermédiaires peut être considérée comme négligeable, compte tenu de sa durée de l'ordre de 200 secondes (exemple : un prélèvement sur 24 heures entrecoupé de 11 déterminations toutes les 2 heures induit une perte de couverture temporelle de l'ordre de 3% sur la journée). Il est cependant primordial de toujours effectuer la détermination de l'absorption en fin de prélèvement journalier permettant l'obtention d'une valeur équivalente sur un prélèvement unique de 24 heures.
- NOTE 3 Afin d'obtenir de meilleures performances (justesse, exactitude), le pas de temps pour les mesurages intermédiaires – en général au moins fixé à 2 heures – peut être allongé pour augmenter la quantité de particules déposées sur le filtre.

5.2 Définition du mesurande

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

Dans le cas du dispositif français de surveillance de la qualité de l'air, 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 convient d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station 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 ambiantes de température et de pression pendant la période de mesure.

5.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »

5.3.1 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

— Le dispositif de prélèvement

Des pertes peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

NOTE Pour s'affranchir de 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 du mesurage...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

— Les cales étalons

L'incertitude liée aux cales 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.

5.3.2 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification du coefficient d'absorption massique de l'appareil de mesure, le mesurage du débit et du temps de prélèvement, le traitement des valeurs cycliques 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 des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et de pression pendant la période de mesure. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

5.3.3 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé 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. Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

5.3.4 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 de l'air échantillonné.

5.3.5 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, telles que la reproductibilité...

5.3.6 Synthèse

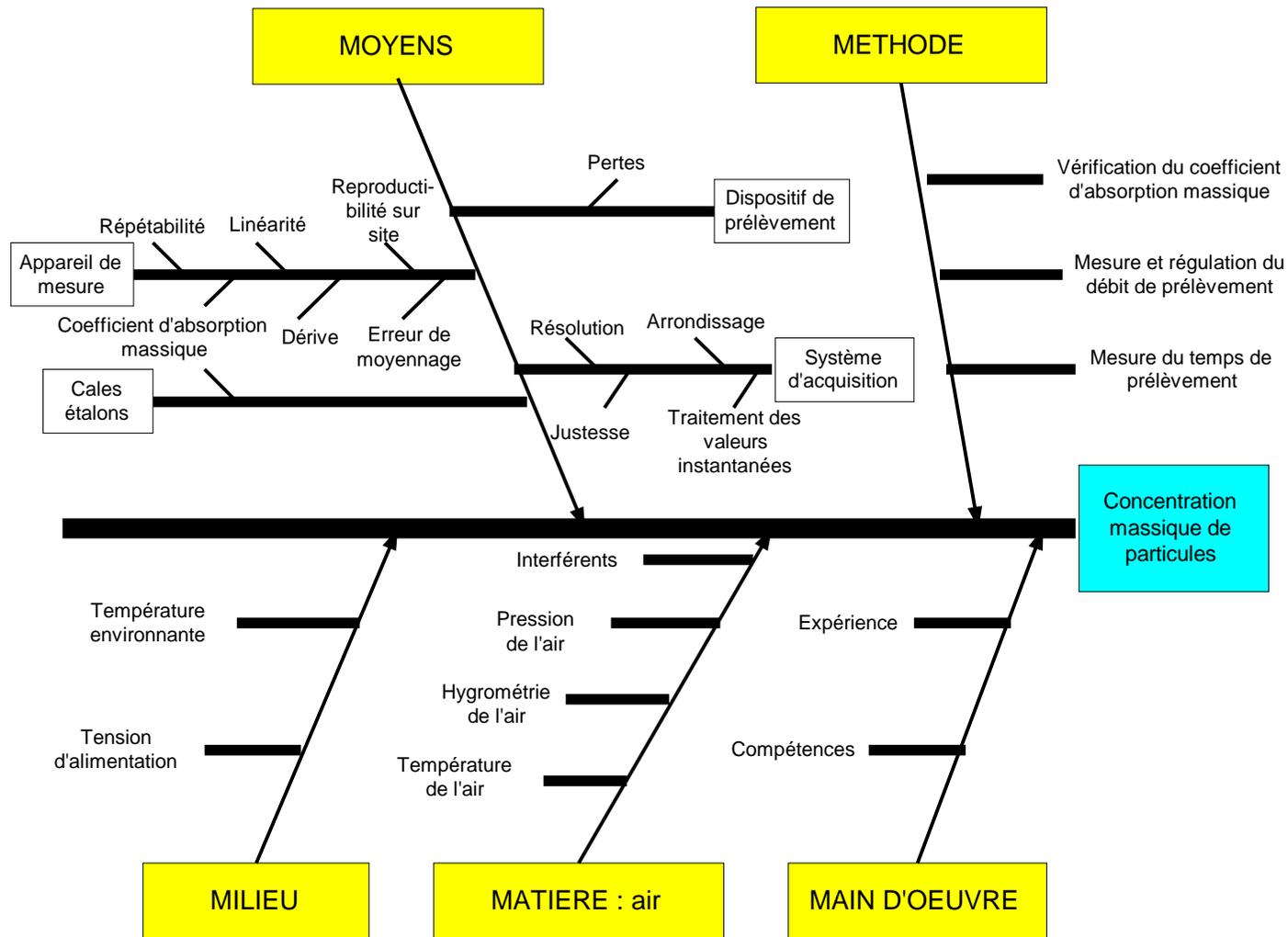


Figure 4 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par jauge β

5.4 Modèle mathématique

L'incertitude-type associée à chaque terme des équations (35) à (37) est déterminée au chapitre 5.5.

5.4.1 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 chapitre 5.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$** est le suivant :

$$C_{m,j} = \frac{\Delta m_j}{Q \times t} + \sum \text{Corrections} \quad (35)$$

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 est donnée par l'équation (37),
- Q le débit de prélèvement (en m^3/h),
- t le temps de prélèvement (en h),
- $\sum \text{Corrections}$ la somme des corrections (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$), dont l'expression figure ci-après.

$$\sum \text{Corrections} = C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \quad (36)$$

Les corrections, propres à chaque appareil, doivent être évaluées. Dans certains cas, la valeur de la correction peut être nulle. Toutefois, 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).

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

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

$$\Delta m_j = \frac{1}{K} \text{Ln} \left(\frac{N_1}{N_2} \right) + C_{\text{Linéarité}} \quad (37)$$

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),

- $C_{Linéarité}$ la correction de linéarité de la jauge β (en μg).

5.5 Evaluation des incertitudes-types

Les expressions des incertitudes-types sont regroupées dans le tableau du chapitre 5.5.9

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

Le coefficient d'absorption massique K a pour expression :

$$\frac{1}{K} = aX \quad (38)$$

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 est 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 mesurages 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 est 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.

5.5.2 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 du mesurage 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 mesurages 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 :

$$u(N_1) = u(N_2) = \frac{0,05 \bar{N}}{\sqrt{3}} \quad (39)$$

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

5.5.3 Incertitude-type de linéarité $u(C_{Linéarité})$ (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 $X_{lin,max}$, l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée de la cale étalon et la valeur « vraie » de la cale étalon. L'écart $X_{lin,max}$ est 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 $[-X_{lin,max} ; +X_{lin,max}]$. Il est donc appliqué une loi uniforme : l'écart maximum est divisé par $\sqrt{3}$ pour calculer l'incertitude-type due à la linéarité $u(C_{Linéarité})$, ce qui conduit, pour une masse de particules collectée Δm_j , à :

$$u(C_{Linéarité}) = \frac{X_{lin,max}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_j}{100} \quad (40)$$

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 surfacique mesurée lors du test de linéarité),
- Δm_j la masse journalière de particules collectées (en μg).

5.5.4 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 :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (41)$$

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 au maximum de 1 minute par séquence de prélèvement.

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

Dans les conditions normales d'utilisation, l'appareil fonctionne normal à un débit nominal fixe quels que soient les conditions de température et de pression ambiantes.

Le constructeur associe une tolérance de $\pm 5\%$ au débit nominal, et recommande de ne pas effectuer de correction sur le débit si l'écart entre le débit de l'appareil et le débit de référence est inférieur à cette tolérance.

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 est calculée comme indiqué ci-après

$$u(Q) = \frac{0,05 \times Q}{\sqrt{3}} \quad (42)$$

NOTE 1 L'écart observé entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge β peut être dû à une dérive des capteurs de pression ou de température, et/ou de la carte électronique.

NOTE 2 Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

5.5.6 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 est 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).

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2}\right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (43)$$

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 $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition

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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (44)$$

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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{\text{EMT}_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{r,\text{système d'acquisition}}^2} \quad (45)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ l'incertitude-type due au système d'acquisition (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- $\text{EMT}_{\text{Système d'acquisition}}$ 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 :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{R\acute{e}s}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (46)$$

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

5.5.7 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 installées 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 :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (47)$$

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 :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}{2n}} \times C_{m,j} \quad (48)$$

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 mesurages faits en parallèle,
- $C_{m,j}$ la concentration massique journalière de particules (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

5.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesurages $u(C_{\text{Moyennage}})$, 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 mesurages (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 le mesurage 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 mesurages, 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.

5.5.9 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 .

Tableau 3 : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure par jauge radiométrique β

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments 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 38
Comptage sur le filtre vierge	Répétabilité	$u(N_1)$	coup/s	EMT+ test « blanc » réalisé par l'utilisateur Equation 39
Comptage sur la cale étalon	Répétabilité	$u(N_2)$	coup/s	EMT + test « calibration » réalisé par l'utilisateur Equation 39
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	μg	Test réalisé par l'utilisateur Equation 40
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 41
Débit de prélèvement	Ecart maximum toléré entre le débit de référence et le débit nominal	$u(Q)$	l/min	EMT Equation 42

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Éléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Système d'acquisition	Justesse	$u(\text{Étalonnage}_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage + exploitation des données pour conversion en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 43 et 44
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$ $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	
	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 45 et 46
	Répétabilité	$S_{r,\text{système d'acquisition}}$ $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	
Reproductibilité sur site	Ecart-type de reproductibilité	$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Écarts entre deux jauges β fonctionnant aux mêmes conditions d'environnement et de matrice Equations 47 et 48
Moyennage des mesurages	-	$u(C_{\text{Moyennage}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Dispositif de prélèvement	Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Facteurs d'influence	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{\text{Milieu}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Milieu (Température environnante et tension d'alimentation) Matière (Interférents ; influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)		$u(C_{\text{Matière}})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	

5.6 Calcul de l'incertitude-type composée

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

Comme vu au chapitre 5.4.1, la variance $u^2(C_{m,j})$ sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

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

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (35) et (36) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,j}) = & \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial \Delta m_j} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left(\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (49)$$

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 (49) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,j}) = & \left(\frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left(\frac{-\Delta m_j}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left(\frac{-\Delta m_j}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) \\ & + u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ & + u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (50)$$

Avec :

- $u^2(C_{m,j})$ la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- Δm_j la masse journalière de particules collectées,
- 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 mesurages,
- $u^2 (C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ 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.

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

Comme vu au chapitre 5.4.2, la variance $u^2 (\Delta m_j)$ sur la masse journalière de particules collectées est fonction de :

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

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (37) conduit à :

$$u^2 (\Delta m_j) = \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial K} \right)^2 \times u^2 (K) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right)^2 \times u^2 (N_1) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right)^2 \times u^2 (N_2) + \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2 (C_{\text{Linéarité}}) + 2 \times \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right) \times \left(\frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) \quad (51)$$

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 (51) est donc équivalente à :

$$u^2 (\Delta m_j) = \left(\frac{-1}{K^2} \ln \left(\frac{N_1}{N_2} \right) \right)^2 \times u^2 (K) + \left(\frac{1}{KN_2} \right)^2 \times u^2 (N_1) + \left(\frac{-N_1}{KN_2^2} \right)^2 \times u^2 (N_2) + 2 \times \left(\frac{1}{KN_2} \right) \times \left(\frac{-N_1}{KN_2^2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) + u^2 (C_{\text{Linéarité}}) \quad (52)$$

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,
- $u^2(C_{Linéarité})$ la variance de linéarité.

5.7 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 :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} \quad (53)$$

$$U_{rel}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (54)$$

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 C.

6 EXPLOITATION DES DONNEES SUR SITE

6.1 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 du mesurage, 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 avec une autre méthode de mesure.

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 le mesurage effectué au moyen d'un appareil automatique et au moyen d'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 du mesurage de référence.

6.2 Représentativité des essais sur site

Les mesurages 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 des stations de mesure de la qualité de l'air ambiant, basé sur le principe de respect de critères d'implantation communs. On peut supposer que cette classification assure une comparabilité entre sites appartenant à la même catégorie [5].

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

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

L'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats d'essais d'intercomparaison à la méthode de référence s'est appuyée sur le guide « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » [6]. Ce guide, élaboré par un groupe d'experts européens, a pour objectif de définir la procédure à suivre pour démontrer l'équivalence entre une technique de mesure et une méthode de référence pour tous les polluants réglementés.

Dans le cas des particules, les essais consistent à effectuer des mesurages simultanés entre deux appareils automatiques de même modèle 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'essai doit être mis en œuvre sur plusieurs sites de typologie différente et dans des conditions ambiantes variées.

La démonstration d'équivalence d'une méthode candidate : ici les méthodes automatiques par TEOM, TEOM/FDMS ou jauge β , à une méthode de référence : la méthode gravimétrique au moyen de préleveurs séquentiels sur filtre - implique le respect, pour chacune des méthodes, de critères de dispersion intra-méthode. Elle prévoit également une évaluation de l'incertitude de la méthode candidate par rapport à la méthode de référence ; cette incertitude doit être inférieure au seuil d'incertitude fixé par la Directive européenne pour les particules.

Il s'agit d'une incertitude traduisant l'écart de la méthode candidate 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 mesurages fournie par les appareils automatiques et celle fournie par les préleveurs séquentiels de référence est décrite par une relation linéaire de la forme :

$$C_{m,j} = a + b \times x_j \quad (55)$$

Avec :

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

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

$$RSS = \sum_{i=1}^n (C_{m,j} - a - b \times x_j)^2 \quad (56)$$

Avec :

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

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

$$u^2(C_{m,j}) = \frac{RSS}{(n-2)} - u^2(x_j) + [a + (b-1) \times x_j]^2 \quad (57)$$

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 est donnée par l'équation (58),
- a l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- b la pente de la régression linéaire orthogonale,
- x_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 :

$$u(x_j) = u_{bs} = \sqrt{\frac{\sum (x_{j,1} - x_{j,2})^2}{2n}} \quad (58)$$

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 mesurages journaliers réalisés en parallèle avec la méthode de référence (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$),
- n le nombre de prélèvements journaliers réalisés.

6.3.2 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 :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} \quad (59)$$

$$U_{rel}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (60)$$

Avec :

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

La réglementation en vigueur fixe un objectif de qualité des données de 25% (exprimé en terme d'incertitude relative à un niveau de confiance de 95%) à respecter dans la plage de la valeur limite appropriée en PM_{10} et en $\text{PM}_{2,5}$ (respectivement $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en valeur journalière pour les PM_{10} et $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en valeur annuelle pour les $\text{PM}_{2,5}$).

6.4 Exemples d'application du guide pour la détermination de l'incertitude de méthodes automatiques par comparaison à la méthode de référence

Le guide a été appliqué pour comparer les mesurages :

- par microbalance à variation de fréquence (TEOM),
- par microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS (TEOM-FDMS),
- par jauge par absorption de rayonnement β avec module de correction?,

aux mesurages de référence par gravimétrie.

Deux campagnes de comparaison ont été effectuées en France : en 2005 à Bobigny et en 2006 à Marseille. Lors de ces campagnes, les appareils suivants ont été testés :

- deux dispositifs de mesure gravimétrique de référence pour PM_{10} et pour $\text{PM}_{2,5}$ servant de mesurage de référence et auxquels les autres dispositifs de mesure ont été comparés,
- deux microbalances à variation de fréquence (TEOM) pour PM_{10} et pour $\text{PM}_{2,5}$ à Bobigny et deux microbalances pour les PM_{10} à Marseille,
- deux microbalances à variation de fréquence associées à un module FDMS pour PM_{10} et pour $\text{PM}_{2,5}$,
- deux jauges MP101M-RST par absorption de rayonnement β pour PM_{10} .

Il a également été réalisé avec les jauges radiométriques β , une campagne à Aarschot (Belgique) en collaboration avec des organismes belges de mesurage de la qualité de l'air, et une campagne à Monterotondo (Italie) à la demande du fabricant de l'appareil. Cette campagne a été mise en œuvre par le Laboratoire National de Référence dans le domaine de la qualité de l'air en Italie (Consiglio Nazionale delle Ricerche, Istituto sull'Inquinamento Atmosferico). Pour ces deux campagnes, il a été utilisé des appareils de référence de modèles différents de ceux mis en œuvre pour les campagnes de Bobigny et de Marseille.

Les campagnes d'intercomparaison des microbalances à variation de fréquence associées à un module FDMS et des jauges radiométriques par absorption de rayonnement β font l'objet de rapports [4], [7], [8].

Des campagnes similaires ont été menées en Angleterre [9] sur 4 sites, en hiver et en été. Sept dispositifs de mesure ont fait l'objet de la mise en application du « guide équivalence », dont :

- une microbalance à variation de fréquence (TEOM) pour PM_{10} ,
- une microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS (TEOM/FDMS) pour les PM_{10} et le même dispositif pour $PM_{2,5}$,
- une jauge par absorption de rayonnement β (OPSIS - modèle SM200) pour PM_{10} .

Les valeurs d'incertitude élargie relatives estimées lors des 8 campagnes de mesure pour ces dispositifs sont données en parallèle aux résultats obtenus en France.

6.4.1 Evaluation de l'incertitude du mesurage par microbalance à variation de fréquence par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

6.4.1.1 Campagnes d'intercomparaison menées par la France

Pour les campagnes menées en France, il est à noter que dans le cas de la microbalance à variation de fréquence, 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 mesurages de 2 dispositifs de mesure.

Dans le tableau 4 qui suit sont récapitulées les incertitudes élargies absolues et relatives obtenues au niveau de la valeur limite journalière lors des deux campagnes de mesure, à Bobigny et à Marseille **pour PM_{10}** . Le tableau 5 synthétise les résultats obtenus à Bobigny **pour $PM_{2,5}$** .

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.

Tableau 4 : Incertitudes élargies du mesurage des PM₁₀ par TEOM estimées lors des campagnes menées à Bobigny et Marseille (au niveau de concentration 50 µg/m³)

	Campagne à Bobigny					Campagne à Marseille				
	U _c (C _{m,i}) µg/m ³	U _{rel} (C _{m,i}) %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³	U _c (C _{m,i}) µg/m ³	U _{rel} (C _{m,i}) %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³
Sans correction	40,6	81,0	22,4	55,6	4,7	23,7	47,5	23,8	50,6	4,3
Correction sur la pente	13,8	27,2				12,0	24,0			
Correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine	12,6	25,0				11,4	22,9			

Tableau 5 : Incertitudes élargies du mesurage des PM_{2,5} par TEOM estimées lors de la campagne menée à Bobigny (au niveau de concentration 25 µg/m³)

	U _c (C _{m,i}) µg/m ³	U _{rel} (C _{m,i}) %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³
Sans correction	21,2	84,5	14,1	36,4	1,8
Correction sur la pente	14,0	56,3			
Correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine	10,0	39,8			

Pour les particules PM₁₀, 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 µg/m³, pour les deux campagnes de mesure.

Dans le cas de la campagne à Marseille, l'incertitude élargie relative est toutefois moins élevée que pour la campagne à Bobigny. Cela s'explique par le fait que l'incertitude de la méthode automatique est liée aux écarts entre la méthode automatique et la méthode de référence dépendant des conditions des sites. Or, à Bobigny, 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 les deux campagnes avant corrections. Ces corrections ne peuvent donc pas être appliquées à tous les sites et quelles que soient les conditions environnementales.

Pour les particules PM_{2,5}, l'incertitude élargie relative au niveau de concentration 25 µg/m³ est du même ordre de grandeur que celle obtenue pour les PM₁₀ à 50 µg/m³.

6.4.1.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

Les incertitudes élargies obtenues lors des 8 campagnes de mesure avec les TEOM PM₁₀ sont présentées dans le tableau 6. Il s'agit des incertitudes calculées lorsqu'il est appliqué aux résultats l'équation $1,03 \times X + 3 \text{ µg/m}^3$, où X est la concentration massique mesurée. Puis, les incertitudes ont été calculées en faisant une correction sur la pente et l'ordonnée à l'origine.

Tableau 6 : Incertitudes élargies du mesurage des PM₁₀ par TEOM estimées lors des campagnes menées en Angleterre

	U _{rel} (C _{m,j}) en %	
	PM ₁₀ - Données non corrigées	PM ₁₀ - Données corrigées
Site 1 : Birmingham – campagne d’hiver	76,3	20,8
Site 1 : Birmingham – campagne d’été	85,5	34,7
Site 2 : Teddington – campagne d’hiver	71,9	21,6
Site 2 : Teddington – campagne d’été	81,6	30,5
Site 3 : Bristol – campagne d’été	52,6	30,6
Site 3 : Bristol – campagne d’hiver	53,5	36,8
Site 4 : East Kilbride – campagne d’été	41,1	50,6
Site 4 : East Kilbride – campagne d’hiver	54,8	38,7

Les résultats sont similaires à ceux obtenus en France avec une incertitude élargie au niveau de la valeur limite journalière bien supérieure à 25%, et une baisse de cette incertitude lorsqu’il est effectué une correction sur la pente et l’ordonnée à l’origine de la régression linéaire. Mais, même avec la correction, l’incertitude reste supérieure au critère de performance exigé par la réglementation pour la plupart des campagnes de mesure.

6.4.1.3 Comparaison de l’incertitude élargie relative à celle calculée par l’approche GUM

L’incertitude élargie relative estimée par comparaison avec la méthode gravimétrique de référence est beaucoup plus élevée que celle évaluée par application du GUM en annexe A. Ce qui montre que dans les paramètres d’influence de la méthode de mesure qui ne peuvent pas être quantifiés par l’approche GUM, certains ont un impact important sur le résultat de mesure.

C’est le cas de la sous-estimation des concentrations mesurées par le TEOM du fait de la non prise en compte des particules volatiles.

6.4.2 Evaluation de l’incertitude du mesurage par microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS, par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

6.4.2.1 Campagnes d’intercomparaison menées par la France

Les valeurs des incertitudes évaluées pour PM₁₀ au niveau 50 µg/m³ et pour PM_{2,5} au niveau 25 µg/m³ sont synthétisées dans le tableau 7 ci-dessous.

Tableau 7 : Incertitudes du mesurage des PM₁₀ et des PM_{2,5} par TEOM-FDMS estimées lors des campagnes menées à Bobigny et Marseille

	Campagne à Bobigny					Campagne à Marseille				
	U _c (C _{m,j}) µg/m ³	U _{rel} (C _{m,j}) %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³	U _c (C _{m,j}) µg/m ³	U _{rel} (C _{m,j}) %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³
PM ₁₀	9,0	17,9	34,6	79,9	8,3	6,8	13,6	61,6	3,2	27,2
PM _{2,5}	4,2	16,7	25,4	64,4	2,3	4,8	19,0	55,2	2,5	19,2

6.4.2.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

Tableau 8 : Incertitudes du mesurage des PM₁₀ et des PM_{2,5} par TEOM-FDMS estimées lors des campagnes menées en Angleterre

	U _{rel} (C _{m,j}) en %	
	PM ₁₀	PM _{2,5}
Site 1 : Birmingham – campagne d'hiver	6,4	28,6
Site 1 : Birmingham – campagne d'été	17,0	12,5
Site 2 : Teddington – campagne d'hiver	10,6	22,6
Site 2 : Teddington – campagne d'été	15,7	17,3
Site 3 : Bristol – campagne d'été	18,8	15,5
Site 3 : Bristol – campagne d'hiver	10,6	19,5
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	12,2	14,1
Site 4 : East Kilbride – campagne d'hiver	18,5	33,2

Les campagnes menées en France ont conduit à une incertitude élargie relative inférieure à 20% pour les PM₁₀ à 50 µg/m³ et pour les PM_{2,5} à 25 µg/m³.

Les résultats en Angleterre sont similaires, excepté pour deux campagnes pour les PM_{2,5} qui sont de l'ordre de 30%. La méthode a quand même été considérée comme équivalente après analyse des données [9].

6.4.2.3 Comparaison de l'incertitude élargie relative à celle calculée par l'approche GUM

L'incertitude élargie relative estimée par comparaison avec la méthode gravimétrique de référence est du même ordre de grandeur que celle évaluée par application du GUM en annexe B, ce qui laisse supposer que les paramètres non quantifiés dans l'approche GUM n'ont pas une influence prépondérante.

6.4.3 Evaluation de l'incertitude du mesurage par jauge radiométrique par absorption de rayonnement β , par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

6.4.3.1 Campagnes d'intercomparaison menées par la France

Les valeurs d'incertitude élargie relative évaluées pour l'appareil MP101M-RST sont données dans le tableau 9.

Tableau 9 : Incertitudes du mesurage des PM₁₀ par jauge β « MP101M-RST » estimées lors des campagnes menées par la France

	U _{rel} (C _{m,j}) en %	Conc. Moy µg/m ³	Conc. Max µg/m ³	Conc. Min µg/m ³
Bobigny	13,2	35,0	77,5	6,0
Marseille	13,2	26,0	58,0	3,5
Aarschot (Belgique)	13,8	21,5	59,5	8,0
Monterotondo (Italie)	12,8	37,4	92,4	11,4

Pour les différentes conditions ambiantes et de matrice rencontrées au cours des 4 campagnes de mesure, l'incertitude élargie relative est comprise entre 12,8 et 13,8% à une concentration en PM₁₀ de 50 µg/m³.

6.4.3.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

Les tests de comparaison à la méthode de référence ont été réalisés avec l'appareil SM200 β d'OPSSIS.

Les valeurs d'incertitude élargie relative sont données dans le tableau 10.

Tableau 10 : Incertitudes du mesurage des PM₁₀ par jauge β « SM200 β » estimées lors des campagnes menées par l'Angleterre

	U _{rel} (C _{m,i}) en %
Site 1 : Birmingham – campagne d'été	15,9
Site 2 : Teddington – campagne d'été	11,5
Site 3 : Bristol – campagne d'été	15,4
Site 3 : Bristol – campagne d'hiver	20,7
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	36,3
Site 4 : East Kilbride – campagne d'hiver	16,1

L'incertitude élargie relative avec l'appareil SM200 β d'OPSSIS est sensiblement plus élevée que celle obtenue avec l'appareil MP101M-RST. Elle est comprise entre 11,6 et 20,7% si l'on écarte la campagne d'été à East Kilbride pour laquelle le résultat s'explique par des dysfonctionnements d'appareil. La méthode est donc considérée comme équivalente après analyse des données [9].

6.4.3.3 Comparaison de l'incertitude élargie relative à celle calculée par l'approche GUM

En annexe C, l'application numérique de l'approche GUM pour un appareil MP101M-RST conduit à une incertitude élargie de 20% au niveau de concentration. Ce résultat est tout à fait cohérent avec l'incertitude élargie relative déterminée par les essais d'intercomparaison sur site, ce qui laisse supposer que les paramètres non quantifiés n'ont pas une influence prépondérante.

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 Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA),
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

Le tableau suivant donne des valeurs d'écart-types de reproductibilité calculés à partir des données horaires des « concentrations en particules non volatiles » mesurées par les TEOM (cf. chapitre 2.1) mis en place pour les campagnes de démonstration de l'équivalence (cf. chapitre 6.4).

	Campagne de Bobigny	Campagne de Marseille
Concentration moyenne mesurée (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	29,6	26,5
Nombre de couples de données	1055	1452
Ecart-type de reproductibilité (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	1,7	1,9
Ecart-type relatif de reproductibilité (en % de la concentration moyenne)	5,7	7,2

Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse horaire de particules prélevées
Pour le TEOM

Masse horaire de particules m_H : 19712.66 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	327.3184785	Répétabilité de la fréquence d'oscillation de la micro-balance après collection de particules	0.10	% 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	-	0.33	-1.02E-03	-3.34E-04	
f_1	348.5086065	Répétabilité de la fréquence d'oscillation initiale de la micro-balance avant collection de particules	0.10	% 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	-	0.35	8.46E-04	2.95E-04	
K_0	17912	Constante d'étalonnage	2.50	% de K_0	Préconisations du constructeur		B	Uniforme	258.54	1.10E-06	2.85E-04	
$C_{\text{Linéarité}}$	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	-	3.41E-04	1	3.41E-04	
											Covariance	-1.97E-07

VARIANCE $u^2(m_H)$

1.99E-07 g^2

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(m_H)$

446.19 μg

**Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique horaire de particules
Pour le TEOM**

Concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$:

50.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

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_H	19712.66	Masse quart-horaire de particules prélevées	446.19 μg	-	Tableau m_H	-	-	446.19	2.31E-03	1.03	6.1
t	3600	Temps de prélèvement	2 s	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.58	-1.27E-02	-0.01	0.0
Q	1.20E-01	Débit de prélèvement	4.56E-03 m^3/s	Données AASQA		B	Uniforme	4.56E-03	-3.80E+02	-1.73	17.3
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT Répétabilité du système d'acquisition	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	1.9
$C_{\text{Reproductibilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	7.20 % de la conc.	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais réalisés lors de la démonstration d'équivalence	A	-	3.60	1	3.60	74.6
$C_{\text{Moyennage}}$	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 $u^2(C_{m,H})$

17.37

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(C_{m,H})$

4.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

INCERTITUDE ELARGIE $U(C_{m,H})$

8.3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE $U(C_{m,H})$

16.7 %

Annexe B

Application numérique (TEOM-FDMS)

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

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA),
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

Le tableau suivant donne des valeurs d'écart-types de reproductibilité calculés à partir des données horaires de « concentrations massiques » mesurées par les TEOM-FDMS (cf. chapitre 3.1) mis en place pour les campagnes de démonstration de l'équivalence (cf. chapitre 6.4).

	Campagne de Bobigny	Campagne de Marseille
Concentration moyenne mesurée (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	34,4	29,6
Nombre de couples de données	1055	1452
Ecart-type de reproductibilité (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	2,4	2,2
Ecart-type relatif de reproductibilité (en % de la concentration moyenne)	6,6	7,3

**Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse horaire de particules prélevées
Pour le TEOM-FDMS**

Masse horaire de particules m_H : 19712.66 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	327.3184785	Répétabilité de la fréquence d'oscillation de la micro-balance après collection de particules	0.10 % 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	-	0.33	-1.02E-03	-3.34E-04
f_1	348.5086065	Répétabilité de la fréquence d'oscillation initiale de la micro-balance avant collection de particules	0.10 % 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	-	0.35	8.46E-04	2.95E-04
K_0	17912	Constante d'étalonnage	2.50 % de K_0	Préconisations du constructeur		B	Uniforme	258.54	1.10E-06	2.85E-04
$C_{\text{Linéarité}}$	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	-	3.41E-04	1	3.41E-04
									Covariance	-1.97E-07

VARIANCE $u^2(m_H)$
INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(m_H)$

1.99E-07 g^2
446.19 μg

**Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique horaire de particules
Pour le TEOM-FDMS**

Concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$:

50.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

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_H	19712.66	Masse quart-horaire de particules prélevées	446.19 μg	-	Tableau m_H	-	-	446.19	2.31E-03	1.03	6.0
t	3600	Temps de prélèvement	2 s	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.58	-1.27E-02	-0.01	0.0
Q	1.20E-01	Débit de prélèvement	4.56E-03 m^3/s	Données AASQA		B	Uniforme	4.56E-03	-3.80E+02	-1.73	17.0
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	1.9
		Répétabilité du système d'acquisition									
$C_{\text{Reproductibilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	7.30 % de la conc.	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais réalisés lors de la démonstration d'équivalence	A	-	3.65	1	3.65	75.1
$C_{\text{Moyennage}}$	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 $u^2(C_{m,H})$

17.73

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(C_{m,H})$

4.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

INCERTITUDE ELARGIE $U(C_{m,H})$

8.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE $U(C_{m,H})$

16.8 %

Annexe C

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 Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA),
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

Le tableau ci-dessous donne des valeurs d'écart-types de reproductibilité calculés à partir des données journalières mesurées par les jauges radiométriques par absorption de rayonnement β (cf. chapitre 5.1) mises en place pour les campagnes de démonstration de l'équivalence (cf. chapitre 6.4).

	Campagne de Bobigny	Campagne de Marseille	Campagne de Monterondo	Campagne d'Aarschot
Concentration moyenne mesurée (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	35,0	29,6	37,4	21,8
Ecart-type de reproductibilité (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)	1,9	2,2	2,9	1,4
Ecart-type relatif de reproductibilité (en % de la concentration moyenne)	5,5	7,3	7,8	6,3

**Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse journalière de particules prélevées
Pour la jauge Bêta**

Masse journalière de particules m_j : 1189.12 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	5093.13	Répétabilité du comptage initial de la jauge avant prélèvement	5.00 %	ET de répétabilité calculé à partir de 10 mesures successives sur filtre vierge par la jauge	Essais EMD	B	Uniforme	147.03	2.22E-01	3.27E+01
K	0.883	Coefficient d'absorption massique	0.044 μg^{-1}	Spécification du constructeur		B	Uniforme	0.03	-1.35E+03	-3.42E+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	-	5.84E+01	1	5.84E+01
									Covariance	-2.16E+03

VARIANCE $u^2(m_j)$

4.58E+03

INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(m_j)$

67.64 μg

Urelative (%)

5.7

**Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique journalière de particules
Pour la jauge Béta**

Concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$:

49.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

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	1189.12	Masse journalière de particules prélevées (μg)	67.64 μg	cf. feuille calcul	Tableau m_j	-	-	67.64	0.04	2.83	31.5
t	23.9	Temps de prélèvement (h)	5.6E-04 h	Spécification du constructeur	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	1.60E-04	-2.08E+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	-4.98E+01	-1.44	8.1
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT Répétabilité du système d'acquisition	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	cf. Guide paragraphe 3.5.6?	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	1.3
$C_{\text{Répétabilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	7.80 % de la conc.	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais réalisés lors de la démonstration d'équivalence	A	-	3.88	1	3.88	59.1
$C_{\text{Moyennage}}$	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 $u^2(C_{m,j})$ 25.49
INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE $u(C_{m,j})$ 5.05 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
INCERTITUDE ELARGIE $U(C_{m,j})$ 10.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE $U(C_{m,j})$ 20.3 %

Annexe D Bibliographie

- [1] Directive 2008/50/CE du Parlement Européen et du Conseil du 21 mai 2008 concernant la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe
- [2] 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 »
- [3] Norme NF ISO 10473 (2000) « Air ambiant - Mesurage de la masse des matières particulaires sur un milieu filtrant - Méthode par absorption de rayons bêta »
- [4] Rapport LCSQA-EMD ; novembre 2006 : « Equivalence d'analyseurs automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant – Démonstration de l'équivalence de la jauge radiométrique MP101M-RST d'Environnement SA »
- [5] Classification et critères d'implantation des stations de surveillance de la qualité de l'air, guide ADEME, janvier 2000
- [6] « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » - Report by an EC Working group on Guidance for the Demonstration of Equivalence (January 2006)
- [7] Rapport INERIS-DRC/AIRE-05-64996-OLe/Fr-n°743-v3a ; novembre 2005 : « Procédure d'équivalence TEOM/FDMS PM₁₀ et PM_{2,5} – campagne de Bobigny »
- [8] Rapport INERIS-DRC/AIRE-06-74750-MRe/OLe/Gay-n°0497-v3 ; décembre 2006 : « Procédure d'équivalence TEOM/FDMS PM₁₀ et PM_{2,5} – campagne de Marseille »
- [9] “UK Equivalence programme for monitoring of Particulate Matter – Final report for Department for the Environment, Foods and Rural Affairs, Welhs Assembly Government, Scottish Executive, Department of Environment for Northern Ireland – Ref : BV/AQ/AD202209/DH/2396 – 5th June 2006 “