



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**

**Béatrice LALERE
Guillaume LABARRAQUE
Tatiana MACE**

Convention : 0001189

Novembre 2008

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

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

Laurent ALLEMAN

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**

**Eva LEOZ
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 7 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM₁₀

Projet d'Octobre 2008

Version 1

Ce document comporte 44 pages (hors couverture).

OCTOBRE 2008

Table des matières

TABLE DES MATIERES	2
1 DEFINITIONS.....	3
2 REFERENCES NORMATIVES.....	5
3 DESCRIPTION DE LA METHODE DE MESURE	5
4 DEFINITION DU MESURANDE	8
5 ANALYSE DU PROCESSUS DE MESURE : METHODE DES « 5 M » - RECHERCHE DES CAUSES D'ERREURS.....	9
6 MODELE MATHEMATIQUE POUR LA DETERMINATION DE LA CONCENTRATION DE B[A]P MESURE DANS L'AIR AMBIANT LORSQUE L'EFFICACITE DE RECUPERATION EST COMPRISE ENTRE 80 ET 120 %.....	11
7 MODELE MATHEMATIQUE POUR LA DETERMINATION DE LA CONCENTRATION DE B[A]P MESURE DANS L'AIR AMBIANT LORSQUE L'EFFICACITE DE RECUPERATION N'EST PAS COMPRISE ENTRE 80 ET 120 %.....	17
8 DETERMINATION DES INCERTITUDES-TYPES RELATIVES	18
9 CALCUL DE L'INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE SUR LA CONCENTRATION DE B[A]P DANS L'ECHANTILLON D'AIR AMBIANT LORSQUE L'EFFICACITE RECUPERATION EST COMPRISE ENTRE 80 ET 120 %.....	31
10 CALCUL DE L'INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE SUR LA CONCENTRATION DE B[A]P DANS L'ECHANTILLON LORSQUE L'EFFICACITE DE RECUPERATION N'EST PAS COMPRISE ENTRE 80 ET 120 %.....	34
11 RECAPITULATIF DES PARAMETRES PRIS EN COMPTE DANS LE BUDGET D'INCERTITUDES.....	36
12 ESTIMATION DE L'INCERTITUDE ELARGIE SUR UNE CONCENTRATION MASSIQUE ANNUELLE DE B[A]P.....	39
13 EXPRESSION FINALE DU RESULTAT.....	40
ANNEXE A CRITERES DE PERFORMANCE.....	41
ANNEXE B EXEMPLE D'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE SUR UNE CONCENTRATION DE B[A]P DE 1 NG/M³	43
ANNEXE C BIBLIOGRAPHIE.....	44

Avertissement

L'objectif du guide est de définir une méthodologie d'estimation de l'incertitude associée à un résultat de mesure du Benzo[a]Pyrène (B[a]P) dans la fraction PM₁₀ de l'aérosol prélevée sur filtre et analysée en laboratoire. L'incertitude est évaluée en appliquant le Guide pour l'expression de l'Incertitude de Mesure (GUM, NF ENV 13005) et en se basant sur les principes énoncés dans la norme européenne NF EN 15549 : 2008 (Qualité de l'air – Méthode normalisée de mesure de la concentration du benzo[a]pyrène dans l'air ambiant).

La concentration cible de 1 ng/m³ pour le B[a]P est définie en valeur annuelle dans la Directive 2004/107/CE. L'incertitude associée à la concentration moyenne annuelle est estimée en calculant au préalable l'incertitude associée aux concentrations des mesurages individuels.

En annexe B du présent guide est donné un exemple d'estimation d'incertitudes pour une concentration de B[a]P de 1 ng/m³. L'objectif est de montrer de façon concrète comment mener le calcul et appliquer les équations données dans le corps du texte. Dans l'exemple proposé, les valeurs utilisées sont issues d'essais réalisés en laboratoire et sur site. Toutefois, les valeurs numériques sont données à titre indicatif, ce qui conduit à ne pas considérer les résultats des calculs comme une évaluation de la méthode de mesure.

De plus, certains paramètres, notamment des paramètres analytiques (linéarité, efficacité d'extraction...), sont spécifiques aux procédures mises en œuvre par chacun des laboratoires qui doivent de ce fait les déterminer pour leurs propres conditions d'analyse. De même, les conditions de prélèvement sont spécifiques à chaque site de mesure, au mode opératoire suivi par l'opérateur etc.

NOTE Le processus d'estimation de l'incertitude décrit dans le présent guide peut être appliqué aux autres hydrocarbures aromatiques polycycliques de la Directive 2004/107/CE.

Introduction

La partie 7 du guide est relative à l'estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P dans la fraction PM₁₀ de l'aérosol, réalisés sur site par la méthode par prélèvement sur filtre suivi d'une analyse en laboratoire.

Cette estimation a été réalisée en se basant sur les principes énoncés dans la norme NF EN 15549.

NOTE Le guide a été établi pour la surveillance de la qualité de l'air ambiant conformément à la norme NF EN 15549. Il pourrait être également appliqué à d'autres domaines si les conditions opératoires définies dans les normes NF EN 12341 pour le prélèvement et NF EN 15549 pour le prélèvement et l'analyse sont respectées.

1 Définitions

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

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

1.1 Efficacité d'extraction

Paramètre déterminé au moyen d'une solution étalon de capacité d'extraction ajoutée sur le filtre avant l'extraction et permettant de vérifier pour chaque échantillon le bon déroulement du processus analytique (pas de dégradation lors de l'extraction, pas de perte lors de l'évaporation ou de la purification).

A noter que la norme exige le rejet de l'échantillon si l'efficacité d'extraction est inférieure à 50%, mais précise que lorsqu'elle est régulièrement inférieure à 70%, cela révèle des problèmes liés au mode opératoire de traitement de l'échantillon qu'il convient de rechercher.

1.2 Efficacité de récupération

Paramètre déterminé au moyen d'un matériau de référence certifié (MRC) en comparant la masse de B[a]P mise en oeuvre (basée sur le certificat) avec celle mesurée en appliquant la méthode. Ce paramètre doit être déterminé au moins tous les 6 mois et doit être compris entre 80 et 120%.

1.3 Filtre témoin de laboratoire

Filtre inutilisé conservé au laboratoire et soumis à la même procédure d'analyse que l'échantillon.

Utilisation du filtre témoin de laboratoire à des fins d'assurance qualité de laboratoire pour vérifier notamment que la teneur résiduelle en B[a]P est inférieure au seuil fixé dans la norme NF EN 15549.

1.4 Filtre témoin de terrain

Filtre soumis au même protocole expérimental qu'un échantillon, excepté qu'il n'est pas effectué d'échantillonnage d'air à travers le filtre.

Utilisation du filtre témoin de terrain à des fins d'assurance qualité pour rechercher et éliminer les sources de contamination.

1.5 Matériau de référence certifié (MRC)

Matériau de référence dont au moins une des propriétés a une valeur certifiée par une procédure validée sur le plan technique, accompagné d'un certificat ou d'un moyen permettant d'identifier l'origine du certificat ou de tout autre document émis par l'organisme de certification. La matrice doit être aussi représentative que possible de la fraction PM_{10} des particules atmosphériques.

NOTE Dans le cas du B[a]P, matériau contenant une concentration certifiée de B[a]P dans une matrice similaire aux particules PM_{10} . A la date de publication du présent document, le seul MRC jugé adéquat, selon la norme NF EN 15549 est le matériau NIST 1649a.

1.6 PM_{10}

Spécification cible pour prélever les particules thoraciques (particules de diamètre aérodynamique inférieur à $10 \mu m$).

NOTE Les proportions massiques cumulatives de la fraction PM_{10} par rapport à la fraction de matière particulaire en suspension telles que définies par convention sont données en annexe A de la norme NF EN 12341.

1.7 Solution étalon de capacité d'extraction

Solution d'un hydrocarbure aromatique polycyclique (HAP) autre que le B[a]P et différent de l'étalon interne avec une concentration parfaitement connue, ajouté sur les filtres échantillons avant extraction : HAP méthylié ou halogéné pour l'analyse par CLHP/FLD et HAP deutéré ou marqué au carbone 13 pour l'analyse par CG/SM.

1.8 Valeur cible

Concentration dans l'air ambiant fixée dans le but d'éviter, de prévenir ou de réduire les effets nocifs pour la santé des personnes et pour l'environnement dans son ensemble, qu'il convient de se fixer comme objectif à ne pas dépasser, si possible dans un délai donné.

NOTE La valeur cible actuelle pour le B[a]P est de 1 ng/m^3 pour la moyenne annuelle calculée sur l'année civile du contenu total de la fraction PM_{10} .

2 Références normatives

NF EN 15549 - Qualité de l'air - Méthode normalisée de mesure de la concentration du benzo[a]pyrène dans l'air ambiant

NF EN 12341 - Détermination de la fraction MP_{10} de matière particulaire en suspension - Méthode de référence et procédure d'essai in situ pour démontrer l'équivalence à la référence de méthodes de mesure

3 Description de la méthode de mesure

3.1 Prélèvement des particules

Le prélèvement consiste à recueillir la fraction PM_{10} de matière particulaire atmosphérique sur un filtre placé dans un préleveur. Le volume d'air filtré est mesuré durant le prélèvement.

3.1.1 Les préleveurs

Le prélèvement doit être réalisé avec des appareils équivalents à ceux décrits dans la norme NF EN 12341. La durée du prélèvement est fixée à 24 heures par la directive 2004/107/CE.

Des préleveurs LVS (systèmes à « faible volume ») et/ou HVS (systèmes à « gros volume ») peuvent être utilisés. Cependant, compte tenu des résultats obtenus lors des dernières campagnes d'intercomparaison des laboratoires organisées par le LCSQA (Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air) [1], il est préconisé d'utiliser des préleveurs HVS pour les HAP afin de respecter plus facilement le niveau d'incertitude exigé par la directive, qui ne doit pas dépasser 50%.

Dans le présent guide, le calcul d'incertitude est établi dans le cas de l'utilisation d'un préleveur HVS. Si un préleveur LVS est mis en œuvre, l'incertitude associée au volume de prélèvement devra être réévaluée. L'utilisateur pourra également se référer à la partie 8 du guide « Estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM_{10} », dans lequel l'incertitude associée au volume prélevé est évaluée pour un préleveur LVS.

Exemple du préleveur grand débit utilisé par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA)

Le principe du préleveur grand débit utilisé par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) est représenté sur la figure ci-après.

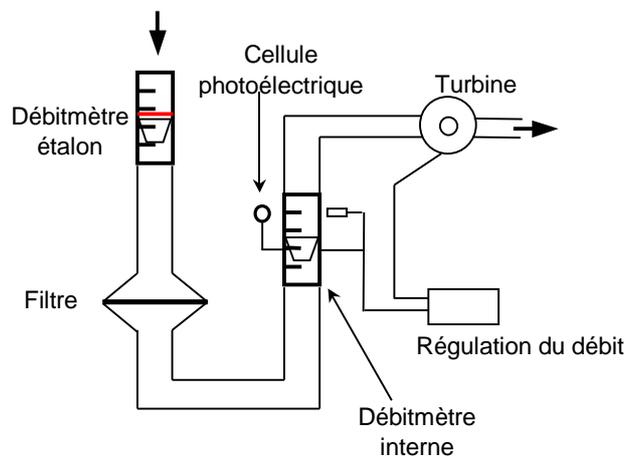


Figure 1 : Principe du préleveur grand débit utilisé par les AASQA

Le prélèvement d'air doit être effectué à un débit de $0,5 \text{ m}^3/\text{min}$, exprimé dans les conditions de température et de pression au niveau de la tête de prélèvement, pour respecter le diamètre de coupure PM_{10} .

La mesure et la régulation du débit du préleveur sont assurées par un « débitmètre interne » (rotamètre - classe 2.5). Le tube du rotamètre est gradué en millimètres et il est fourni par le fabricant un tableau de corrélation entre les graduations et le débit correspondant, exprimé à 288 K et 1013 hPa.

L'ajustage du débit de prélèvement avant la mise en route du prélèvement est effectué au moyen d'un « débitmètre étalon » qui est installé à la place de la tête de prélèvement. L'ajustage permet de définir la valeur de consigne à appliquer au niveau du débitmètre interne pour que le prélèvement soit effectué à $0,5 \text{ m}^3/\text{min}$ au niveau de la tête de prélèvement, dans les conditions ambiantes de température et de pression pendant la durée du prélèvement. Comme le débitmètre interne, le débit donné par le débitmètre étalon est exprimé à 288 K et 1013 hPa.

L'ajustage est réalisé avec un filtre en position pour prendre en compte la perte de charge liée au filtre. La stabilité du débit et la compensation de la perte de charge due au dépôt des particules sur le filtre, est assurée, pendant le prélèvement, par l'asservissement du débit de la turbine à la position du flotteur dans le débitmètre interne (position repérée par une cellule photoélectrique).

La valeur de consigne est calculée en tenant compte de la température ambiante moyennes $\bar{T}_{\text{ambiante}}$ et $\bar{P}_{\text{ambiante}}$, attendues au niveau de la tête de prélèvement pendant la période de prélèvement.

Le débit de consigne du débitmètre interne est exprimé aux conditions de température et pression 288 K et 1013 hPa.

La température et la pression internes sont mesurées au moyen de capteurs placés en amont du débitmètre interne.

Selon la version du préleveur, soit il est équipé de capteurs pour les mesurages de température et pression ambiantes soit il ne dispose pas de tels capteurs. Dans ce deuxième cas, la température et la pression ambiantes sont soit mesurées avec des capteurs que l'opérateur place dans l'air ambiant à proximité du point de prélèvement, soit estimées. Pour les modèles non équipés de capteurs, le fabricant du préleveur considère par défaut que la température ambiante moyenne au niveau de la tête de prélèvement sur la durée du prélèvement, est égale à la température moyenne mesurée avec le capteur interne moins 3 K, et que la pression ambiante est égale à la pression donnée par le capteur interne lorsque la turbine est à l'arrêt.

3.1.2 Les filtres

Les filtres peuvent être en fibres de quartz ou en fibres de verre. Leur diamètre doit être adapté au type d'appareil de prélèvement utilisé, et leur efficacité de séparation doit être d'au moins 99,5 % à un diamètre aérodynamique de 0,3 µm.

La non contamination des filtres doit être vérifiée en faisant subir aux filtres le même traitement analytique qu'aux échantillons : extraction, purification si nécessaire, et analyse chromatographique. La quantité de B[a]P dans les filtres doit être inférieure à 4% de la valeur cible (inférieure à 9,6 ng pour un prélèvement HVS de 720 m³ d'air et inférieure à 0,32 ng pour un prélèvement LVS de 24 m³ d'air [1]).

3.2 Extraction, récupération et analyse du B[a]P

3.2.1 Extraction et récupération

Afin d'analyser le B[a]P contenu dans la fraction PM₁₀ des particules, le B[a]P sur filtre échantillon est extrait à l'aide d'un ou de plusieurs solvants organiques. Les techniques d'extraction suivantes ont montré qu'elles satisfont à l'efficacité d'extraction requise par la norme NF EN 15549 : extraction par reflux, au Soxhlet, par ultrasons, accélérée par solvant chaud pressurisé et par micro-ondes.

La norme NF EN 15549 préconise d'analyser un matériau de référence certifié (MRC) pour déterminer lors de la mise au point de la méthode et au moins tous les 6 mois l'efficacité de récupération, qui est évaluée de la façon suivante :

$$R = \frac{X_a}{X_{ca}} \times 100 \quad (1)$$

Avec :

- R l'efficacité de récupération (%),
- X_a la masse de B[a]P mesurée pour le matériau de référence certifié (ng),
- X_{ca} la masse de B[a]P certifiée (ng).

L'efficacité d'extraction doit être déterminée par ajout d'une solution étalon de capacité d'extraction sur chaque filtre échantillon à analyser.

$$E = \frac{m_{SSE}}{m_{SSF}} \times 100 \quad (2)$$

Avec :

- E l'efficacité d'extraction (%),
- m_{SSE} la masse de l'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait (ng),
- m_{SSF} la masse de l'étalon de capacité d'extraction ajouté au filtre (ng).

La norme NF EN 15549 définit comment prendre en compte les efficacités d'extraction et de récupération selon la valeur d'efficacité de récupération (R) :

- Lorsque l'efficacité de récupération est comprise entre 80 % et 120 %, elle est prise comme étant égale à 100 % et les concentrations de B[a]P ne sont pas corrigées. Toutefois, son incertitude-

type est prise en compte dans l'estimation de l'incertitude sur la concentration massique en B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (cf. chapitre 6.),

- Lorsque l'efficacité de récupération n'est pas comprise entre 80 % et 120 %, il est nécessaire de corriger les concentrations de B[a]P à partir de l'efficacité d'extraction déterminée par la « méthode de l'étalon de capacité d'extraction » : cette méthode consiste à ajouter un HAP autre que le B[a]P et différent de l'étalon interne avec une concentration parfaitement connue sur les filtres échantillons avant extraction (cf. chapitre 7.).

3.2.2 Techniques analytiques utilisées

Les différents composés de l'échantillon peuvent être identifiés et quantifiés :

- Soit par chromatographie liquide haute performance (CLHP) couplée à la fluorescence (FLD),
- Soit par chromatographie en phase gazeuse (CG) couplée à la spectrométrie de masse (SM).

3.2.3 Réalisation de l'étalonnage

Selon la norme NF EN 15549, deux méthodes d'étalonnage des systèmes d'analyse peuvent être mises en œuvre :

- La première appelée "Etalonnage externe" consiste à préparer des solutions d'étalonnage de B[a]P à plusieurs niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents). Elles sont utilisées pour déterminer la fonction d'étalonnage du système analytique, à partir de laquelle sont déduites les masses de B[a]P dans les extraits des filtres échantillons. Cette méthode d'étalonnage est préconisée pour la technique CLHP/FLD.
- La deuxième appelée "Etalonnage interne" consiste à préparer des solutions d'étalonnage de B[a]P à plusieurs niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents) dans lesquelles est ajouté un étalon interne. Il s'agit d'un HAP autre que le B[a]P, de concentration parfaitement connue, constante quelque soit le niveau de concentration de B[a]P, et équivalente à la concentration de B[a]P à la valeur cible $\pm 20\%$. Ces solutions d'étalonnage sont utilisées pour déterminer le facteur de réponse du B[a]P par rapport à l'étalon interne. La même quantité d'étalon interne est également ajoutée dans les extraits des filtres échantillons. La masse de B[a]P dans l'extrait d'échantillon est déduite de la masse d'étalon interne dans l'extrait d'échantillon, des surfaces des pics du B[a]P et de l'étalon interne dans le chromatogramme de l'extrait d'échantillon et du facteur de réponse du B[a]P. Cette méthode d'étalonnage permet de prendre en compte une éventuelle dérive du signal de l'appareil et est préconisée pour les techniques CLHP/FLD et CG/SM.

4 Définition du mesurande

Le mesurande est la **concentration massique annuelle de B[a]P** dans la fraction PM_{10} de l'aérosol piégée sur un filtre (voir chapitre 3.1.2), validée sur n'importe quel site pour le temps de prélèvement indiqué dans le tableau ci-après. Il est également indiqué la plage de concentration pour laquelle la méthode de mesure du B[a]P décrite dans la norme NF EN 15549 est applicable.

Mesurande	Gamme de mesure	Temps de prélèvement
B[a]P	0,04 - 20 ng/m ³	24 heures

Tableau 1 : Temps de prélèvement et gamme de mesure

La valeur haute de la gamme de mesure dépend notamment de la capacité de piégeage du filtre et de la linéarité de l'analyseur. La valeur basse de la gamme dépend du bruit de fond du détecteur et de la

concentration détectée dans le filtre témoin de laboratoire (masse détectée sur un filtre conditionné non exposé).

Le mesurande est exprimé en ng/m^3 aux conditions ambiantes de température et de pression du site.

NOTE Les critères de performance à prendre en compte sont listés en annexe A.

5 Analyse du processus de mesure : Méthode des « 5 M » - recherche des causes d'erreurs

La technique des « 5 M », décrite au chapitre 3.3.2 de la partie 1 du guide, permet à partir de la connaissance du processus de mesure, de répertorier les causes possibles d'incertitude.

5.1 Les moyens

Les « moyens » ayant une influence sur le mesurage sont décrits ci-après :

- La préparation des solutions d'étalonnage qui sont utilisées pour déterminer la fonction d'étalonnage du dispositif d'analyse ou le facteur de réponse du B[a]P
 - Pureté des composés et des solvants utilisés
 - Préparation des solutions d'étalonnage (gravimétrie ou volumétrie)
 - Ajout d'un étalon interne

5.2 La méthode

L'influence de la « méthode » de mesure mise en œuvre est liée au type de préleveurs, au traitement des échantillons et à l'analyse :

- Avant prélèvement :
 - Nature et conditionnement des filtres : évalué au travers du filtre témoin de laboratoire
 - Stockage et transport : risque de contamination lors du stockage au laboratoire et lors du transport entre le laboratoire et le site de prélèvement ; évalué au travers du filtre témoin de terrain
 - Mise en place du filtre : risque de contamination lors de la manipulation et de l'installation du filtre dans la cassette de prélèvement
- Lors du prélèvement :
 - Débit de prélèvement
 - Temps de prélèvement
 - Efficacité de prélèvement
- Après le prélèvement :
 - Transport : risque de perte et/ou de contamination (évalué au travers du filtre témoin de terrain)

- Stockage : manque de stabilité du filtre ou des composés, risque de contamination... (évalué au travers du filtre témoin de terrain)
- Lors de la préparation de l'échantillon :
 - Efficacité d'extraction
 - Efficacité de récupération: risque de perte et de contamination
- Lors de l'analyse :
 - Linéarité
 - Répétabilité analytique
 - Sélectivité (Présence d'interférents ...)
 - Justesse de l'analyse
 - Stabilité de l'échantillon : risque d'évaporation, de réactivité, etc
 - Dérive entre deux étalonnages
 - Facteur de réponse du B[a]P

5.3 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel le prélèvement est effectué peuvent avoir une influence sur le prélèvement si elles varient de façon significative au cours de la période de mesure. Les principales grandeurs physiques d'influence sont la température et l'hygrométrie de l'air prélevé.

5.4 La matière

Les caractéristiques physico-chimiques des particules prélevées doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur l'analyse des éléments (effets de matrice en présence d'interférents en particulier).

5.5 La main d'œuvre

En fonction de ses compétences et de son expérience, l'opérateur a une influence sur la réalisation du prélèvement (contamination des filtres lors de mauvaises manipulations, vérification des débits de prélèvement ...), sur la préparation des solutions d'étalonnage, sur la méthode d'acquisition des mesurages (respect des procédures, maintenance...).

Mais, ces sources d'incertitudes sont déjà prises en compte dans certaines caractéristiques de performance telles que la dérive, la répétabilité, le filtre témoin de terrain...

5.6 Synthèse

Un diagramme des 5M qui récapitule l'ensemble des facteurs d'influence est présenté sur la figure 2.

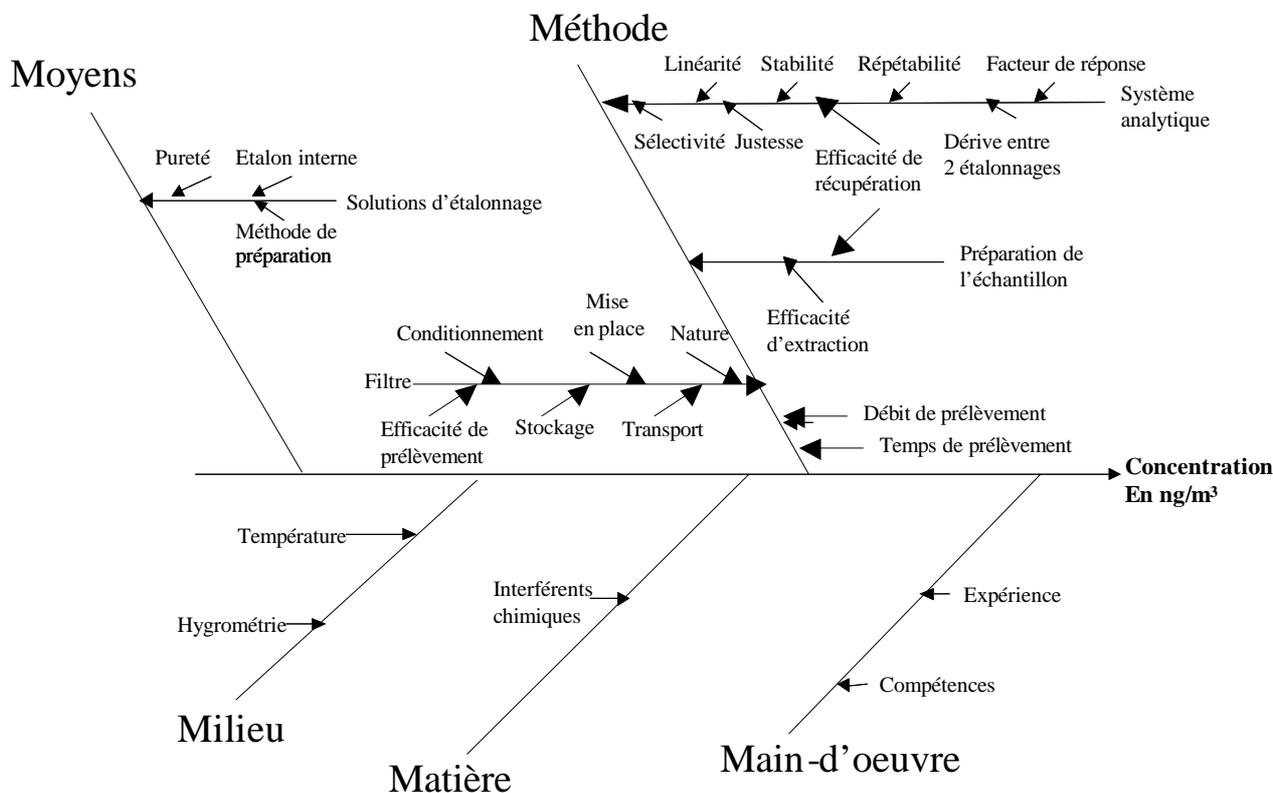


Figure 2 : Diagramme des 5M

6 Modèle mathématique pour la détermination de la concentration de B[a]P mesuré dans l'air ambiant lorsque l'efficacité de récupération est comprise entre 80 et 120 %

6.1 Modèle mathématique utilisé pour calculer la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (C)

Le modèle mathématique utilisé pour le calcul de la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant est donné par l'équation (3) :

$$C = \frac{m_F}{V \times S \times A} \text{ où : } m_F = f(m_E) \quad (3)$$

Avec :

- C la concentration massique en B[a]P dans l'échantillon d'air aux conditions ambiantes de température et de pression du site (ng/m³),
- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon qui est fonction de la masse mesurée m_E dans l'extrait (ng),
- V le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression du site (m³),
- S la stabilité de l'échantillon,
- A l'efficacité de prélèvement,

— m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait (ng).

La norme NF EN 15549 donne des préconisations concernant certains paramètres cités ci-dessus, à savoir :

- L'efficacité de prélèvement : A
Il est possible de négliger l'efficacité de prélèvement ainsi que son incertitude à condition que le débit de prélèvement soit conforme aux spécifications du préleveur de la fraction PM_{10} dans l'air ambiant. Dans ce cas, l'efficacité de prélèvement de la fraction PM_{10} est supposée être de 100%.
- La stabilité de l'échantillon : S
La stabilité de l'échantillon doit être établie en réalisant des essais visant à déterminer l'influence du stockage dans les conditions types du laboratoire concerné (durée, température, environnement), pour une masse de B[a]P piégée sur les filtres correspondant à une concentration de 1 ng/m^3 . A partir d'au moins 6 résultats obtenus, la norme NF EN 15549 préconise de négliger l'incertitude-type relative due à la stabilité de l'échantillon lorsque l'essai ne présente pas de différence significative entre les résultats des analyses avant et après stockage : en effet, dans ces conditions, il peut être considéré que la contribution de cette incertitude est déjà prise en compte dans d'autres contributions, comme par exemple la dérive ou la répétabilité.

Lorsque ces spécifications sont respectées, l'équation (3) devient :

$$C = \frac{m_F}{V} \quad (4)$$

Chaque composante de l'équation (4) (m_F , V ...) a une incertitude qui est liée à plusieurs paramètres d'influence regroupés comme indiqué dans le diagramme des 5 M, représenté en figure 3. Ce regroupement permet en outre de simplifier l'évaluation de l'incertitude.

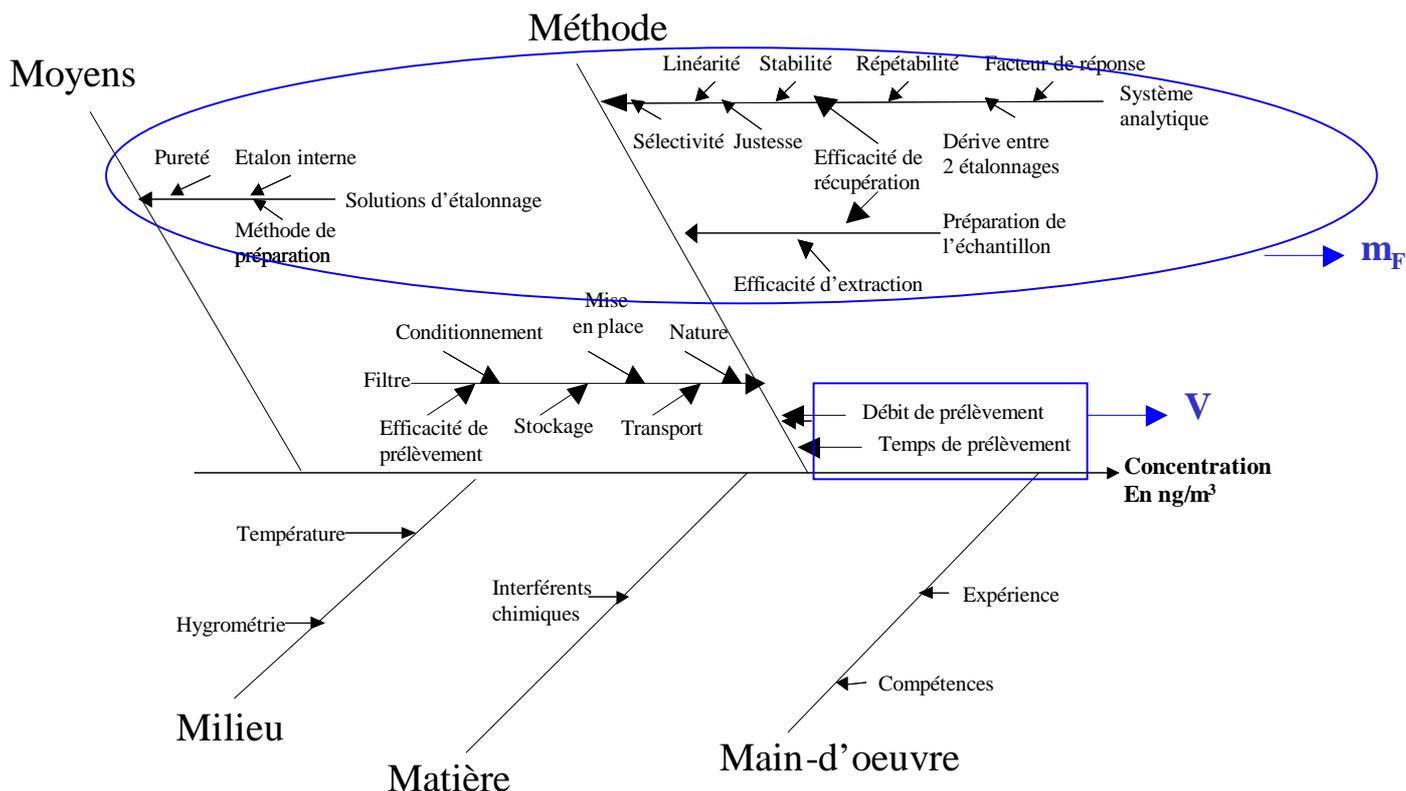


Figure 3 : Diagramme des 5M simplifié

Ce diagramme conduit à l'établissement de modèles mathématiques respectivement pour la masse mesurée sur le filtre échantillon m_F et pour le volume de prélèvement V , décrits dans les chapitres ci-après.

6.2 Modèle mathématique utilisé pour la masse mesurée sur le filtre échantillon (m_F)

La détermination de la masse mesurée sur le filtre échantillon requiert la détermination des efficacités d'extraction et de récupération comme indiqué au chapitre 3.2.1.

Dans ces conditions, la **masse mesurée (m_F) sur le filtre échantillon** est calculée à partir de l'équation (5), soit :

$$m_F = \frac{m_E}{\frac{E}{100} \times \frac{R}{100}} = 10^4 \times \frac{m_E}{E \times R} \quad (5)$$

Avec :

- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon (ng),
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait (ng),
- E l'efficacité d'extraction (%),
- R l'efficacité de récupération (%).

L'efficacité de récupération est considérée comme égale à 100%. Aucune correction n'est donc à appliquer. Néanmoins, ce facteur doit être conservé dans l'expression du modèle mathématique de la masse mesurée, car il présente une incertitude-type.

6.3 Modèle mathématique utilisé pour déterminer la masse mesurée dans l'extrait (m_E)

6.3.1 Etalonnage externe

Cette méthode d'étalonnage est préconisée pour l'analyse par CLHP/FLD.

L'étalonnage du système analytique consiste à préparer des solutions d'étalonnage de B[a]P à plusieurs niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents), à les analyser, puis à déterminer la fonction d'étalonnage (surface ou hauteur du pic en fonction de la masse du B[a]P dans les solutions d'étalonnage).

Dans ces conditions, la **masse de B[a]P est déduite de la fonction d'étalonnage** en appliquant l'équation (6) :

$$m_{reg} = \frac{A_E - b}{a} \times V_E \quad (6)$$

Avec :

- m_{reg} la masse de B[a]P déduite de la fonction d'étalonnage (ng),
- A_E la surface ou hauteur du pic du B[a]P dans l'extrait (u.a.),
- b l'ordonnée à l'origine de la fonction d'étalonnage (u.a.),

- a la pente de la fonction d'étalonnage (ml/ng),
- V_E le volume d'extrait (ml).

Le modèle mathématique pour calculer la **masse mesurée (m_E) dans l'extrait** prend la forme suivante, de façon à pouvoir tenir compte des différents facteurs de correction liés au détecteur et aux solutions d'étalonnage influents dans l'estimation des incertitudes :

$$m_E = m_{reg} \times X_{répétabilité} \times X_{étalons} \times X_{dérive} \times X_{sélectivité} \quad (7)$$

Avec :

- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait (ng),
- m_{reg} la masse de B[a]P déduite de la fonction d'étalonnage (ng),
- $X_{répétabilité}$ le facteur de correction lié à la répétabilité analytique,
- $X_{étalons}$ le facteur de correction lié aux solutions d'étalonnage,
- $X_{dérive}$ le facteur de correction lié à la dérive du détecteur entre deux étalonnages,
- $X_{sélectivité}$ le facteur de correction lié à la sélectivité du détecteur pour le B[a]P.

Dans la pratique, il est considéré que si les conditions expérimentales et les procédures de prélèvement et d'analyse sont mises en œuvre conformément aux prescriptions normatives, il n'est pas nécessaire d'appliquer des corrections, et par convention les facteurs de correction sont pris égaux à 1. Néanmoins, ces facteurs doivent être conservés dans l'expression du modèle mathématique de la masse mesurée, car ils présentent des incertitudes-types non négligeables qui vont être décrites dans les chapitres suivants.

6.3.2 Etalonnage interne

Cette méthode d'étalonnage est préconisée pour l'analyse par CLHP/FLD ou par CG/SM.

Afin de déterminer le facteur de réponse du B[a]P, il convient de procéder de la façon suivante :

- Ajout d'étalon interne à concentration constante dans chaque solution d'étalonnage de B[a]P des différents niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents),
- Analyse par CLHP/FLD ou CG/SM,
- Détermination du facteur de réponse f_i pour chaque niveau i de concentration à partir de l'équation suivante :

$$f_i = \frac{A_{IS_i} \times m_{C_i}}{A_{C_i} \times m_{IS_i}} \quad (8)$$

Avec :

- f_i le facteur de réponse du B[a]P,

- A_{IS_i} la surface ou hauteur du pic de l'étalon interne dans la solution d'étalonnage du niveau i (u.a.),
- m_{C_i} la masse de B[a]P dans la solution d'étalonnage du niveau i (ng),
- A_{C_i} la surface ou hauteur du pic du B[a]P dans la solution d'étalonnage du niveau i (u.a.),
- m_{IS_i} la masse d'étalon interne dans la solution d'étalonnage du niveau i (ng).

Un facteur de réponse moyen est ensuite calculé :

$$\bar{f} = \frac{\sum f_i}{n} \quad (9)$$

Avec :

- \bar{f} le facteur de réponse moyen du B[a]P,
- f_i le facteur de réponse du B[a]P pour chaque niveau de concentration,
- n le nombre de niveaux de concentration.

Après extraction et purification des filtres, la même quantité d'étalon interne est ajoutée dans l'extrait qui est ensuite analysé.

NOTE La répétabilité et la dérive sont prises en compte dans la détermination du facteur de réponse moyen du B[a]P.

Dans ces conditions, **la masse mesurée (m_E) dans l'extrait** est calculée à partir du facteur de réponse moyen du B[a]P, soit :

$$m_E = \frac{\bar{f} \times A_E \times m_{ISE}}{A_{ISE}} \times X_{\text{sélectivité}} \quad (10)$$

Avec :

- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait (ng),
- \bar{f} le facteur de réponse moyen du B[a]P,
- A_E la surface ou hauteur du pic du B[a]P dans l'extrait (u.a.),
- m_{ISE} la masse d'étalon interne dans l'extrait (ng),
- A_{ISE} la surface ou hauteur du pic de l'étalon interne dans l'extrait (u.a.)
- $X_{\text{sélectivité}}$ le facteur de correction lié à la sélectivité du détecteur pour le B[a]P.

Dans la pratique, il est considéré que si les conditions expérimentales et les procédures de prélèvement et d'analyse sont mises en œuvre conformément aux prescriptions normatives, il n'est pas nécessaire d'appliquer des corrections, et par convention les facteurs de correction sont pris égaux à 1. Néanmoins, ces facteurs doivent être conservés dans l'expression du modèle

mathématique de la masse mesurée, car ils présentent des incertitudes-types non négligeables qui vont être décrites dans les chapitres suivants.

6.4 Modèle mathématique utilisé pour calculer le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V)

Le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V) est calculé en tenant compte du mesurage du débit de prélèvement, soit :

$$V = \varphi_{sam} \times t \quad (11)$$

Avec :

- V le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression du site (m³),
- φ_{sam} le débit de prélèvement moyen mesuré dans les conditions ambiantes de température et de pression du site (m³/min),
- t le temps de prélèvement (min).

Exemple du préleveur grand débit utilisé par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA)

Le débit de prélèvement φ_{sam} dans les conditions ambiantes de température et de pression du site est calculé comme décrit ci-dessous.

Le débit d'air prélevé au niveau du débitmètre interne aux conditions de température et pression moyennes pendant la période de prélèvement, mesurées par les capteurs internes du préleveur, est calculé comme suit :

$$\varphi_{interne, \bar{T}_{interne}, \bar{P}_{interne}} = \varphi_{consigne, 288K, 1013hPa} \times \sqrt{\frac{\bar{T}_{interne}}{288} \times \frac{1013}{\bar{P}_{interne}}} \quad (12)$$

Avec :

- $\varphi_{interne, \bar{T}_{interne}, \bar{P}_{interne}}$ le débit prélevé dans les conditions de température et pression moyennes mesurées par les capteurs internes du préleveur pendant la période de prélèvement (m³/min),
- $\varphi_{consigne, 288K, 1013hPa}$ le débit de consigne exprimé à 288 K et 1013 hPa (m³/min),
- $\bar{T}_{interne}$ la température interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (K),
- $\bar{P}_{interne}$ la pression interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (hPa).

En appliquant la loi des gaz parfaits, le débit prélevé au niveau de la tête de prélèvement dans les conditions de température et pression ambiantes du site est obtenu comme suit :

$$\varphi_{sam} = \varphi_{interne, \bar{T}_{interne}, \bar{P}_{interne}} \times \frac{\bar{T}_{ambiante}}{\bar{T}_{interne}} \times \frac{\bar{P}_{interne}}{\bar{P}_{ambiante}} \quad (13)$$

De l'équation (12), on déduit :

$$\varphi_{sam} = \varphi_{consigne,288K,1013hPa} \times \frac{\bar{T}_{ambiante}}{\bar{P}_{ambiante}} \times \sqrt{\frac{\bar{P}_{int\erne} \times 1013}{\bar{T}_{int\erne} \times 288}} \quad (14)$$

Avec:

- φ_{sam} le débit de prélèvement moyen mesuré dans les conditions ambiantes de température et de pression du site (m^3/min),
- $\varphi_{consigne,288K,1013hPa}$ le débit de consigne exprimé à 288 K et 1013 hPa (m^3/min),
- $\bar{T}_{ambiante}$ la température ambiante moyenne du site au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (K),
- $\bar{P}_{ambiante}$ la pression ambiante moyenne du site au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (hPa),
- $\bar{P}_{int\erne}$ la pression interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (hPa),
- $\bar{T}_{int\erne}$ la température interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (K).

7 Modèle mathématique pour la détermination de la concentration de B[a]P mesuré dans l'air ambiant lorsque l'efficacité de récupération n'est pas comprise entre 80 et 120 %

7.1 Modèle mathématique utilisé pour calculer la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (C)

Le modèle mathématique utilisé pour calculer la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant est identique en tout point à celui appliqué dans le cas où l'efficacité d'extraction est comprise entre 80 et 120%.

La concentration massique en B[a]P est calculée comme indiqué au chapitre 6.1.

7.2 Modèle mathématique utilisé pour la masse mesurée sur le filtre échantillon (m_F)

La première étape consiste à ajouter une solution étalon de capacité d'extraction directement sur le filtre, avant extraction. Puis, le B[a]P est extrait et analysé par CLHP/FLD ou CG/SM.

La deuxième étape consiste à déterminer les masses m_E de B[a]P et m_{SSE} d'étalon de capacité d'extraction.

Dans ces conditions, la **masse mesurée (m_F) sur le filtre échantillon** est calculée à partir de l'équation suivante, soit :

$$m_F = \frac{m_E}{\frac{E}{100} \times \frac{R}{100}} = \frac{m_E}{\frac{m_{SSE}}{m_{SSF}} \times \frac{R}{100}} \quad (15)$$

Avec :

- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon (ng),
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait (ng),
- E l'efficacité d'extraction (%),
- R l'efficacité de récupération (%),
- m_{SSE} la masse de l'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait (ng),
- m_{SSF} la masse de l'étalon de capacité d'extraction ajouté au filtre (ng).

7.3 Modèle mathématique utilisé pour la masse mesurée dans l'extrait (m_E et m_{SSE})

7.3.1 Etalonnage externe

La masse mesurée dans l'extrait est calculée comme indiqué au chapitre 6.3.1.

7.3.2 Etalonnage interne

La masse mesurée dans l'extrait est calculée comme indiqué au chapitre 6.3.2.

7.4 Modèle mathématique utilisé pour calculer le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V)

Le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V) est calculé comme indiqué au chapitre 6.4.

8 Détermination des incertitudes-types relatives

Afin de rester homogène avec la norme NF EN 15549, les formules des incertitudes-types exposées ci-après sont exprimées en relatif.

8.1 Estimation des incertitudes-types relatives sur les différents paramètres intervenant dans le calcul de la masse mesurée dans l'extrait (m_E)

8.1.1 Etalonnage externe

Lorsqu'un étalonnage externe est effectué, l'incertitude-type relative sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait prend en compte les incertitudes-types relatives à la linéarité, à la répétabilité analytique, à la préparation des solutions d'étalonnage, à la dérive de l'étalonnage et à la sélectivité de la méthode.

8.1.1.1 Incertitude-type relative de linéarité (m_{reg})

Comme décrit au chapitre 6.3.1, l'étalonnage externe consiste à analyser des solutions d'étalonnage de B[a]P à plusieurs niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents) par CLHP/FLD afin de déterminer la fonction d'étalonnage (surface ou hauteur du pic en fonction de la masse du B[a]P dans les solutions d'étalonnage).

L'incertitude-type relative u_F due à l'écart de linéarité de la fonction d'étalonnage conduit à :

$$u_F = \frac{u(m_{reg})}{m_{reg}} = \left| \frac{m_{reg} - m_c}{m_c} \right|_{MAX} \times \frac{1}{\sqrt{3}} \quad (16)$$

Avec :

- u_F l'incertitude-type relative de linéarité,
- $u(m_{reg})$ l'incertitude-type de linéarité,
- m_{reg} la masse de B[a]P calculée à partir de la fonction d'étalonnage,
- m_c la masse de B[a]P présent dans la solution d'étalonnage.

NOTE Si plusieurs mesurages sont réalisés pour un même niveau de concentration, il convient de prendre la moyenne de ces mesurages pour calculer l'incertitude-type de linéarité.

8.1.1.2 Incertitude-type relative de répétabilité analytique ($X_{répétabilité}$)

L'efficacité de récupération et son incertitude sont déterminées en analysant un matériau de référence certifié (MRC) (cf. chapitre 3.2.1).

Les résultats de cet essai sont également utilisés pour estimer l'incertitude-type relative de répétabilité analytique u_{anal} qui est donnée par l'équation suivante :

$$u_{anal} = \frac{u(X_{Répétabilité})}{X_{Répétabilité}} = \frac{1}{X_{Répétabilité}} \times \frac{s(m_{E,MRC})}{m_{E,MRC}} = \frac{s(m_{E,MRC})}{m_{E,MRC}} \quad (17)$$

Avec :

- u_{anal} l'incertitude-type relative de répétabilité analytique,
- $u(X_{Répétabilité})$ l'incertitude-type de répétabilité analytique,
- $X_{répétabilité}$ le facteur de correction de répétabilité qui est égal à 1,
- $s(m_{E,MRC})$ l'écart-type de répétabilité des mesurages obtenus pour le MRC,
- $m_{E,MRC}$ la masse de B[a]P mesurée dans le MRC.

8.1.1.3 Incertitude-type relative sur les solutions d'étalonnage ($X_{étalons}$)

Les solutions d'étalonnage peuvent être préparées par gravimétrie ou par volumétrie. Il est nécessaire de connaître le modèle mathématique de calcul de la concentration des solutions d'étalonnage pour pouvoir évaluer leur incertitude-type absolue.

L'incertitude-type absolue sur les solutions d'étalonnage est une combinaison des incertitudes-types liées :

- aux masses pesées lorsque la méthode gravimétrique est utilisée ou aux volumes prélevés et mesurés lorsque la méthode volumétrique est utilisée,
- à la pureté du B[a]P et du solvant.

Pour chaque solution d'étalonnage, l'incertitude-type relative est ensuite calculée à partir de l'incertitude-type absolue de la façon suivante :

$$\frac{u(X_{\text{étalons}})}{X_{\text{étalons}}} = \frac{u(m_C)}{\sqrt{n} \times m_C} \quad (18)$$

Avec :

- $u(X_{\text{étalons}})$ l'incertitude-type sur le facteur de correction lié aux solutions d'étalonnage,
- $X_{\text{étalons}}$ le facteur de correction lié aux solutions d'étalonnage,
- $u(m_C)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P présent dans la solution d'étalonnage,
- n le nombre de solutions d'étalonnage de sources différentes utilisées pour établir la fonction d'étalonnage (n est égal à 1 si la fonction d'étalonnage a été établie à partir d'une même solution mère),
- m_C la masse de B[a]P présent dans la solution d'étalonnage.

Il est recommandé de prendre $\frac{u(m_C)}{m_C}$ égal à l'incertitude relative la plus élevée des incertitudes relatives calculées.

Pour les solutions d'étalonnage, un exemple de calcul d'incertitude est donné en annexe XXX.

8.1.1.4 Incertitude-type relative de dérive ($X_{\text{dérive}}$)

L'incertitude-type relative u_d due à la dérive entre deux étalonnages qui doit être inférieure ou égale à 5 % selon la norme NF EN 15549 peut être évaluée :

- Soit en utilisant la démarche décrite dans la norme NF EN 15549 :

$$u_d = \frac{|r_n - r_{n-1}|}{\sqrt{3} \left(\frac{r_n + r_{n-1}}{2} \right)} \quad (19)$$

Avec :

- u_d l'incertitude-type relative due à la dérive,
- r_n la réponse du détecteur à la valeur cible pour la réponse à l'étalonnage n ,
- r_{n-1} la réponse du détecteur à la valeur cible pour la réponse à l'étalonnage $n-1$.

- Soit en utilisant les erreurs maximales tolérées déterminées par l'utilisateur (**voir avec le labo, étalon de contrôle**, carte de contrôle, par exemple) :

$$u_d = \frac{u(X_{\text{Dérive}})}{X_{\text{Dérive}}} = \frac{1}{X_{\text{Dérive}}} \times \left[\frac{EMT}{\sqrt{3} \times 100} \right] = \frac{EMT}{\sqrt{3} \times 100} \quad (20)$$

Avec :

- u_d l'incertitude-type relative due à la dérive,
- $u(X_{Dérive})$ l'incertitude-type due à la dérive,
- $X_{Dérive}$ le facteur de correction due à la dérive qui est égal à 1,
- EMT l'erreur maximale tolérée fixée par l'utilisateur (en %).

8.1.1.5 Incertitude-type relative due à la sélectivité ($X_{sélectivité}$)

La séparation chromatographique doit être optimisée pour que la résolution entre deux pics successifs soit supérieure ou égale à 1,2 en CLHP/FLD et à 1 en CG/SM pour chacun des 2 composés (B[a]P et B[a]P-d12).

Lorsque cette condition est respectée et maîtrisée au cours du temps, la norme NF EN 15549 préconise de négliger l'incertitude-type due à la sélectivité.

8.1.2 Etalonnage interne

Lorsqu'un étalonnage interne est effectué, l'incertitude-type relative sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait comprend les incertitudes-types relatives au facteur de réponse du B[a]P, aux rapports de surface ou de hauteur des pics du B[a]P et de l'étalon interne, à la masse d'étalon interne et à la sélectivité de la méthode.

8.1.2.1 Incertitude-type relative sur le facteur de réponse du B[a]P (\bar{f})

Comme décrit au chapitre 6.3.2., l'étalonnage interne consiste à déterminer le facteur de réponse du B[a]P en utilisant des solutions d'étalonnage de B[a]P à plusieurs niveaux de concentrations (au moins 5 niveaux différents), ainsi qu'une solution d'étalonnage dont la concentration est voisine de la valeur cible du B[a]P dans lesquelles un étalon interne est ajouté.

L'incertitude-type relative sur le facteur de réponse conduit à :

$$\frac{u(\bar{f})}{\bar{f}} = \frac{s_f}{\sqrt{n} \times \bar{f}} \quad (21)$$

Avec :

- $u(\bar{f})$ l'incertitude-type sur le facteur de réponse,
- \bar{f} le facteur de réponse moyen du B[a]P,
- s_f l'écart-type des facteurs de réponse du B[a]P calculés pour chaque solution d'étalonnage,
- n le nombre de solutions d'étalonnage de sources différentes utilisées pour établir la fonction d'étalonnage (n est égal à 1 si la fonction d'étalonnage a été établie à partir d'une même solution mère).

8.1.2.2 Incertitude-type relative sur les rapports de surface ou de hauteur des pics du B[a]P et de l'étalon interne (A_E / A_{ISE})

L'incertitude-type sur les rapports de surface ou de hauteur des pics du B[a]P et de l'étalon interne est prise comme étant égale à l'écart-type des facteurs de réponse calculés au chapitre 8.1.2.1., soit :

$$u\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right) = \frac{s_f}{\bar{f}} \quad (22)$$

Avec :

- $u\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right)$ l'incertitude-type relative sur les rapports de surface ou de hauteur des pics,
- A_E la surface ou hauteur du pic du B[a]P dans l'extrait (u.a.),
- A_{ISE} la surface ou hauteur du pic de l'étalon interne dans l'extrait (u.a.).
- s_f l'écart-type des facteurs de réponse du B[a]P calculés pour chaque solution d'étalonnage,
- \bar{f} le facteur de réponse moyen du B[a]P.

8.1.2.3 Incertitude-type relative sur la masse d'étalon interne (m_{ISE})

Les solutions d'étalonnage contenant l'étalon interne peuvent être préparées par gravimétrie ou par volumétrie. Il est nécessaire de connaître le modèle mathématique de calcul de la masse d'étalon interne pour pouvoir évaluer son incertitude-type absolue.

L'incertitude-type absolue sur la masse d'étalon interne est une combinaison des incertitudes-types dues :

- aux masses pesées lorsque la méthode gravimétrique est utilisée ou aux volumes prélevés et mesurés lorsque la méthode volumétrique est utilisée,
- à la pureté du solvant.

L'incertitude-type relative sur la masse d'étalon interne est ensuite calculée à partir de l'incertitude-type absolue de la façon suivante :

$$u_{m_{ISE}} = \frac{u(m_{ISE})}{\sqrt{n} \times m_{ISE}} \quad (23)$$

Avec :

- $u_{m_{ISE}}$ l'incertitude-type relative sur la masse d'étalon interne,
- $u(m_{ISE})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon interne présent dans la solution d'étalonnage,
- n le nombre de solutions d'étalonnage de sources différentes utilisées pour établir la fonction d'étalonnage (n est égal à 1 si la fonction d'étalonnage a été établie à partir d'une même solution mère),
- m_{ISE} la masse d'étalon interne présent dans la solution d'étalonnage.

Il est recommandé de prendre $\frac{u(m_{ISE})}{m_{ISE}}$ égal à l'incertitude relative la plus élevée des incertitudes relatives calculées pour chaque niveau de concentration.

8.1.2.4 Incertitude-type relative due à la sélectivité ($X_{\text{sélectivité}}$)

La séparation chromatographique doit être optimisée pour que la résolution entre deux pics successifs soit supérieure ou égale à 1,2 en CLHP/FLD et à 1 en CG/SM pour chacun des 2 composés (B[a]P et B[a]P-d12).

Lorsque cette condition est respectée et maîtrisée au cours du temps, la norme NF EN 15549 préconise de négliger l'incertitude-type due à la sélectivité.

8.2 Estimation des incertitudes-types relatives sur les différents paramètres intervenant dans le calcul de la masse mesurée sur le filtre échantillon lorsque l'efficacité de récupération est comprise entre 80 et 120 %

8.2.1 Incertitude-type relative sur la masse mesurée dans l'extrait (m_E)

Les différentes contributions d'incertitude sont explicitées au chapitre 8.1.

8.2.2 Incertitude-type relative sur l'efficacité de récupération (R)

L'incertitude-type relative due à l'efficacité de récupération est évaluée de la façon suivante :

$$\frac{u(R)}{R} = \sqrt{\frac{u^2(m_{MRC}) + s^2(m_{E,MRC}) + \frac{|m_{MRC} - m_{E,MRC}|^2}{3}}{m_{MRC}^2}} \quad (24)$$

Avec :

- $u(R)$ l'incertitude-type sur l'efficacité de récupération,
- R l'efficacité de récupération,
- $u(m_{MRC})$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P certifiée dans le matériau de référence,
- $s(m_{E,MRC})$ l'écart-type des masses de B[a]P mesurées pour le matériau de référence certifié,
- m_{MRC} la masse de B[a]P certifiée dans le matériau de référence,
- $m_{E,MRC}$ la masse de B[a]P mesurée pour le matériau de référence certifié.

NOTE Dans le présent document, la variance des masses déterminées pour le matériau de référence certifié ($s^2(m_{E,MRC})$) n'est pas divisée par le nombre de mesurages (n), car les valeurs ne sont pas indépendantes. Si elles le sont, cette variance doit être divisée par le nombre de mesurages (n), comme indiqué dans la norme NF EN 15549.

Lorsque l'utilisateur a déterminé plusieurs fois au cours du temps la valeur de l'efficacité de récupération à partir d'un matériau de référence certifié, il peut alors calculer une erreur maximale tolérée et l'utiliser comme incertitude (carte de contrôle, par exemple) :

$$\frac{u(R)}{R} = \frac{EMT}{\sqrt{3} \times 100} \quad (25)$$

Avec :

- $u(R)$ l'incertitude-type sur l'efficacité de récupération,

- R l'efficacité de récupération,
- EMT l'erreur maximale tolérée fixée par l'utilisateur (en %).

8.2.3 Incertitude-type relative sur l'efficacité d'extraction (E)

L'incertitude-type relative sur l'efficacité d'extraction est prise comme étant égale :

- Soit à l'incertitude-type sur l'efficacité de récupération,
- Soit à une erreur maximale tolérée lorsque l'efficacité de récupération a été déterminée plusieurs fois au cours du temps à l'aide de matériaux de référence certifiés.

8.3 Estimation des incertitudes-types relatives sur les différents paramètres intervenant dans le calcul de la masse mesurée sur le filtre échantillon lorsque l'efficacité de récupération n'est pas comprise entre 80 et 120 %

8.3.1 Incertitude-type relative sur la masse mesurée dans l'extrait (m_E)

Les différentes contributions d'incertitude sont explicitées au chapitre 8.1.

8.3.2 Incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction déposée directement sur le filtre échantillon (m_{SSF})

La solution étalon de capacité d'extraction pouvant être préparée par gravimétrie ou par volumétrie, il est nécessaire de connaître le modèle mathématique de calcul de la concentration d'étalon de capacité d'extraction pour pouvoir évaluer son incertitude-type absolue.

L'incertitude-type absolue sur la masse d'étalon de capacité d'extraction est une combinaison des incertitudes-types liées :

- aux masses pesées lorsque la méthode gravimétrique est utilisée ou aux volumes prélevés lorsque la méthode volumétrique est utilisée,
- à la pureté des composés et du solvant.

L'incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction m_{SSF} est calculée de la façon suivante :

$$u_{m_{SSF}} = \frac{u(m_{SSF})}{m_{SSF}} \quad (26)$$

Avec :

- $u_{m_{SSF}}$ l'incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction,
- $u(m_{SSF})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon de capacité d'extraction sur le filtre échantillon,
- m_{SSF} la masse d'étalon de capacité d'extraction sur le filtre échantillon.

8.3.3 Incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait (m_{SSE})

L'incertitude-type sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait m_{SSE} est calculée en suivant les démarches décrites au chapitre 8.1. et l'incertitude-type relative est donnée par :

$$u_{m_{SSE}} = \frac{u(m_{SSE})}{m_{SSE}} \quad (27)$$

Avec :

- $u_{m_{SSE}}$ l'incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait,
- $u(m_{SSE})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait,
- m_{SSE} la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait.

8.3.4 Incertitude-type relative sur l'efficacité de récupération (R)

L'incertitude-type sur l'efficacité de récupération est calculée en suivant la démarche décrite au chapitre 8.2.2.

8.4 Incertitude-type relative sur le débit de prélèvement aux conditions ambiantes de température et de pression du site (φ_{sam})

Dans le cas des préleveurs grand débit utilisé en France par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air, l'incertitude-type relative sur le débit de prélèvement aux conditions ambiantes de température et de pression du site au niveau de la tête de prélèvement est calculée comme suit :

$$\frac{u^2(\varphi_{sam})}{(\varphi_{sam})^2} = \frac{u^2(\varphi_{consigne,288K,1013hPa})}{(\varphi_{consigne,288K,1013hPa})^2} + \frac{u^2(\overline{T}_{ambiante})}{(\overline{T}_{ambiante})^2} + \frac{u^2(\overline{P}_{ambiante})}{(\overline{P}_{ambiante})^2} + \frac{u^2(\overline{T}_{interne})}{4 \times (\overline{T}_{interne})^2} + \frac{u^2(\overline{P}_{interne})}{4 \times (\overline{P}_{interne})^2} \quad (28)$$

Avec :

- $u(\varphi_{sam})$ l'incertitude-type sur le débit de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement aux conditions ambiantes de température et de pression du site (m^3/min),
- φ_{sam} le débit de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement aux conditions ambiantes de température et de pression du site (m^3/min),
- $u(\varphi_{consigne,288K,1013hPa})$ l'incertitude-type sur le débit interne de consigne, exprimé à 288 K et 1013 hPa (m^3/min),
- $\varphi_{consigne,288K,1013hPa}$ le débit de consigne exprimé à 288 K et 1013 hPa (m^3/min),
- $u(\overline{T}_{ambiante})$ l'incertitude-type sur la température ambiante du site au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (K),

- $\bar{T}_{\text{ambiante}}$ la température ambiante du site au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (K),
- $u(\bar{P}_{\text{ambiante}})$ l'incertitude-type sur la pression ambiante du site moyenne au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (hPa),
- $\bar{P}_{\text{ambiante}}$ la pression ambiante du site moyenne au niveau de la tête de prélèvement sur la période de prélèvement (hPa),
- $u(\bar{T}_{\text{interne}})$ l'incertitude-type sur la température interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (K),
- \bar{T}_{interne} la température interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (K),
- $u(\bar{P}_{\text{interne}})$ l'incertitude-type sur la pression interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (hPa),
- \bar{P}_{interne} la pression interne moyenne sur la période de prélèvement mesurée par le capteur interne du préleveur (hPa).

8.4.1 Incertitude-type associée à $\varphi_{\text{consigne},288\text{K},1013\text{hPa}}$

L'incertitude-type du débit de consigne assigné au niveau du débitmètre interne est liée :

- à la justesse du débitmètre interne,
- à la lecture pour déplacer la cellule photoélectrique et fixer le débit de consigne (le flotteur oscillant légèrement, il convient donc de prendre en compte l'influence de la lecture supérieure à l'influence de la résolution des graduations sur le débitmètre),
- à la stabilité du débit pendant la période de mesure ; la stabilité du débit et la compensation de la perte de charge due au dépôt des particules sur le filtre, est assurée par l'asservissement du débit de la turbine à la cellule photoélectrique placée au niveau du débitmètre.

$$u^2(\varphi_{\text{consigne},288\text{K},1013\text{hPa}}) = u_{\text{justesse},\varphi_{\text{consigne}}}^2 + u_{\text{lecture},\varphi_{\text{consigne}}}^2 + u_{\text{stabilité},\varphi_{\text{consigne}}}^2 \quad (29)$$

Avec :

- $u_{\text{justesse},\varphi_{\text{consigne}}}$ l'incertitude-type liée à la justesse du débitmètre (m^3/min),
- $u_{\text{lecture},\varphi_{\text{consigne}}}$ l'incertitude-type liée à la lecture sur le débitmètre (m^3/min),
- $u_{\text{stabilité},\varphi_{\text{consigne}}}$ l'incertitude-type liée à la stabilité du débit pendant la période de mesure (m^3/min).

D'après le constructeur, le débitmètre interne est de classe 2,5. Il est gradué en mm, de 0 à 270 mm correspondant à une gamme de débit de 0 à 1,052 m^3/min aux conditions 288 K et 1013 hPa. Soit une justesse de : 2,5% de 1,052 m^3/min = 0,0263 m^3/min .

$$u_{\text{justesse},\varphi_{\text{consigne}}} = \frac{0,0263}{\sqrt{3}} \quad (30)$$

Une graduation de 1 mm correspond à un débit de 3,04 à 4,4 l/min. Autour de 0,5 m³/min, ordre de grandeur du débit de consigne, une graduation correspond à environ 3,6 l/min, que l'on peut arrondir à 4 l/min. Lors de l'ajustage du débitmètre, on peut considérer que la lecture peut se faire à 5 mm près soit 20 l/min.

$$u_{lecture, \varphi consigne} = \frac{0,020}{2\sqrt{3}} \quad (31)$$

Stabilité du débit prélevé

A évaluer

8.4.2 Incertitude-type associée à $\bar{T}_{interne}$

Soit le capteur de température peut être retiré du préleveur pour être étalonné et l'incertitude est calculée à partir des données du certificat d'étalonnage ou du constat de vérification, soit il ne peut pas être retiré et à défaut l'incertitude peut être calculée sur la base des spécifications données par le fabricant.

Cas où le capteur de température interne peut être étalonné :

$$u(\bar{T}_{interne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage_{T_{interne}})}{2}\right)^2 + S_{r, \bar{T}_{interne}}^2} \quad (32)$$

Avec :

- $u(\bar{T}_{interne})$ l'incertitude-type sur la température interne moyenne (K),
- $U(Etalonnage_{T_{interne}})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification (K),
- $S_{r, \bar{T}_{interne}}$ l'écart-type de répétabilité du capteur de température interne (K).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité est inférieur à la résolution de la mesure de température, alors c'est cette dernière qui est prise en compte :

$$u(\bar{T}_{interne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage_{T_{interne}})}{2}\right)^2 + \left(\frac{Rés_{T_{interne}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (33)$$

Avec :

- $Rés_{T_{interne}}$ la résolution du capteur de température interne (K).

Cas où le capteur de température ne peut pas être étalonné : l'incertitude-type associée à la température interne est obtenue à partir des caractéristiques de performance données par le constructeur. Ce dernier donne une valeur de justesse du capteur de température.

$$u(\bar{T}_{interne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Justesse_{T_{interne}})}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{Rés_{T_{interne}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (34)$$

Avec :

- $u(\bar{T}_{int\,erne})$ l'incertitude-type sur la température interne moyenne (K),
- $U(Justesse_{T_{int\,erne}})$ la valeur de justesse du capteur de température donnée par le fabricant (K),
- $Rés_{T_{int\,erne}}$ la résolution du capteur de température interne (K).

8.4.3 Incertitude-type associée à $\bar{P}_{int\,erne}$

Soit le capteur de pression interne peut être retiré du préleveur pour être étalonné et l'incertitude est calculée à partir des données du certificat d'étalonnage ou du constat de vérification, soit il ne peut pas être retiré et à défaut l'incertitude peut être calculée sur la base des spécifications données par le fabricant.

Cas où le capteur de pression interne peut être étalonné :

$$u(\bar{P}_{int\,erne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Étalonnage_{\bar{P}_{int\,erne}})}{2}\right)^2 + S_{r,\bar{P}_{int\,erne}}^2} \quad (35)$$

Avec :

- $u(\bar{P}_{int\,erne})$ l'incertitude-type sur la pression interne moyenne (hPa),
- $U(Étalonnage_{\bar{P}_{int\,erne}})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification (hPa),
- $S_{r,\bar{P}_{int\,erne}}$ l'écart-type de répétabilité du capteur de pression interne (hPa).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité est inférieur à la résolution de la mesure de pression, alors c'est cette dernière qui est prise en compte :

$$u(\bar{P}_{int\,erne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Étalonnage_{\bar{P}_{int\,erne}})}{2}\right)^2 + \left(\frac{Rés_{\bar{P}_{int\,erne}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (36)$$

Avec :

- $Rés_{\bar{P}_{int\,erne}}$ la résolution du capteur de pression interne (hPa).

Cas où le capteur de pression ne peut pas être étalonné : l'incertitude-type associée à la pression interne est obtenue à partir des caractéristiques de performance données par le constructeur. Ce dernier donne une valeur de justesse du capteur de température.

$$u(\bar{P}_{int\,erne}) = \sqrt{\left(\frac{U(Justesse_{\bar{P}_{int\,erne}})}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{Rés_{\bar{P}_{int\,erne}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (37)$$

Avec :

- $u(\bar{P}_{int\,erne})$ l'incertitude-type sur la pression interne moyenne (hPa),

- $U(\text{Justesse}_{P_{\text{interne}}})$ la valeur de justesse du capteur de pression donnée par le fabricant (hPa),
- $\text{Rés}_{P_{\text{interne}}}$ la résolution du capteur de pression interne (hPa).

8.4.4 Incertitude associée à $\bar{T}_{\text{ambiante}}$

Soit la température ambiante est mesurée avec un capteur de température associé au préleveur ou mis en place à proximité du préleveur par l'opérateur et ce capteur est étalonné, soit elle est évaluée par défaut comme étant égale à la température interne moins 3 K.

Cas où la température ambiante est mesurée au moyen d'un capteur étalonné :

$$u(\bar{T}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{T_{\text{ambiante}}})}{2}\right)^2 + S_{r,T_{\text{ambiante}}}^2} \quad (38)$$

Avec :

- $u(\bar{T}_{\text{ambiante}})$ l'incertitude-type sur la température ambiante moyenne (K),
- $U(\text{Etalonnage}_{T_{\text{ambiante}}})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification (K),
- $S_{r,T_{\text{ambiante}}}$ l'écart-type de répétabilité du capteur mesurant la température ambiante (K).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité est inférieur à la résolution de la mesure de température, alors c'est cette dernière qui est prise en compte :

$$u(\bar{T}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{T_{\text{ambiante}}})}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}_{T_{\text{ambiante}}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (39)$$

Avec :

- $\text{Rés}_{T_{\text{ambiante}}}$ la résolution du capteur mesurant la température ambiante (K).

Cas où la température ambiante est prise égale par défaut à la température interne moins 3K : les composantes de l'incertitude-type sont celles de l'incertitude-type de la mesure de température interne, auxquelles est ajoutée l'incertitude associée à la correction de 3K, en suivant la même démarche que précédemment, soit :

$$u(\bar{T}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{T_{\text{interne}}})}{2}\right)^2 + S_{r,T_{\text{interne}}}^2 + \left(\frac{3}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (40)$$

$$\text{Ou } u(\bar{T}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{T_{\text{interne}}})}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}_{T_{\text{interne}}}}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{3}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (41)$$

$$\text{Ou } u(\bar{T}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Justesse}_{T_{\text{interne}}})}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}_{T_{\text{interne}}}}{2\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{3}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (42)$$

8.4.5 Incertitude associée à $\bar{P}_{\text{ambiante}}$

Soit la pression ambiante au niveau de la tête de prélèvement est mesurée avec un capteur de pression associé au préleveur ou mis en place à proximité du préleveur par l'opérateur et ce capteur est étalonné, soit elle est évaluée par défaut comme étant égale à la pression interne lorsque la turbine est arrêtée.

Cas où la pression est mesurée au moyen d'un capteur étalonné :

$$u(\bar{P}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{\bar{P}_{\text{ambiante}}})}{2}\right)^2 + S_{r,\bar{P}_{\text{ambiante}}}^2} \quad (43)$$

Avec :

- $u(\bar{P}_{\text{ambiante}})$ l'incertitude-type sur la pression ambiante moyenne (hPa),
- $U(\text{Etalonnage}_{\bar{P}_{\text{ambiante}}})$ l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification (hPa),
- $S_{r,\bar{P}_{\text{ambiante}}}$ l'écart-type de répétabilité du capteur mesurant la pression ambiante (hPa).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité est inférieur à la résolution de la mesure de pression, alors c'est cette dernière qui est prise en compte :

$$u(\bar{P}_{\text{ambiante}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{\bar{P}_{\text{ambiante}}})}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Rés}_{\bar{P}_{\text{ambiante}}}}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (44)$$

Avec :

- $\text{Rés}_{\bar{P}_{\text{ambiante}}}$ la résolution du capteur mesurant la pression ambiante (hPa).

Cas où la pression ambiante est prise égale par défaut à la pression interne lorsque la turbine est arrêtée :

La valeur de cette pression est enregistrée lors de la programmation du préleveur avant le démarrage du prélèvement. L'incertitude-type est donc égale à celle de la pression interne moyenne.

8.5 Incertitude-type sur le temps de prélèvement (t)

La norme NF EN 15549 indique que pour un temps de prélèvement de 24h, l'incertitude-type relative sur le mesurage de t est négligeable quand t est mesuré à $\pm 0,5$ min près.

9 Calcul de l'incertitude-type composée sur la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant lorsque l'efficacité récupération est comprise entre 80 et 120 %

9.1 Incertitude-type composée sur la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant

Comme vu au chapitre 6.1, le modèle mathématique utilisé pour calculer la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant est le suivant :

$$C = \frac{m_F}{V}$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente, comme décrit dans la partie 1, conduit à :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(m_F)}{m_F^2} + \frac{u^2(V)}{V^2} \quad (45)$$

Avec :

- $u(C)$ l'incertitude-type composée sur la concentration massique en B[a]P dans l'échantillon d'air aux conditions ambiantes de température et de pression du site,
- C la concentration massique en B[a]P dans l'échantillon d'air aux conditions ambiantes de température et de pression du site,
- $u(m_F)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- $u(V)$ l'incertitude-type sur le volume de prélèvement aux conditions réelles de température et de pression du site,
- V le volume de prélèvement aux conditions réelles de température et de pression du site.

Comme indiqué dans le chapitre 6, la masse de B[a]P mesurée sur le filtre échantillon m_F et le volume de prélèvement V font l'objet de modèles mathématiques auxquels est appliquée la loi de propagation des incertitudes (cf. chapitres ci-après).

9.2 Incertitude-type sur la masse mesurée sur le filtre échantillon

Comme vu au chapitre 6.2, le modèle mathématique utilisé pour la masse (m_F) sur le filtre échantillon est le suivant :

$$m_F = \frac{m_F}{\frac{E}{100} \times \frac{R}{100}} = 10^4 \times \frac{m_F}{E \times R}$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente, comme décrit dans la partie 1, conduit à :

$$\frac{u^2(m_F)}{m_F^2} = \frac{u^2(m_E)}{m_E^2} + \frac{u^2(E)}{E^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} \quad (46)$$

Avec :

- $u(m_F)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- $u(m_E)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- $u(E)$ l'incertitude-type sur l'efficacité d'extraction,
- E l'efficacité d'extraction,
- $u(R)$ l'incertitude-type sur l'efficacité de récupération,
- R l'efficacité de récupération.

9.3 Incertitude-type sur la masse mesurée dans l'extrait

9.3.1 Etalonnage externe

Lorsqu'on considère l'étalonnage externe, le modèle mathématique utilisé pour calculer la masse mesurée dans l'extrait (m_E) est le suivant (cf. chapitre 6.3.1) :

$$m_E = m_{reg} \times X_{répétabilité} \times X_{étalons} \times X_{dérive} \times X_{sélectivité}$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente conduit à la formule suivante :

$$\frac{u^2(m_E)}{m_E^2} = \frac{u^2(m_{reg})}{m_{reg}^2} + \frac{u^2(X_{répétabilité})}{X_{répétabilité}^2} + \frac{u^2(X_{étalons})}{X_{étalons}^2} + \frac{u^2(X_{dérive})}{X_{dérive}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} \quad (47)$$

En reprenant les notations utilisées dans la norme NF EN 15549 et en considérant la sélectivité comme négligeable, l'équation (47) conduit à l'expression finale de $\frac{u^2(m_E)}{m_E^2}$, soit :

$$\frac{u^2(m_E)}{m_E^2} = u_F^2 + u_{anal}^2 + \frac{u^2(m_c)}{n \times m_c^2} + u_d^2 \quad (48)$$

Avec :

- $u(m_E)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- u_F l'incertitude-type relative de linéarité,

- u_{anal} l'incertitude-type relative de répétabilité analytique,
- $u(m_c)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P présent dans la solution d'étalonnage,
- n le nombre de solutions d'étalonnage de sources différentes utilisées pour établir la fonction d'étalonnage (n est égal à 1 si la fonction d'étalonnage a été établie à partir d'une même solution mère),
- m_c la masse de B[a]P présent dans la solution d'étalonnage,
- u_d l'incertitude-type relative due à la dérive.

9.3.2 Etalonnage interne

Lorsqu'on considère l'étalonnage interne, le modèle mathématique utilisé pour calculer la masse mesurée dans l'extrait (m_E) est le suivant (cf. chapitre 6.3.2) :

$$m_E = \frac{\bar{f} \times A_E \times m_{ISE}}{A_{ISE}} \times X_{sélectivité}$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente conduit à la formule suivante :

$$\frac{u^2(m_E)}{m_E^2} = \frac{u^2(\bar{f})}{\bar{f}^2} + u^2\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right) + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} \quad (49)$$

En reprenant les notations utilisées dans la norme NF EN 15549, l'équation (49) conduit à l'expression finale de la variance relative $\frac{u^2(m_E)}{m_E^2}$ suivante :

$$\frac{u^2(m_E)}{m_E^2} = \frac{s_f^2}{n \times \bar{f}^2} + \frac{s_f^2}{\bar{f}^2} + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} \quad (50)$$

Avec :

- $u(m_E)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- s_f l'écart-type des facteurs de réponse calculés pour chaque solution d'étalonnage,
- n le nombre de solutions d'étalonnage de sources différents utilisés pour établir la fonction d'étalonnage (n est égal à 1 si la fonction d'étalonnage a été établie à partir d'une même solution mère),
- \bar{f} le facteur de réponse moyen du B[a]P,
- $u(m_{ISE})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon interne présent dans la solution d'étalonnage,
- m_{ISE} la masse d'étalon interne présent dans la solution d'étalonnage,

- $u(X_{\text{sélectivité}})$ l'incertitude-type sur le facteur de correction lié à la sélectivité du détecteur pour le B[a]P,
- $X_{\text{sélectivité}}$ le facteur de correction lié à la sélectivité du détecteur pour le B[a]P.

9.4 Incertitude-type sur le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression

Le modèle mathématique utilisé pour calculer le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V) est le suivant (cf. chapitre 6.4) :

$$V = \varphi_{sam} \times t$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente conduit à la formule suivante :

$$\frac{u^2(V)}{V^2} = \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (51)$$

Avec :

- $u(V)$ l'incertitude-type sur le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression du site,
- V le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression du site,
- $u(\varphi_{sam})$ l'incertitude-type sur le débit de prélèvement moyen mesuré dans les conditions ambiantes de température et de pression du site,
- φ_{sam} le débit de prélèvement moyen mesuré dans les conditions ambiantes de température et de pression du site,
- $u(t)$ l'incertitude-type sur le temps de prélèvement,
- t le temps de prélèvement.

10 Calcul de l'incertitude-type composée sur la concentration de B[a]P dans l'échantillon lorsque l'efficacité de récupération n'est pas comprise entre 80 et 120 %

10.1 Incertitude-type composée sur la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant

Comme vu au chapitre 7.1, le modèle mathématique utilisé pour calculer la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant est le suivant :

$$C = \frac{m_F}{V}$$

L'incertitude-type composée sur la concentration de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant est estimée comme indiqué au chapitre 9.1.

Comme indiqué dans le chapitre 7, la masse de B[a]P mesurée sur le filtre échantillon m_F et le volume de prélèvement V font l'objet de modèles mathématiques auxquels est appliquée la loi de propagation des incertitudes (cf. chapitres ci-après).

10.2 Incertitude-type sur la masse mesurée sur le filtre échantillon

Le modèle mathématique utilisé pour calculer la masse mesurée sur le filtre échantillon (m_F) est le suivant (cf. chapitre 7.2.) :

$$m_F = \frac{m_E}{\frac{E}{100} \times \frac{R}{100}} = \frac{m_E}{\frac{m_{SSE}}{m_{SSF}} \times \frac{R}{100}}$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes relatives à l'équation précédente conduit à la formule suivante :

$$\frac{u^2(m_F)}{m_F^2} = \frac{u^2(m_E)}{m_E^2} + \frac{u^2(m_{SSF})}{m_{SSF}^2} + \frac{u^2(m_{SSE})}{m_{SSE}^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} \quad (52)$$

Avec :

- $u(m_F)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- m_F la masse de B[a]P sur le filtre échantillon,
- $u(m_E)$ l'incertitude-type sur la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- m_E la masse de B[a]P mesurée dans l'extrait,
- $u(m_{SSF})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon de capacité d'extraction déposée directement sur le filtre échantillon,
- m_{SSF} la masse d'étalon de capacité d'extraction déposée directement sur le filtre échantillon,
- $u(m_{SSE})$ l'incertitude-type sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait,
- m_{SSE} la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait,
- $u(R)$ l'incertitude-type sur l'efficacité de récupération,
- R l'efficacité de récupération.

10.3 Incertitude-type sur la masse mesurée dans l'extrait

10.3.1 Etalonnage externe

Pour l'étalonnage externe, l'incertitude-type sur la masse mesurée dans l'extrait est estimée comme indiqué au chapitre 9.3.1.

10.3.2 Etalonnage interne

Pour l'étalonnage interne, l'incertitude-type sur la masse mesurée dans l'extrait est estimée comme indiqué au chapitre 9.3.2.

10.4 Incertitude-type sur le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression

L'incertitude-type sur le volume d'air prélevé dans les conditions ambiantes de température et de pression (V) est estimée comme indiqué au chapitre 9.4.

11 Récapitulatif des paramètres pris en compte dans le budget d'incertitudes

11.1 Dans le cas d'une efficacité de récupération comprise entre 80 et 120 % et en étalonnage externe

La combinaison des équations (45), (46), (47) et (51) conduit à l'expression globale de l'incertitude-type composée $u(C)$ sur les concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant, soit :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(m_{reg})}{m_{reg}^2} + \frac{u^2(X_{répétabilité})}{X_{répétabilité}^2} + \frac{u^2(X_{étalons})}{X_{étalons}^2} + \frac{u^2(X_{dérive})}{X_{dérive}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} + \frac{u^2(E)}{E^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (53)$$

En utilisant les notations du chapitre 8 et en négligeant la sélectivité (cf. chapitre 8.1.1.5.), l'équation (53) prend la forme suivante :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = u_F^2 + u_{anal}^2 + \frac{u^2(X_{étalons})}{X_{étalons}^2} + u_d^2 + \frac{u^2(E)}{E^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (54)$$

11.2 Dans le cas d'une efficacité de récupération comprise entre 80 et 120 % et en étalonnage interne

La combinaison des équations (45), (46), (49) et (51) conduit à l'expression globale de l'incertitude-type composée $u(C)$ sur les concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant, soit :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(\bar{f})}{\bar{f}^2} + u^2\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right) + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} + \frac{u^2(E)}{E^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (55)$$

En négligeant la sélectivité (cf. chapitre 8.1.2.4.), l'équation (55) prend la forme suivante :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(\bar{f})}{\bar{f}^2} + u^2\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right) + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(E)}{E^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (56)$$

11.3 Dans le cas d'une efficacité de récupération non comprise entre 80 et 120 % et en étalonnage externe

La combinaison des équations (45), (47) et (51) et (52) conduit à l'expression globale de l'incertitude-type composée $u(C)$ sur les concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant, soit :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(m_{reg})}{m_{reg}^2} + \frac{u^2(X_{répétabilité})}{X_{répétabilité}^2} + \frac{u^2(X_{étalons})}{X_{étalons}^2} + \frac{u^2(X_{dérive})}{X_{dérive}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} + \frac{u^2(m_{SSF})}{m_{SSF}^2} + \frac{u^2(m_{SSE})}{m_{SSE}^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (57)$$

En utilisant les notations du chapitre 8 et en négligeant la sélectivité (cf. chapitre 8.1.1.5.), l'équation (57) prend la forme suivante:

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = u_F^2 + u_{anal}^2 + \frac{u^2(X_{étalons})}{X_{étalons}^2} + u_d^2 + \frac{u^2(m_{SSF})}{m_{SSF}^2} + \frac{u^2(m_{SSE})}{m_{SSE}^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (58)$$

11.4 Dans le cas d'une efficacité de récupération non comprise entre 80 et 120 % et en étalonnage interne

La combinaison des équations (45), (49), (51) et (52) conduit à l'expression globale de l'incertitude-type composée $u(C)$ sur les concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant, soit :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(\bar{f})}{\bar{f}^2} + u^2\left(\frac{A_F}{A_{ISE}}\right) + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(X_{sélectivité})}{X_{sélectivité}^2} + \frac{u^2(m_{SSF})}{m_{SSF}^2} + \frac{u^2(m_{SSE})}{m_{SSE}^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (59)$$

En négligeant la sélectivité (cf. chapitre 8.1.2.4.), l'équation (59) prend la forme suivante :

$$\frac{u^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(\bar{f})}{\bar{f}^2} + u^2\left(\frac{A_F}{A_{ISE}}\right) + \frac{u^2(m_{ISE})}{n \times m_{ISE}^2} + \frac{u^2(m_{SSF})}{m_{SSF}^2} + \frac{u^2(m_{SSE})}{m_{SSE}^2} + \frac{u^2(R)}{R^2} + \frac{u^2(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}^2} + \frac{u^2(t)}{t^2} \quad (60)$$

11.5 Tableau récapitulatif

Le tableau suivant résume les données nécessaires à la détermination des incertitudes-types utilisées dans les équations (54), (55), (58) et (59) pour l'estimation de l'incertitude sur les concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant.

Tableau 2 : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure des concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Notation	Source de l'estimation des éléments	Fréquence de détermination	Organisme responsable
Incertitude-type relative de linéarité	u_F	Equation (16)	A chaque étalonnage	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative de répétabilité analytique	u_{anal}	Equation (17)	Au moins tous les 6 mois avec un MRC	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur les solutions d'étalonnage	$\frac{u(X_{\text{étalons}})}{X_{\text{étalons}}}$	Equation (18)	Pour chaque lot d'analyses	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative de dérive du détecteur entre deux étalonnages	u_d	Equations (19) et (20)	- Démarche décrite par la norme NF EN 15549 - Exploitation réactualisée des écarts obtenus entre 2 étalonnages (EMT)	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative due à la sélectivité	$\frac{u(X_{\text{sélectivité}})}{X_{\text{sélectivité}}}$	Négligeable (Chapitres 8.1.1.5 et 8.1.2.4.)	Sans objet, à condition d'optimiser la séparation chromatographique et de la maîtriser au cours du temps	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur le facteur de réponse du B[a]P	$\frac{u(f)}{f}$	Equation (21)	Pour chaque extrait	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur les rapports de surface ou de hauteur des pics	$u\left(\frac{A_E}{A_{ISE}}\right)$	Equation (22)	Pour chaque extrait	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur la masse d'étalon interne	$\frac{u(m_{ISE})}{\sqrt{n} \times m_{ISE}}$	Equation (23)	Pour chaque extrait	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur l'efficacité de récupération	$\frac{u(R)}{R}$	Equations (24) et (25)	Au moins tous les 6 mois avec un MRC	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur l'efficacité d'extraction	$\frac{u(E)}{E}$	Chapitre 8.2.3.	Au moins tous les 6 mois avec un MRC	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction	$\frac{u(m_{SSF})}{m_{SSF}}$	Equation (26)	Pour chaque extrait	Laboratoire d'analyse

Tableau 2 : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure des concentrations massiques individuelles de B[a]P dans un échantillon d'air ambiant (suite)

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Notation	Source de l'estimation des éléments	Fréquence de détermination	Organisme responsable
Incertitude-type relative sur la masse d'étalon de capacité d'extraction mesurée dans l'extrait	$\frac{u(m_{SSE})}{m_{SSE}}$	Equation (27)	Pour chaque extrait	Laboratoire d'analyse
Incertitude-type relative sur le débit de prélèvement	$\frac{u(\varphi_{sam})}{\varphi_{sam}}$	Equations (28) à (44)	A chaque prélèvement	Organisme de prélèvement
Incertitude-type relative sur le temps de prélèvement	$\frac{u(t)}{t}$	Négligeable (Chapitre 8.5)	Sans objet, à condition que t soit mesuré à $\pm 0,5$ min près pour des périodes de prélèvement supérieures ou égales à 24 heures	Organisme de prélèvement

12 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique annuelle de B[a]P

12.1.1 Expression de la concentration massique annuelle de B[a]P

La concentration massique annuelle de B[a]P est calculée en appliquant l'équation suivante :

$$\overline{C}_i = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N C_i \quad (61)$$

Avec :

- \overline{C}_i la concentration massique annuelle de B[a]P,
- N le nombre de mesurages individuels effectués sur l'année,
- C_i la $i^{\text{ème}}$ concentration massique individuelle de B[a]P.

12.1.2 Expression de l'incertitude élargie sur la concentration massique annuelle de B[a]P

Comme vu au chapitre 12.1.1, la variance $u^2(\overline{C}_i)$ sur la concentration massique annuelle de B[a]P est fonction de :

$$u^2(\overline{C}_i) = f(C_i, N)$$

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 :

$$u^2(\bar{C}_i) = u^2(C_i) + \frac{N_{max} - N}{N_{max} \times N \times (N - 1)} \sum_{i=1}^N (C_i - \bar{C}_i)^2 \quad (62)$$

Avec :

- $u^2(\bar{C}_i)$ la variance sur la concentration massique annuelle de B[a]P,
- $u^2(C_i)$ la variance sur la concentration massique individuelle de B[a]P,
- N_{max} le nombre de résultats de mesure correspondant à une couverture totale de la période de moyennage,
- N le nombre de mesurages individuels effectués sur l'année.

13 Expression finale du résultat

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

Les incertitudes élargies absolue et relative associées à la concentration massique annuelle (\bar{C}_i) de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant sont calculées comme suit :

$$U(\bar{C}_i) = k \times \sqrt{u^2(\bar{C}_i)} = 2 \times \sqrt{u^2(\bar{C}_i)} \quad (63)$$

$$U_{rel}(\bar{C}_i) = \frac{U(\bar{C}_i)}{\bar{C}_i} \times 100 \quad (64)$$

Avec :

- $U(\bar{C}_i)$ l'incertitude élargie absolue sur la concentration massique annuelle de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (exprimée en ng/m^3),
- k le facteur d'élargissement,
- $u(\bar{C}_i)$ l'incertitude-type composée de la concentration massique annuelle de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (exprimée en ng/m^3),
- $U_{rel}(\bar{C}_i)$ l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique annuelle de B[a]P dans l'échantillon d'air ambiant (exprimée en %).

En annexe B est donné un exemple d'estimation de l'incertitude pour une concentration massique annuelle de B[a]P de $1 \text{ ng}/\text{m}^3$ (Valeur cible).

Annexe A

Critères de performance

Contribution à l'incertitude	Critère de performance (NF EN 15549 : 2008)
<u>Prélèvement</u>	
Débit de prélèvement	Incertitude relative ≤ 5 %
Temps de prélèvement	Incertitude relative ≤ 0,1 %
<u>Masse de B[a]P dans l'échantillon</u>	
Efficacité de prélèvement	Négligeable
Stabilité	Négligeable
<u>Mesurage de la masse de B[a]P par étalonnage externe</u>	
Efficacité d'extraction	Valeur comprise entre 80 et 120 % à la valeur cible avec une incertitude relative ≤ 3 %
Masse de B[a]P dans les solutions d'étalonnage	Incertitude relative ≤ 2 %
Ecart de linéarité de la fonction d'étalonnage	Résidus relatifs dans la gamme d'étalonnage ≤ 3 % et à la valeur limite d'exposition ≤ 2 %
Dérive de réponse entre les étalonnages	Incertitude relative ≤ 5 %
Répétabilité de l'analyse	Incertitude relative ≤ 3 %
Sélectivité	CLHP : Facteur de résolution > 1,2 CG/SM : Facteur de résolution > 1 pour le B[a]P
<u>Mesurage de la masse de B[a]P par étalonnage interne</u>	
Efficacité d'extraction	Valeur comprise entre 80 et 120 % à la valeur cible avec une incertitude relative ≤ 3 %
Facteur de réponse moyen du B[a]P	Incertitude relative ≤ 5 %
Concentration de l'étalon interne dans l'extrait	Incertitude relative ≤ 2 %
Sélectivité	CLHP : Facteur de résolution > 1,2 CG/SM : Facteur de résolution > 1 pour chacun des 2 composés (B[a]P et B[a]P-d12)
Justesse du facteur de réponse (Rapport $u\left(\frac{A_E}{A_{IS}}\right)$)	Incertitude relative ≤ 3 %

Contribution à l'incertitude	Critère de performance (NF EN 15549 : 2008)
<u>Mesurage de la masse de B[a]P sur le filtre échantillon</u>	
Coefficient de récupération $r = \frac{m_{SSE}}{m_{SSE}}$	Valeur supérieure à 50 % avec une incertitude relative $\leq 5 \%$
<u>Masse de B[a]P dans le blanc</u>	
Masse de B[a]P dans le filtre blanc avant prélèvement	Masse $\leq 1 \%$ de la valeur limite

Annexe B

Exemple d'estimation de l'incertitude sur une concentration de B[a]P de 1 ng/m³

Les calculs sont basés sur des données issues d'essais réalisés par INERIS.

Il est rappelé conformément à l'avertissement que l'objectif de cet exemple numérique est de montrer de façon concrète comment mener le calcul et appliquer les équations données dans le corps du texte et que les résultats des calculs ne doivent par conséquent pas être considérés comme une évaluation de la méthode de mesure pour les deux supports de prélèvements faisant l'objet de cet exemple numérique.

Annexe C

Bibliographie

- [1] Projet de recommandations concernant la stratégie de mesure (évaluation préliminaire et surveillance) des métaux lourds (As, Cd, Ni, Pb) et HAP (B[a]P principalement) dans l'air ambiant – LCSQA – 2008

