



Maintien de la chaîne nationale de traçabilité métrologique

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

**MAINTIEN DE LA CHAÎNE NATIONALE DE TRAÇABILITÉ
METROLOGIQUE**

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

Décembre 2019



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

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de l'IMT Lille Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère chargé de l'Environnement. Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au ministère et aux AASQA.

L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre des réglementations nationales et européennes mais aussi dans un cadre plus prospectif destiné à fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper les évolutions futures.

TABLE DES MATIERES

RESUME	6
1. INTRODUCTION	8
2. OBJECTIFS.....	10
3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2019	11
3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2	11
3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2019.....	12
3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA-INERIS.....	12
3.4 Raccordements d'ATMO Réunion	13
3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2019 par le LCSQA-LNE...	13
4. SYNTHESE DES PROBLEMES RENCONTRES EN 2019.....	14
4.1 Dysfonctionnements de la climatisation.....	14
4.2. Problèmes rencontrés lors des étalonnages.....	15
4.3 Problèmes rencontrés lors des comparaisons interlaboratoires.....	15
4.4 Maintenance des instruments	15

RESUME

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

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

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

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

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

Dans le cadre de ces chaînes nationales de traçabilité métrologique, **le LCSQA-LNE raccorde tous les 6 mois les étalons de dioxyde de soufre (SO₂), d'oxydes d'azote (NO/NO_x), d'ozone (O₃), de monoxyde de carbone (CO) et de dioxyde d'azote (NO₂) de chaque laboratoire d'étalonnage.**

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

Le tableau ci-après résume les étalonnages effectués depuis 2014 par le LCSQA-LNE **pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX).**

	Nombre annuel d'étalonnages				
	2015	2016	2017	2018	2019
Raccordements LNE/ Niveaux 2	185	180	156	107	94
Raccordements Madinair	27	26	27	27	27
Raccordements BTEX	30	31	22	21	27
Raccordements LCSQA	33	32	38	36	35
Raccordements ATMO Réunion	12	14	15	16	13
Somme des raccordements	287	283	258	207	196

Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA-LNE depuis 2015

Le tableau ci-dessus montre que globalement le LCSQA-LNE a effectué 196 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2019.

La diminution du nombre d'étalonnages LCSQA-LNE/Niveaux 2 par rapport aux années 2017-2018 est principalement due à la décision d'augmenter la périodicité de raccordement entre le LCSQA-LNE et les Niveaux 2 de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃).

Ce rapport fait également la synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2019 par le LCSQA-LNE lors des raccordements des polluants gazeux.

1. INTRODUCTION

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

Les objectifs de la chaîne nationale de traçabilité métrologique sont les suivants :

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

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

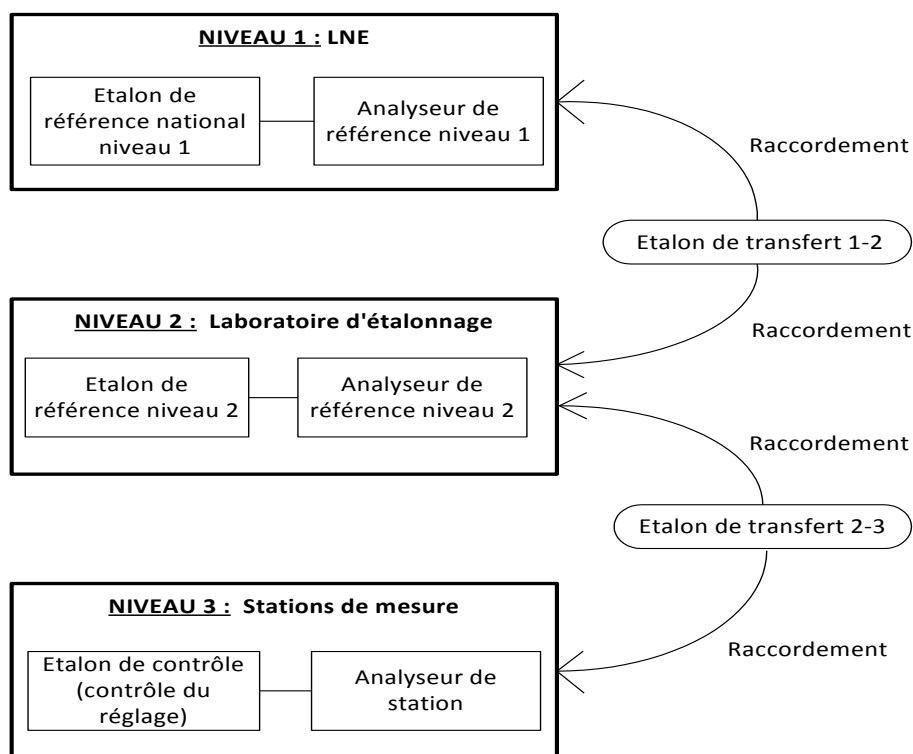


Figure 1 : Schéma général de la chaîne nationale de traçabilité métrologique dans le domaine de la pollution atmosphérique

Suite à la régionalisation, la France métropolitaine et les DOM sont organisés en 7 zones géographiques permettant le raccordement de l'ensemble des analyseurs des stations de mesure aux étalons de référence (cf. figure 2).



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

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

- Le niveau 2 LIM-Atmo Grand EST effectue le raccordement des :
 - Etalons d'ATMO Grand Est,
 - Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Franche Comté,
 - Etalons de réserve utilisés par ATMO Grand Est et ATMO Bourgogne Franche Comté,
 - Etalons de Scal'Air.
- Le niveau 2 ATMO Aura effectue le raccordement de l'ensemble des étalons de l'AASQA.

- Le niveau 2 AIRPARIF effectue le raccordement des :
 - Etalons d’Airparif,
 - Etalons d’ATMO Hauts de France,
 - Etalons d’ATMO Normandie (Rouen et Le Havre uniquement) ; cette situation restera pérenne, car ATMO Normandie souhaite garder deux niveaux 2 différents,
 - Etalons d’ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Bourgogne.
- Le niveau 2 ATMO Sud effectue le raccordement des :
 - Etalons d’ATMO Sud,
 - Etalons de Qualitair Corse.
- Le niveau 2 ATMO Occitanie effectue le raccordement des :
 - Etalons d’ATMO Occitanie comprenant ceux de Montpellier,
 - Etalons d’ATMO Nouvelle Aquitaine.
- Le niveau 2 AIR PL effectue le raccordement des :
 - Etalons d’AIR PL,
 - Etalons d’AIR Breizh,
 - Etalons d’ATMO Normandie (uniquement pour Caen),
 - Etalons de Lig’air.
- Le niveau 2 MADININAIR effectue le raccordement des :
 - Etalons de MADININAIR,
 - Etalons de GWADAIR,
 - Etalons d’ATMO Guyane.

Quant à ATMO Réunion, cette AASQA est directement rattachée au LCSQA-LNE.

2. OBJECTIFS

Les objectifs de ce rapport sont :

- De faire le point sur les raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l’air (AASQA, LCSQA), tous polluants gazeux confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2019 ;
- De réaliser une synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2019 par le LCSQA-LNE lors des raccordements.

3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2019

3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2

Les tableaux 1 et 2 ci-après font le bilan des matériels que le LCSQA-LNE a raccordés en 2019 pour les laboratoires d'étalonnage (Niveaux 2) et pour les composés CO, SO₂, NO/NO_x, NO₂ et O₃.

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

Tableau 1 : Bilan des matériels des niveaux 2 de métropole étalonnés par le LCSQA-LNE en 2019

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

Tableau 2 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour le niveau 2 de MADININAIR en 2019

En conclusion, pour 2019, 94 étalonnages ont été effectués par le LCSQA-LNE pour les niveaux 2 de France métropole et 27 pour le niveau 2 MADININAIR.

3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2019

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

Le tableau 3 ci-après fait un bilan des AASQA s'adressant directement au LCSQA-LNE et du nombre de raccordements BTEX effectués par le LCSQA-LNE pour l'ensemble des AASQA en 2019.

Nom de l'AASQA	Matériel étalonné	Nombre de raccordements effectués
ATMO Hauts-de-France	Bouteille de BTEX	3
AIRPARIF	Bouteille de BTEX	8
ATMO Grand-Est	Bouteille de BTEX	6
AIR PL	Bouteille de BTEX	2
ATMOSUD	Bouteille de BTEX	4
ATMO Nouvelle-Aquitaine	Bouteille de BTEX	1
ATMO Normandie	Bouteille de BTEX	1
LCSQA-INERIS	Bouteille de BTEX	1
ATMO AURA	Bouteille de BTEX	1

Tableau 3 : Bilan des raccordements BTEX effectués par le LCSQA-LNE en 2019 pour l'ensemble des AASQA

Le tableau 3 montre qu'en 2019,

- 8 AASQA, ainsi que le LCSQA-INERIS se sont adressés au LCSQA-LNE pour le raccordement de leurs bouteilles de BTEX ;
- 27 étalonnages BTEX ont été réalisés par le LCSQA-LNE pour ces AASQA et le LCSQA-INERIS.

3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA-INERIS

Le tableau 4 fait état des raccordements effectués pour le LCSQA-INERIS en 2019.

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

Tableau 4 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour le LCSQA-INERIS en 2019

Le tableau 4 montre que le LCSQA-LNE a réalisé 35 raccordements pour le LCSQA-INERIS en 2019.

3.4 Raccordements d'ATMO Réunion

En 2019, le LCSQA-LNE a effectué 13 raccordements pour ATMO Réunion, à savoir :

- 3 raccordements en NO (200 nmol/mol),
- 3 raccordements en NO₂ (200 nmol/mol),
- 3 raccordements en SO₂ (100 nmol/mol),
- 2 raccordements en CO (9 µmol/mol),
- 2 raccordements en ozone.

3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2019 par le LCSQA-LNE

Le nombre de raccordements effectués en 2019 par le LCSQA-LNE est reporté dans le tableau ci-après.

	Nombre annuel d'étalonnages				
	2015	2016	2017	2018	2019
Raccordements LNE/ Niveaux 2	185	180	156	107	94
Raccordements Madinair	27	26	27	27	27
Raccordements BTEX	30	31	22	21	27
Raccordements LCSQA	33	32	38	36	35
Raccordements ATMO Réunion	12	14	15	16	13
Somme des raccordements	287	283	258	207	196

Tableau 5 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA-LNE depuis 2015

Le tableau 5 montre que globalement le LCSQA-LNE a effectué 196 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2019.

La diminution du nombre d'étalonnages LCSQA-LNE/Niveaux 2 par rapport aux années 2017-2018 est principalement due à la décision d'augmenter la périodicité de raccordement entre le LCSQA-LNE et les Niveaux 2 de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃).

4. SYNTHÈSE DES PROBLÈMES RENCONTRES EN 2019

4.1 Dysfonctionnements de la climatisation

De nombreux problèmes de climatisation ont été observés ces dernières années au LNE liés à la vétusté des groupes froids. Par conséquent, le LNE a décidé de les renouveler en 2019.

- Changement des groupes froids du LNE
 - Les anciens groupes froids du LNE ont été arrêtés entre le 3 et le 4 août 2019 afin de procéder à leur remplacement par des groupes froids « temporaires ». La climatisation a donc été stoppée dans tous les laboratoires du LNE.
 - Les températures des laboratoires sont montées jusqu'à près de 29°C. Pendant cette période, aucun étalonnage n'a donc été réalisé, car les fours à perméation contenant les tubes de SO₂ et de NO₂ avaient pu être impactés par cette montée en température durant 24 h.
 - Il a été observé des fuites d'eau dans les laboratoires liés aux humidificateurs. Pendant cette période, ils ont donc été provisoirement arrêtés afin de limiter les dommages et désagréments.

4.2. Problèmes rencontrés lors des étalonnages

Différents problèmes informatiques ont été constatés en 2019 lors des étalonnages effectués en automatique.

- Il a été constaté des pertes des fichiers de configuration sur les étalonnages NO et SO₂. Dans ce cas, le fichier doit alors être systématiquement copié.
- Le programme d'automatisation n'est pas totalement à jour pour pouvoir interfacer le modèle d'analyseur 48i. Par conséquent, lorsque cet analyseur est utilisé pour effectuer les étalonnages en CO, ces derniers sont alors effectués manuellement.
- Les étalonnages en O₃ (SRP NIST) sont effectués manuellement. En effet, le programme de pilotage en automatique et d'enregistrement des données n'est plus utilisable. Le LCSQA-LNE est en attente d'une nouvelle version du logiciel développée conjointement par le Bureau International des Poids et mesures (BIPM) et le National Institute of Standards and Technology (NIST).

Par ailleurs, l'ordinateur associé aux photomètres de référence (SRP NIST) disposant de connectiques spécifiques présente des problèmes informatiques. Par conséquent, il ne peut être éteint au risque de ne plus pouvoir être rallumé. Il est donc prévu de le remplacer et si possible de le dédoubler afin que chaque SRP puisse être utilisé indépendamment.

4.3 Problèmes rencontrés lors des comparaisons interlaboratoires

Lors des comparaisons interlaboratoires en ozone, un des générateurs Ansyco KTO3 a rencontré un problème sur la mesure de température. Lorsque le générateur d'ozone portable est revenu au laboratoire, il s'est avéré que la sonde de température ainsi que la carte électronique associée étaient défectueuses. Elles ont donc été remplacées.

Chaque année, les comparaisons interlaboratoires sont divisées en 2 campagnes (début et milieu d'année), car le LCSQA-LNE ne dispose pas de suffisamment de bouteilles de gaz et de générateurs d'ozone. Un des réseaux (Atmo Grand Est) participant à la première campagne de comparaisons de 2019 a monopolisé durant environ 8 mois les étalons devant ensuite être envoyés à une autre AASQA.

4.4 Maintenance des instruments

Au cours de l'année 2019, plusieurs analyseurs ont nécessité des maintenances et des réparations afin de conserver un fonctionnement optimal et de pouvoir être utilisé pour les étalonnages.

- L'analyseur de CO modèle 48i a présenté un problème de débit provenant d'un dysfonctionnement de la pompe. Après avoir réalisé un nettoyage de la pompe, l'analyseur a pu être remis en service.
- Au cours d'un étalonnage de NO/NO_x, la pompe de l'analyseur de NO/NO_x s'est bloquée, ce qui a donc nécessité son remplacement avant de remettre l'analyseur en service.

- Il a été constaté une perte d'efficacité des convertisseurs au molybdène pour les analyseurs de NOx. Ceci a nécessité une maintenance des analyseurs avec remplacement de la cartouche à molybdène pour le convertisseur et nettoyage avant remise en service.
- Il a été rajouté des cartouches remplies de silicagel en entrée des analyseurs NOx lorsque ceux-ci ne sont pas utilisés pour réaliser des étalonnages. Ceci permet de sécher l'air ambiant et donc d'augmenter la durée de vie des tubulures « permapure » des analyseurs de NOx.
- Lors d'une série d'étalonnages de mélanges gazeux de benzène, toluène, éthylbenzène et o,m,p xylène, le chromatographe en phase gazeuse a présenté une anomalie sans qu'aucun message d'erreur ne soit affiché. Après diagnostic et intervention du fabricant, il a été constaté qu'une des vannes multivoies ne fonctionnait plus correctement. Les buses des détecteurs ont également été remplacées, car elles étaient usagées. Le fabricant nous a également informés qu'en 2020, les analyseurs de ce type ne seraient plus réparés, car ils ne pourront plus avoir de pièces détachées en cas de panne.
- Le dispositif permettant d'homogénéiser les mélanges gazeux fabriqués a rencontré des problèmes de fonctionnement. Celui-ci est actuellement en panne et nécessite une réparation.



direction et secrétariat du LCSQA

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