



Définition de la procédure d'étalonnage des compteurs de particules à noyaux de condensation (CNC)

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

DEFINITION DE LA PROCEDURE D'ETALONNAGE DES COMPTEURS DE PARTICULES A NOYAUX DE CONDENSATION (CNC)

**François Gaie-Levrel (LNE)
Aurélien Ustache (Ineris)**

Août 2022

Approbation : Tatiana Macé (LNE), Caroline Marchand (Ineris) : 02/08/2022

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

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de l'IMT Nord Europe, 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
ABSTRACT	7
1. INTRODUCTION	8
2. OBJECTIF.....	8
3. CONTEXTE NORMATIF.....	9
3.1 La spécification technique XP CEN/TS 16976:2016	9
3.1.1 La norme ISO 27891:2015	9
3.1.2 La norme ISO 15900:2020	9
3.2 La norme ISO 17025:2017	10
4. PROCEDURES D'ETALONNAGE, MOYENS MIS EN ŒUVRE ET COUT ASSOCIE SELON LA NORME ISO 27891:2015	10
4.1 Principe de la procédure d'étalonnage des CNC.....	10
4.2 La génération d'aérosols	11
4.3 Le conditionneur de charges électrostatiques.....	11
4.4 L'analyseur différentiel de mobilité électrique (DEMC)	12
4.5 Le système de mélange et le diviseur de débit.....	12
4.6 L'électromètre (FCAE) ou le CNC de référence	13
4.7 Autres équipements.....	13
5. CONTROLES DE PERFORMANCES DES CNC SELON LA SPECIFICATION TECHNIQUE CEN/TS 16976:2016.....	13
5.1 Exactitude du débit d'entrée	13
5.2 Plage de mesure des concentrations en nombre	14
5.3 Limite de détection de la concentration en nombre	14
5.4 Linéarité et pente de la réponse	14
5.5 Courbe du rendement de détection aux tailles de particules faibles.....	14
5.6 Limite de détection aux tailles de particules supérieures	15
5.7 Taux de comptage du zéro	15
5.8 Temps de réponse.....	15
6. ASSURANCE QUALITE ET CONTROLE QUALITE ASSOCIES A LA SPECIFICATION TECHNIQUE XP CEN/TS 16976:2016.....	15
7. MOYENS TECHNIQUES ET HUMAINS NECESSAIRES A L'ETALONNAGE DES CNC.....	16
8. CONCLUSIONS	17
9. REFERENCES	18

RESUME

La stratégie de surveillance nationale de la concentration en nombre des particules (PNC) développée par le LCSQA se situe dans une approche impliquant l'utilisation de Compteurs à Noyaux de Condensation (CNC). Ce nouveau parc analytique de CNC sera déployé et contrôlé périodiquement en accord avec la méthode normalisée décrite au sein de la spécification technique XP CEN/TS 16976:2016 « Air ambiant - Détermination de la concentration en nombre de particules de l'aérosol atmosphérique » faisant appel à la procédure de la norme ISO 27891:2015 « Concentration particulaire en nombre - Étalonnage de compteurs de particules d'aérosol à condensation » et adapté selon les recommandations du guide pour l'utilisation des CNC.

Dans ce cadre, une activité d'étalonnage des CNC des AASQA est à prévoir en lien avec la mise en place d'une chaîne nationale de traçabilité métrologique. Ce rapport présente ainsi la procédure d'étalonnage des CNC en accord avec le cadre normatif précité et le cahier des charges technique, financier et humain dédié à la construction d'un banc national d'étalonnage des CNC au sein du LCSQA.

ABSTRACT

The national particle number concentrations (PNC) survey strategy developed by LCSQA is an approach involving the use of condensation particle counters (CNC). This new CNC analytical park will be deployed and verified periodically in accordance with the standardized method described in the technical specification XP CEN / TS 16976: 2016 “ Ambient air - Determination of the particle number concentration of atmospheric aerosol ” which also involves the procedure of standard ISO 27891: 2015 "Particulate concentration in number - Calibration of condensing aerosol particle counters".

In this context, a calibration activity for the national CNCs needs to be planned in connection with the establishment of a national metrological traceability chain. Therefore, this report presents the CNC calibration procedure in accordance with the normative context and the technical, financial and human specifications dedicated to the implementation of a national CNC calibration bench within LCSQA.

1. INTRODUCTION

De nombreux travaux scientifiques indiquent que la concentration en nombre des particules atmosphériques (PNC, pour *Particle Number Concentration*), majoritairement constituées de particules ultrafines (PUF), semble être un mesurande adapté à l'évaluation de l'impact sanitaire de la pollution atmosphérique et donc complémentaire aux mesures de concentration massique. Le suivi de ce paramètre apparaît donc aujourd'hui comme un enjeu majeur de l'optimisation des dispositifs de surveillance de la qualité de l'air.

En 2018, l'avis relatif à « l'identification, la catégorisation et la hiérarchisation de polluants actuellement non réglementés pour la surveillance de la qualité de l'air » a mis en avant les particules ultra-fines (PUF) comme devant être considérées de façon prioritaire pour une éventuelle future surveillance de l'air ambiant. Dans ce contexte, le ministère en charge de l'environnement a demandé au LCSQA d'étudier les besoins d'évolution du réseau de surveillance national actuel pour une meilleure prise en compte de la PNC. En réponse à cette demande, une stratégie concertée avec les AASQA et différents acteurs sanitaires est en cours de structuration à l'échelle nationale (LCSQA, 2020).

Depuis plusieurs décennies, les mesures de PNC dans l'air ambiant sont réalisées à l'échelle européenne dans différents cadres, notamment concernant des campagnes de mesures liées à des projets de recherche spécifiques. La stratégie de surveillance nationale de PNC développée par le LCSQA se situe dans une approche impliquant l'utilisation de Compteurs à Noyaux de Condensation (CNC). Ce nouveau parc analytique de CNC sera déployé et contrôlé périodiquement en accord avec la méthode décrite au sein de la spécification technique XP CEN/TS 16976:2016 « Air ambiant - Détermination de la concentration en nombre de particules de l'aérosol atmosphérique » et adapté selon les recommandations du guide pour l'utilisation des CNC. Ce document définit les caractéristiques de performance et les exigences minimales relatives aux instruments à utiliser, à savoir, le prélèvement, le fonctionnement, le traitement des données. Les procédures d'assurance qualité et de contrôle qualité, y compris les paramètres d'étalonnage sont également présentés en accord avec la norme ISO 27891:2015 « Concentration particulaire en nombre — Étalonnage de compteurs de particules d'aérosol à condensation ».

2. OBJECTIF

Dans ce cadre, une réflexion a été initiée au sein du LCSQA afin de disposer d'un banc national d'étalonnage des CNC en lien avec la mise en place d'une chaîne nationale de traçabilité métrologique. En amont de ce développement, il est apparu nécessaire de définir cette procédure d'étalonnage en accord avec le cadre normatif et ainsi présenter un cahier des charges technique, financier et humain dédié à sa construction et sa validation. Ce document présente ainsi l'ensemble de ces éléments.

3. CONTEXTE NORMATIF

Le contexte normatif associé à l'étalonnage des CNC dédié aux mesures de PNC dans l'air ambiant concerne la spécification technique XP CEN/TS 16976:2016 « Air ambiant - Détermination de la concentration en nombre de particules de l'aérosol atmosphérique ». Cette dernière fait référence à la norme ISO 27891:2015 « Concentration particulaire en nombre — Étalonnage de compteurs de particules d'aérosol à condensation » concernant le protocole d'étalonnage à suivre. Il est également nécessaire de considérer les normes ISO 15900:2020 « Détermination de la distribution granulométrique - Analyse de mobilité électrique différentielle pour les particules d'aérosol » en lien avec l'ISO 27891:2015 et plus globalement l'ISO 17025:2017 « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais »

3.1 La spécification technique XP CEN/TS 16976:2016

Cette spécification technique décrit la méthode de détermination de la concentration en nombre de particules dans l'air ambiant sur une plage allant jusqu'à environ 10^7 particules/cm³ pour des CNC fonctionnant en mode comptage et avec un système de dilution approprié pour les concentrations excédant la plage du mode comptage. Elle définit également les caractéristiques de performance et les exigences minimales relatives aux instruments à utiliser. Les tailles de particules minimale et maximale considérées sont actuellement de 7 nm (valeur pouvant évoluer à 10 nm) et quelques micromètres respectivement. Cette spécification technique décrit également le prélèvement, le fonctionnement, le traitement des données et les procédures d'assurance qualité et de contrôle qualité, y compris les paramètres d'étalonnage en lien avec la norme ISO 27891:2015.

3.1.1 La norme ISO 27891:2015

Cette norme internationale décrit la méthode pour déterminer l'efficacité de détection des CNC pour des concentrations en nombre comprises entre 1 particule/cm³ et 10^5 particules/cm³ avec l'incertitude de mesure associée. Les tailles particulières associées dans ces méthodes concernent la gamme 5 nm - 1 000 nm. Cette méthode peut être utilisée à la fois pour déterminer un facteur d'étalonnage à appliquer pour une gamme de tailles liée à une efficacité de détection relativement constante (le plateau), mais aussi pour caractériser l'efficacité de détection du CNC pour des tailles particulières plus petites. Le paragraphe 3 décrit le banc d'étalonnage et la procédure de raccordement associée.

3.1.2 La norme ISO 15900:2020

Ce document fournit des lignes directrices et les exigences pour la détermination des distributions granulométriques en nombre via des mesures de mobilité électrique. Cette méthode est applicable à des mesures de taille allant d'environ 1 nm à 1 µm. Dans ce document, il n'est pas précisé d'exigences et spécifications techniques associées au système complet pour effectuer une analyse différentielle de mobilité électrique, mais seulement pour l'élément au sein de ce système permettant la sélection en taille en fonction, appelé DEMC (Differential Electrical Mobility Classifier).

3.2 La norme ISO 17025:2017

Cette norme présente les exigences que doivent satisfaire les laboratoires d'essais et d'étalonnages s'ils entendent apporter la preuve qu'ils gèrent un système de management et qu'ils sont techniquement compétents et capables de produire des résultats techniquement valides. En d'autres termes, le respect de cette norme est la preuve de la compétence du laboratoire à produire des données et des résultats techniquement valides. Par conséquent, les organismes d'accréditation qui reconnaissent la compétence des laboratoires d'essais et d'étalonnages, tel le Comité Français d'Accréditation (COFRAC), se basent sur cette norme internationale pour délivrer et reconduire les accréditations.

4. PROCEDURES D'ETALONNAGE, MOYENS MIS EN ŒUVRE ET COUT ASSOCIE SELON LA NORME ISO 27891:2015

4.1 Principe de la procédure d'étalonnage des CNC

En accord avec la norme ISO 27891:2015, le principe général de l'étalonnage d'un CNC est basé sur trois étapes, à savoir (1) - la génération d'un aérosol ; (2) - la sélection en taille en termes de diamètre de mobilité électrique via un analyseur différentiel de mobilité électrique (DEMC) afin de produire un aérosol étalon monodispersé; (3) - la mesure de la concentration en nombre de l'aérosol étalon par le CNC à étalonner et par un instrument de référence en parallèle (Electromètre ou CPC de référence). La Figure 1 présente la configuration instrumentale du banc d'étalonnage.

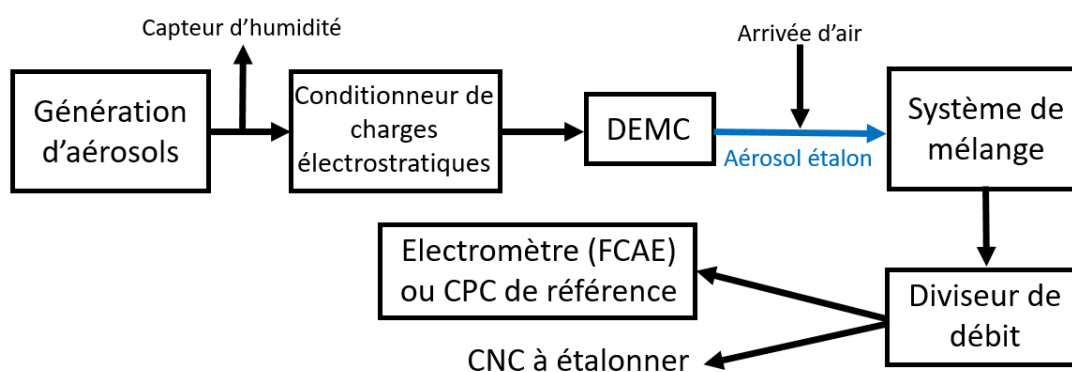


Figure 1 - Montage instrumental associé au banc d'étalonnage des CNC

Les paragraphes suivants sont dédiés à la description des éléments encadrés en noir sur la Figure 1 en partant du générateur d'aérosols jusqu'à l'instrument de référence.

4.2 La génération d'aérosols

Pour l'étalonnage de CNC, l'aérosol généré doit être caractérisé par une distribution granulométrique étroite (GSD <1,1), un diamètre modal et une concentration en nombre stables sur plus de 10 minutes, de sorte que l'étalonnage puisse avoir lieu dans des conditions constantes. L'aérosol doit être caractérisé par une fraction de charges multiples inférieure à 5 % et une faible teneur en vapeur (eau, solvant) afin de minimiser la croissance de particules.

Dans ce cadre, le document normatif propose différents types de générateurs d'aérosols, à savoir :

- Un **générateur à décharge** pour la production de particules métalliques, d'oxyde métallique ou de carbone (VDI, 2007 ; Agarwal et Sem, 1980),
- Un **générateur électrospray** en utilisation avec de l'huile, du poly-alpha-oléfine (PAO) ou des solutions de saccharose (Chen et al., 1995),
- Un **générateur à évaporation/condensation** dédié aux particules métalliques comme Ag, Au et aux sels tels que NaCl, KCl ou nitrate d'ammonium (VDI, 1980 ; Bartz et al., 1987 ; Prodi, 1972 ; Scheibel et Porstendörfer, 1983),
- Un **générateur à flamme** pour les particules de suie (Jing, 1999 ; Wahl),
- Un **générateur à pulvérisation** pour solutions et suspensions colloïdales (Drew et al., 1978 ; May, 1973),
- Un **générateur à fil incandescent** pour des particules de métal ou d'oxyde métallique de taille uniforme (Peineke, 2006)

De plus, il est proposé d'utiliser le banc détaillé dans les travaux (Yli-Ojanperä et al., 2010) afin de générer un aérosol de référence à charge unique (SCAR) sur une large gamme de tailles particulaires en lien avec le banc présenté à la Figure 1 et une génération d'un aérosol de NaCl par nébulisation.

Concernant le coût financier, une fourchette comprise entre 5k€ et 60k€ est à considérer en fonction du choix du générateur d'aérosols.

4.3 Le conditionneur de charges électrostatiques

Afin d'obtenir un aérosol étalon stable, répétable et reproductible après la phase de sélection en taille par le DEMC, l'aérosol généré doit avoir une répartition de charge répétable et reproductible. Pour ce faire, les chargeurs unipolaires et bipolaires tels que les sources à rayonnement alpha ou bêta sont adaptés et la distribution de charges décrites dans la norme ISO 15900 est appliquée. D'autres chargeurs bipolaires peuvent être utilisés si l'équivalence avec les sources radioactives a été prouvée ou si la distribution de charges a été caractérisée.

Pour un aérosol caractérisé par des tailles supérieures à 20 nm ou avec une distribution granulométrique polydispersée, des chargeurs bipolaires doivent être utilisés afin d'obtenir une faible fraction de charges multiples. Si l'aérosol généré est déjà monodispersé ou s'il ne contient pas de particules ayant des tailles supérieures à 20 nm, l'ensemble des particules sélectionnées par le DEMC porteront une seule charge, quel que soit le type du

conditionneur de charges électrostatiques utilisé en amont. Par conséquent, des chargeurs unipolaire (décharge corona par exemple) ou bipolaires peuvent être utilisés. Concernant le coût financier, il faut considérer un budget d'environ 15-20k€ pour un conditionneur de charges électrostatiques.

4.4 L'analyseur différentiel de mobilité électrique (DEMC)

L'analyseur différentiel de mobilité électrique (Differential Electrical Mobility Classifier, DEMC) permet de sélectionner les diamètres particulaires au sein de l'aérosol généré en fonction de leur mobilité électrique. Cette sélection permet alors de produire des aérosols monodispersés, chargés positivement ou négativement. Dans le cas où les particules sélectionnées portent plus d'une charge, chaque niveau de charge correspondra à une taille particulaire différente. Précisons que le DEMC doit être configuré, utilisé et étalonné en accord avec la norme ISO 15900:2020.

Idéalement, l'aérosol analysé par le DEMC est conditionné de telle manière que seules les particules ayant une seule charge quittent le DEMC afin d'être utilisées comme aérosol étalon monodispersé. Mais, dans le cas où l'aérosol étalon contient également des charges multiples, des corrections doivent être appliquées impliquant alors une augmentation de l'incertitude de mesure.

Concernant le coût financier, il faut considérer un budget d'environ 40-60k€ pour un analyseur différentiel de mobilité électrique.

4.5 Le système de mélange et le diviseur de débit

Le système de mélange, le diviseur de débit et également les tubes de raccordement permettent de délivrer l'aérosol étalon vers le CNC à tester et vers l'instrument de référence (FCAE ou CNC). Ainsi, l'aérosol doit posséder une distribution granulométrique et une concentration en nombre identiques lorsqu'il atteint les deux instruments. Le biais de concentration résultant d'un mauvais mélange est une source d'erreur majeure pour les mesures associées à l'étalonnage de CNC. Afin d'éviter cela, des déflecteurs, des chambres de mélange et des orifices de mélange peuvent être utilisés.

Le diviseur de débit permet de diviser en deux le flux d'aérosol étalon provenant du système de mélange, à savoir vers le CNC à tester et vers l'instrument de référence. Idéalement, le diviseur de débit est conçu de manière à ce que les pertes liées au transport, dépendantes de la taille particulaire, soient égales entre l'entrée du diviseur de débit et les deux voies associées aux deux instruments. Si le débit d'entrée des deux instruments est égal, l'échange des positions du CNC à tester et de l'instrument de référence peut être effectué afin de démontrer l'équivalence des deux positions de prélèvement. Les différences par rapport à chaque position doivent être inférieures à 5 %. Si le débit d'entrée des deux instruments n'est pas le même, la longueur des tubes de raccordement doit être modifiée afin de compenser l'éventuelle différence.

Globalement, la conception du système de mélange, du diviseur de débit et des tubes de raccordement doit permettre d'éviter les coudes et les changements soudains de diamètres internes. Il est conseillé d'utiliser des tubes conducteurs et d'effectuer une mise à la terre électrique suffisante.

Concernant le coût financier, il faut considérer un budget d'environ 10 k€ pour un système de mélange et un diviseur de débit.

4.6 L'électromètre (FCAE) ou le CNC de référence

Pour l'étalonnage des CNC, il est possible d'utiliser soit un électromètre (Faraday Cup Aerosol Electrometer, FCAE), soit un CNC de référence.

Le FCAE se compose d'une coupelle électriquement conductrice et mise à la terre comme protection d'un élément de détection composé d'un média filtrant et d'une connexion électrique vers un électromètre.

Le CNC de référence doit prélever un aérosol non dilué et non filtré et ne doit pas être utilisé en mode photométrique. Son efficacité de détection doit être précisée et sa procédure de caractérisation documentée.

Ces deux instruments de référence doivent posséder des certificats d'étalonnage tels que présentés en annexe C de la norme ISO 27891:2015. L'étalonnage du CNC de référence peut être le résultat d'un étalonnage par rapport à un FCAE traçable ou un étalonnage avec un autre CNC utilisé comme instrument de référence.

Concernant le coût financier, il faut considérer un budget d'environ 20-30 k€ pour un électromètre ou un CNC de référence.

4.7 Autres équipements

D'autres équipements sont également nécessaires au banc d'étalonnage des CNC, à savoir un débitmètre à faible perte de charge, un capteur de pression, de température et d'humidité afin de mesurer les paramètres associés dans le flux d'aérosol généré et d'aérosol étalon. Des tuyaux en silicone conducteur sont également nécessaires pour les connexions des sous-ensembles.

Concernant le coût financier, il faut considérer un budget d'environ 5-10 k€ pour les sondes et débitmètre et environ 5 k€ pour les tubes de connexions.

5. CONTROLES DE PERFORMANCES DES CNC SELON LA SPECIFICATION TECHNIQUE CEN/TS 16976:2016

5.1 Exactitude du débit d'entrée

Le débit d'entrée du CNC doit être mesuré à l'aide d'un débitmètre de référence étalonné, à deux températures (15 °C et 30 °C) et à une pression atmosphérique supérieure à 900 hPa. Au moins cinq mesures consécutives doivent être effectuées sur une période minimale de 5 min. La moyenne des résultats de mesure doit être comparée au débit tel que spécifié par le fabricant. L'écart relatif pour le débit réel doit être $\leq 5\%$ par rapport au débit nominal, et $\leq 2\%$ par rapport au débit certifié en usine. Si ces critères ne sont pas remplis, une opération de maintenance est requise.

5.2 Plage de mesure des concentrations en nombre

Il doit pouvoir être démontré que le CNC couvre la plage [100 particules/cm³ – 10 000 particules/cm³] lorsqu'il fonctionne en mode comptage (avec ou sans correction de la coïncidence).

5.3 Limite de détection de la concentration en nombre

La limite de détection de la concentration en nombre est la valeur pouvant être distinguée, avec une incertitude statistique de 95 % de la concentration indiquée sur la base du taux de comptage nul de l'instrument. Le taux de comptage nul représente le nombre d'événements dénombrés par unité de temps et non associé aux particules. La limite de détection doit être inférieure à la limite inférieure de la plage de mesure des concentrations en nombre indiquée précédemment au paragraphe 5.2.

5.4 Linéarité et pente de la réponse

La linéarité de la réponse du CNC doit être déterminée en comparant les concentrations en nombre mesurées par le CNC soumis à l'essai et par l'instrument de référence à différentes concentrations en nombre de particules. L'instrument de référence peut être un électromètre pour aérosol ou un CNC et doit satisfaire aux exigences de l'ISO 27891:2015. La réponse du CNC doit être déterminée pour des concentrations en nombre de particules d'environ 1000 particules/cm³, 2000 particules/cm³, 4000 particules/cm³, 8000 particules/cm³, etc. en utilisant des **particules d'argent d'une taille de (40 ± 10) nm générées par la méthode d'évaporation/condensation.**

Une correction de la coïncidence doit être appliquée aux valeurs de concentration en nombre indiquées par l'instrument. Lorsqu'un électromètre pour aérosols sert d'instrument de référence, des corrections doivent être effectuées en présence de particules à charges multiples, dont la fraction doit être inférieure à 10 %.

La concentration en nombre mesurée par le CPC soumis à l'essai est calculée en prenant le débit réel en fonction de la concentration en nombre de l'instrument de référence. Une analyse de régression linéaire, forcée par zéro, par la méthode des moindres carrés doit être réalisée. Les résultats doivent être consignés sous forme graphique (instrument de référence représenté sur l'axe x, logarithmique x et y). La pente et les résidus résultant de l'analyse de régression doivent satisfaire aux prescriptions données, à savoir $1 \pm 0,05$ et inférieur à 4% de la valeur mesurée respectivement.

5.5 Courbe du rendement de détection aux tailles de particules faibles

Le rendement de détection doit être mesuré en utilisant des particules d'argent générées par la méthode d'évaporation/condensation et une concentration en nombre comprise entre 3000 particules/cm³ et 10000 particules/cm³ pour les tailles particulières de 5 nm, 6 nm, 7 nm, 9 nm, 12 nm, 15 nm, 20 nm et 30 nm. Les rendements de détection doivent remplir les critères spécifiés, à savoir être < 0,5 à 6 nm ; > 0,5 à 8 nm et $\geq 0,9$ à 14 nm. Le diamètre de coupure doit être déterminé par interpolation linéaire tel que

$d_{50} = 7 \text{ nm} \pm 0,7 \text{ nm}$ et $d_{90} < 14 \text{ nm}$. Si un seul de ces résultats n'est pas accepté, une opération de maintenance plus approfondie est requise.

5.6 Limite de détection aux tailles de particules supérieures

Le rendement de détection à $1000 \text{ nm} \pm 100 \text{ nm}$ doit être déterminé comme étant supérieur à 90%. Ce rendement de détection peut être déterminé en utilisant un aérosol d'essai monodispersé dont le diamètre des particules est compris dans la plage de tailles souhaitée et en comparant la réponse de l'instrument avec la réponse d'un instrument de référence.

5.7 Taux de comptage du zéro

Cet essai de comptage du zéro se réalise en fixant un filtre ULPA à l'entrée du CNC et en réalisant une mesure d'au moins 60 min. Le taux de comptage du zéro doit être inférieur à 1 par minute. En termes de vérification périodique, la spécification technique précise de faire fonctionner le CNC pendant au moins 15 min et d'obtenir pendant cette période un taux de comptage inférieur à 15 comptages par minute. Dans le cas contraire, une opération de maintenance est requise.

5.8 Temps de réponse

Le temps de réponse de l'instrument doit être déterminé en appliquant une fonction créneau aux concentrations particulières en nombre de moins de 20 % à 80 % de la plage de mesure de l'instrument. Le changement de concentration doit être quasi-instantané en utilisant une vanne appropriée. Un cycle doit consister à augmenter la concentration d'un échelon à l'instant $t = 0$ et attendre que la réponse se stabilise (variation $< 2 \%$ sur 1 min), diminuer la concentration d'un échelon et attendre que la concentration se stabilise à nouveau. Le cycle doit être répété 4 fois. Le temps de montée est le temps correspondant à la croissance de la grandeur de sortie de 10 % à 90 % de l'écart entre les valeurs stables. Le temps de chute est le temps correspondant à la décroissance de la grandeur de sortie de 90 % à 10 % de l'écart entre les valeurs stables. Les résultats obtenus pour le temps de montée et de chute doivent être inférieurs à 5 s et leurs écarts doivent être inférieurs à 10% (ou 0,5 s).

6. ASSURANCE QUALITE ET CONTROLE QUALITE ASSOCIES A LA SPECIFICATION TECHNIQUE XP CEN/TS 16976:2016

D'après la spécification technique XP CEN/TS 16976:2016, le contrôle qualité est essentiel pour garantir que les incertitudes des valeurs mesurées de concentrations particulières en nombre dans l'air ambiant sont maintenues dans des limites établies pendant des périodes étendues de surveillance. Les modes opératoires de maintenance, de contrôle et d'étalonnage doivent être suivis de façon à obtenir des données exactes et traçables. Les contrôles de l'équipement dans le cadre de l'assurance qualité et du contrôle qualité et les fréquences associées sont présentés au sein du Tableau 1.

Tableau 1: Etalonnage et vérifications des CNC et fréquence temporelle associée.

Etalonnage, Vérification	Paragraphe de ce rapport	Fréquence minimale
Etalonnage du débit à température et pression ambiantes	5.1	Mensuelle
Etalonnage de la zone plateau et de la linéarité	5.4	Annuelle
Détermination du seuil de coupure aux petites tailles de particules	5.5	Annuelle
Contrôle du zéro	5.7	Mensuelle
Vérification de la concentration en nombre	Voir ci-dessous	Trimestrielle
Etalonnage des capteurs de température et pression	Voir ci-dessous	Annuelle

→ Vérification de la concentration en nombre

Cette vérification peut être moins rigoureuse que l'étalonnage annuel. Elle peut prendre la forme d'une comparaison sur site en utilisant un CNC de référence récemment étalonné (à noter que la TS16976 dans sa version actuelle ne définit pas les critères d'un CNC de référence). Si la concentration moyenne horaire déterminée par le CNC sur le terrain s'écarte de plus de 10 % de la référence, une opération de maintenance est requise.

→ Etalonnage des capteurs de température et de pression

Les capteurs de température et de pression utilisés afin de corriger les volumes prélevés aux conditions normales de température et de pression doivent être étalonnés à l'aide d'une méthode appropriée pour confirmer que les valeurs sont correctes et ne dépassent pas 3 K pour la température et 1 kPa pour la pression.

7. MOYENS TECHNIQUES ET HUMAINS NECESSAIRES A L'ETALONNAGE DES CNC

En lien avec le développement d'un banc d'étalonnage au sein du LCSQA/LNE, deux approches peuvent être considérées pour l'étalonnage des CNC déployés sur le territoire français dans le cadre de la stratégie de surveillance d'AASQA, à savoir :

- (1) utiliser un CNC de référence étalonné selon la procédure présentée dans ce rapport via un banc d'étalonnage déjà existant, à l'instar de TROPOS en Allemagne.
- (2) utiliser un électromètre et/ou un CNC de référence interne au LCSQA et étalonné selon la procédure présentée dans ce rapport via le banc d'étalonnage du LCSQA.

Dans ce cadre, le développement du banc d'étalonnage LCSQA pourra être effectué en deux temps, à savoir :

- (i) Une étude de faisabilité : Utilisation de certains équipements déjà présents au sein du LCSQA afin d'initier la démarche de développement d'un banc

d'étalonnage et d'en étudier la faisabilité en y associant les moyens humains nécessaires (0,5 ETP sur 1 an). Pour cette étude de faisabilité, le CNC de référence étalonné à TROPOS en Allemagne sera utilisé.

- (ii) La réalisation du banc d'étalonnage dédié au raccordement des CNC des AASQA : Achat des sous-éléments nécessaires au montage du banc d'étalonnage optimisé. Un budget d'investissement compris entre 100 k€ et 200 k€ est à considérer en fonction des choix techniques. A cela doit s'ajouter des moyens humains (1 ETP sur 2 ans) pour monter, développer et valider le banc d'étalonnage, ainsi que pour rédiger les procédures techniques et les fonds de calcul.

Une fois ces phases de développement abouties, il conviendra également d'allouer des ressources humaines pérennes à déterminer pour les activités d'étalonnage des CNC en routine.

En parallèle, il peut être envisageable d'utiliser un CNC de référence étalonné selon la procédure présentée dans ce rapport via un banc d'étalonnage déjà existant (à l'instar de TROPOS). Cela permettrait de réaliser des mesures sur site en conditions réelles (air ambiant) et donc de valider les mesures du CNC à vérifier avec celles du CNC de référence (à noter que la TS16976 dans sa version actuelle ne définit pas les critères d'un CNC de référence).

8. CONCLUSIONS

La stratégie de surveillance nationale de PNC développée par le LCSQA se situe dans une approche impliquant l'utilisation de Compteurs à Noyaux de Condensation (CNC). Ce nouveau parc analytique de CNC sera déployé et contrôlé périodiquement en accord avec la méthode normalisée décrite au sein de la spécification technique XP CEN/TS 16976:2016 « Air ambiant - Détermination de la concentration en nombre de particules de l'aérosol atmosphérique » faisant appel à la procédure de la norme ISO 27891:2015 « Concentration particulaire en nombre - Étalonnage de compteurs de particules d'aérosol à condensation ».

Dans ce cadre, une activité d'étalonnage des CNC des AASQA est à prévoir au sein du LCSQA. Ce rapport présente ainsi la procédure d'étalonnage des CNC en accord avec le cadre normatif précité et le cahier des charges technique, financier et humain dédié à la construction d'un banc national d'étalonnage des CNC au sein du LCSQA.

Dans un premier temps, une étude de faisabilité pourrait être envisagée en utilisant certains équipements déjà présents au LCSQA afin d'initier la démarche de développement d'un banc d'étalonnage en y associant des moyens humains nécessaires (0,5 ETP sur 1 an).

Au terme de cette étape et au vu du nombre de CNC à étalonner, il sera nécessaire que le LCSQA s'équipe des instruments décrits dans le présent document afin de disposer d'un banc d'étalonnage optimisé et dédié aux raccordements de CNC de manière pérenne. Concernant l'aspect financier, un budget de l'ordre de 100 à 200k€ a été identifié en termes d'investissements pour disposer d'un tel banc dédié à cette activité au sein du LCSQA. Il

sera également nécessaire d'allouer des moyens humains, à savoir 1 ETP sur 2 ans, afin de monter, développer et valider le banc d'étalonnage. Une fois ces phases de développement abouties, il conviendra d'allouer des ressources humaines pérennes à déterminer pour les activités d'étalonnage des CNC en routine.

En parallèle, il peut être envisageable d'utiliser un CNC de référence étalonné selon la procédure présentée dans ce rapport via un banc d'étalonnage déjà existant (à l'instar de TROPOS). Cela permettrait de réaliser des mesures sur site en conditions réelles (air ambiant) et donc de valider les mesures du CNC à vérifier avec celles du CNC de référence.

9. REFERENCES

Bartz H., Fissan H., Liu B.Y.H. A new generator for ultrafine aerosols below 10 nm. *Aerosol Sci. Technol.* 1987, 6 pp. 163–171

Chen D.-R., Pui D.Y.H., Kaufman S.L. Electro spraying of conducting liquids for monodisperse aerosol generation in the 4 nm to 1.8 µm diameter range. *J. Aerosol Sci.* 1995, 26 (6) pp. 963–977

Drew R.T., Bernstein D.M., Laskin S. The Laskin aerosol generator. *J. Toxicol. Environ. Health.* 1978, 4 pp. 661–670

Jing L. Standard combustion aerosol generator (SCAG) for calibration purposes. 3rd ETH Workshop "Nanoparticle Measurement", ETH Hönggerberg Zürich, August 1999

LCSQA, 2020, Stratégie de surveillance nationale de la concentration en nombre totale des particules (ultra) fines, <https://www.lcsqa.org/fr/rapport/strategie-de-surveillance-nationale-de-la-concentration-en-nombre-totale-des-particules>

May K.R. The Collison nebulizer: Description, performance and application. *J. Aerosol Sci.* 1973, 4 pp. 235–243

Peineke C., Attoui M.B., Schmitt-Ott A. Using a glowing wire generator for production of charged, uniformly sized nanoparticles at high concentrations. *J. Aerosol Sci.* 2006, 37 pp. 1651–1661

Prodi V. In: Assessment of Airborne Particles, (Mercer T.T., & Morrow P. eds.). W., 1972, pp. 169–81.

Scheibel H.G., & Porstendörfer J. Generation of monodisperse Ag- and NaCl-aerosols with particle diameters between 2 and 300 nm. *J. Aerosol Sci.* 1983, 14 pp. 113–126

VDI 3491 part 4, Particulate matter measurement – Generation of test aerosols. Sinclair-La Mer-Generator. Beuth Verlag, Berlin, Dec. 1980.

Wahl C., Aigner M., Krüger V. Rußgenerator, Vorrichtung und Verfahren zur kontrollierten Erzeugung von Nano-Rußpartikeln, Deutsche Patentanmeldung, Amtl. Aktenzeichen 102 43 307.0 (German patent application)

Yli-Ojanperä J., Mäkelä J.M., Marjamäki M., Rostedt A., Keskinen J. Towards traceable particle number concentration standard: Single charged aerosol reference (SCAR). *J. Aerosol Sci.*2010, 41 pp. 719–728



direction et secrétariat du LCSQA

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