



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



### MISE A DISPOSITION EN RESEAU DE MOYENS DE CONTROLE DES MESURES DES PARTICULES EN SUSPENSION

**François MATHE**

avec la collaboration technique de  
**Benoît HERBIN et Emmanuel TISON**

**Novembre 2006**





## PREAMBULE

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

**Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué de laboratoires de l'Ecole des Mines de Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches finalisées à la demande du Ministère chargé de l'environnement, sous la coordination technique de l'ADEME et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par la Direction des Préventions des Pollutions et des Risques du Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique aux AASQA.**

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

**ECOLE DES MINES DE DOUAI**

**DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT**

**MISE A DISPOSITION EN RESEAU DE MOYENS  
D'INTERCOMPARAISON DES MESURES DES  
PARTICULES EN SUSPENSION**

**CONVENTION : 000070**

**François MATHE  
avec la collaboration technique de  
Benoît HERBIN et Emmanuel TISON  
Novembre 2006**

## Résumé de l'étude EMD 2006

# MISE A DISPOSITION DE MOYENS D'INTERCOMPARAISON DES MESURES DANS LES RESEAUX FRANÇAIS

François MATHE

mathe@ensm-douai.fr - tél : 03 27 71 26 10

### 1. Présentation des travaux

Les objectifs de la mise à disposition par l'Ecole des Mines de Douai (EMD) de moyens d'intercomparaison de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants:

- fournir aux réseaux de mesure de la qualité de l'air un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, la constante d'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- vérifier la conformité du débit d'aspiration de l'appareil par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude).
- tester la linéarité de la microbalance dans les conditions les plus réalistes possibles, à savoir dans une gamme de masses correspondant à l'empoussièrement usuel observé sur un site de mesure

### 2. Principaux résultats obtenus

La mise à disposition des cales étalon pour vérification du bon réglage des microbalances TEOM sur site met en évidence le comportement correct de l'ensemble des appareils contrôlés.

Concernant le contrôle de la constante d'étalonnage de la microbalance, la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,13 et 1,95 % (soit une moyenne  $\pm$  écart-type de  $1,09 \pm 0,44\%$ ). L'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre +2,42 et -3,64 % pour 130 appareils contrôlés (soit environ 34% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure).

Le respect de la consigne pour le débit de prélèvement est également constaté (moyenne de valeur absolue d'écart de  $1,50 \pm 1,07$  pour 73 appareils vérifiés (soit environ 19% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure)).

Le contrôle de la linéarité montre l'excellent comportement de la microbalance sur ce paramètre : le coefficient de détermination  $R^2$  moyen varie de 0,9994 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine moyennes de la droite de régression varient respectivement de 0,986 à 1,011 et de - 428 à + 2. 90 TEOM ont été contrôlés sur ce paramètre (soit environ 23% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure).

Le comportement de la « chaîne de contrôle » mise en place par l'EMD peut être qualifié de satisfaisant. Son principe peut donc inspirer la future chaîne d'étalonnage pour le polluant  $PM_{10}$  par microbalance TEOM et les résultats obtenus (sur les paramètres débit de prélèvement, étalonnage et linéarité) sont utilisables dans le cadre d'une estimation de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil.



# SOMMAIRE

<b>1. INTRODUCTION .....</b>	<b>4</b>
<b>2. MOYENS MIS EN OEUVRE .....</b>	<b>4</b>
<b>3. RESULTATS .....</b>	<b>5</b>
3.1 VERIFICATION DU DEBIT DE PRELEVEMENT .....	5
3.2 VERIFICATION DE LA CONSTANTE D'ETALONNAGE DE MICROBALANCE.....	8
3.3 CONTROLE DE LA LINEARITE DE MICROBALANCE .....	9
<b>4. CONCLUSION.....</b>	<b>17</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>18</b>

## 1. INTRODUCTION

Les objectifs de la mise à disposition par l'Ecole des Mines de Douai (EMD) de moyens d'intercomparaison de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants:

- fournir aux réseaux de mesure de la qualité de l'air un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, l'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- vérifier les caractéristiques métrologiques suivantes (justesse de l'étalonnage, linéarité et débit de prélèvement de l'appareil) par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude).

## 2. MOYENS MIS EN OEUVRE

Dans le domaine de la mesure des particules en suspension, le LCSQA effectue depuis la fin de l'année 2000 une mise à disposition de moyens d'intercomparaison pour les microbalances TEOM.

L'objectif principal est de contrôler sur site, avec un matériel adéquat, le débit de prélèvement, l'étalonnage correct ou la linéarité des TEOM.

La chaîne d'intercomparaison est décrite par le tableau I:

**Tableau I. Chaîne d'intercomparaison pour le contrôle de la microbalance R&P TEOM**

Raccordement à la référence nationale BNM-COFRAC par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité (agrément n°2.47)	
<b>Etalon de Transfert Et Etalon de référence de l'EMD</b>	Série de 8 masses raccordée 2 fois par an Entre 10 et 500 mg
	Balance dédiée Marque METTLER TOLEDO type AG245
<b>Dispositif de transfert entre l'EMD  et les AASQA</b>	<u>Contrôle de la constante d'étalonnage :</u> "filtre" de masse connue et raccordée à chaque passage en réseau $M_{\text{filtre}} \approx 100 \text{ mg}$
	<u>Contrôle de la linéarité de microbalance :</u> Série de 3 "filtres" de masse connue et raccordées à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 95 \text{ à } 105 \text{ mg}$

Une procédure spécifique d'utilisation de la cale étalon pour le contrôle de l'étalonnage, de contrôle des débits de la microbalance ou de la vérification de la linéarité de l'appareil est fournie avec le matériel de mise en œuvre aux réseaux de surveillance.

Chaque cale étalon est accompagnée d'un certificat d'étalonnage. Concernant le contrôle de débit, l'AASQA utilise ses propres moyens de mesure de débit (ex : débitmètre volumique à piston marque BIOS type DRYCAL).

Le principe général de la comparaison est le suivant :

- ❶ Détermination de la masse  $m_0$  de la cale étalon pour TEOM au laboratoire de l'EMD
- ❷ Transmission de la cale étalon à l'AASQA avec communication de la masse  $m_0$  correspondante
- ❸ Utilisation par l'AASQA sur ses appareils (détermination de la constante de réglage  $K_0$ )
- ❹ Calcul de l'écart relatif  $\frac{K_{0\text{ station}} - K_{0\text{ calcul}}}{K_{0\text{ station}}} \times 100$  entre les constantes  $K_{0\text{ station}}$  effectivement utilisée dans l'appareil et  $K_{0\text{ calcul}}$  calculée lors de l'utilisation de la cale de l'EMD
- ❺ Au retour au laboratoire de l'EMD, vérification de la masse  $m_0$  de la cale étalon pour TEOM pour confirmation de la valeur communiquée à l'AASQA (tout écart jugé anormal invalide les manipulations)
- ❻ Concernant le débit, l'écart relatif  $\frac{D_0 - D_{\text{mesure}}}{D_0} \times 100$  entre la consigne  $D_0$  de fonctionnement correct ( $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ) et le débit  $D_{\text{mesure}}$  effectivement mesuré par le réseau (avec ses propres moyens de contrôle) est calculé.
- ❼ Concernant la linéarité, 3 cales étalons sont fournies. L'objectif est de mesurer la masse de chaque cale à l'aide de la microbalance configurée spécifiquement à cet usage (lecture directe de la masse de la cale). Le zéro « vivant » de l'appareil est relevé entre les mesures sur cale.
- ❽ Sur la base des résultats des 3 cales et du zéro « vivant », les paramètres de la droite de régression linéaire « Masse mesurée = f(Masse réelle) » sont calculés (coefficient de détermination, pente et ordonnée à l'origine)

### 3. RESULTATS

Suite aux courriers de proposition de mise à disposition des cales étalon transmis aux AASQA à la fin de l'année 2005 et en cours d'année 2006, les AASQA désirant recevoir une cale étalon ou un ensemble de vérification de linéarité précisent leurs souhaits quant à la date de mise à disposition du matériel. Le planning de mise à disposition en figure 1 représente l'ensemble des mises à disposition effectuées pour l'année 2006. Compte tenu de l'ampleur des manipulations et des résultats satisfaisants obtenus les années précédentes, certaines AASQA ont reporté leur demande de mise à disposition à l'année prochaine. Il est à noter que dans certains cas, les résultats ne sont pas systématiquement renvoyés avec le matériel mis à disposition ou la mise à disposition est en cours.

#### 3.1 VERIFICATION DU DEBIT DE PRELEVEMENT

S'agissant du contrôle des débits de la microbalance, le tableau II résume les résultats obtenus. La vérification du débit peut se faire de plusieurs façons mais peut présenter des difficultés techniques (mesure en tête de ligne nécessitant un accès sur toit de station parfois délicat, mesure en façade arrière de microbalance nécessitant un démontage parfois peu aisé en station à espace réduit). Pour l'année 2006, 10 AASQA ont effectivement contrôlé le débit des microbalances selon l'une des 2 procédures conseillées par l'EMD, pour un total de 73 appareils (soit 19 % du parc de microbalances actuellement en station de mesure fixe).

Pour mémoire, le parc de microbalances TEOM se répartit de la manière suivante :

- 498 TEOM (436 en  $\text{PM}_{10}$  et 62 en  $\text{PM}_{2.5}$ ) dont 386 en station de mesure fixe
- 17 TEOM-FDMS  $\text{PM}_{10}$  (pour le moment non concernés par le contrôle de débit, le protocole actuel n'étant pas adapté au principe de mesure de ce type d'appareil)

	JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
1		5	9	13	18	22	26	31	35	39	44	48
2				14			27			40		
3	1			Atmo Auvergne	Atmos'air BCN							
4				Atmo NPdC LM					36	AAPS		49
5						23						
6		6	10								45	
7						Asquadra		32	Aspa			
8					19	AIRFOBEP			Atmo Picardie			
9	2									41		
10				15			28					
11												
12						24			37			50
13		7	11								46	
14												
15					20			33				
16	3		Arpam							42		
17	Air Normand R									AIR PL		
18	Air Normand LH						29	Espol				
19				16				Atmo PC	38			51
20		8	12			25					47	
21		AAPS							34	ORAMIP		
22		Airparif			21					AAPS		
23	4	Atmos'air BS									43	
24		Espol		17								
25		ORA Réunion					30					
26									39			52
27		9	13			26			Airlor	ASQUADRA		
28									Espol		48	
29			Airaq									
30	5									44		
31							31					

 jours d'indisponibilités de l'EMD

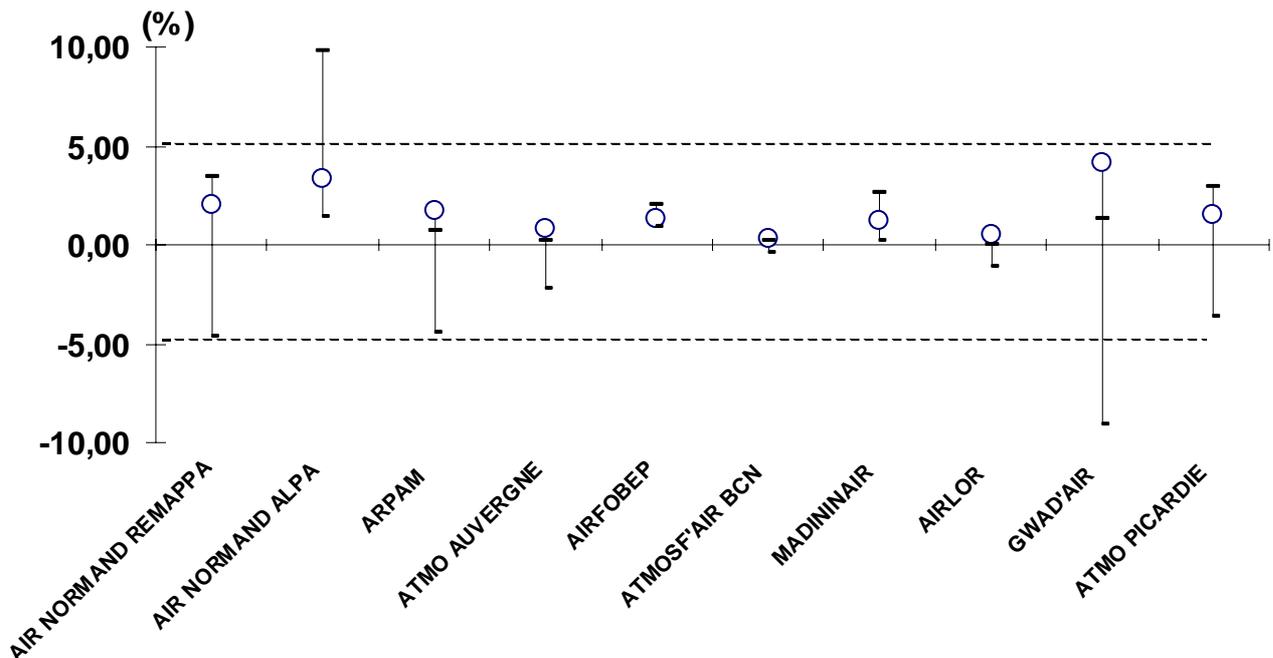
Figure 1. Planning 2006 de mise à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM

Le tableau II et le graphe 1 résument les résultats obtenus :

Tableau II: Résultats (au 30/11/06) des contrôles du débit principal des microbalances TEOM

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
AIR NORMAND Rouen	9	2,03	1,32	3,48	-4,62
AIR NORMAND Le Havre	10	1,58	1,55	9,78	1,38
ARPAM	3	1,72	1,95	0,72	-4,45
ATMO Auvergne	10	0,73	0,23	0,18	-2,22
AIRFOBEP	3	1,34	0,57	1,98	0,90
ATMOSF'AIR Bourgogne Centre Nord	6	0,26	0,11	0,18	-0,42
MADININAIR	8	1,23	0,89	2,58	0,18
AIRLOR	9	0,55	0,33	0,00	-1,08
GWAD'AIR	3	4,10	3,56	1,32	-9,12
ATMO Picardie	12	1,49	0,73	2,88	-3,66

Ces résultats montrent le respect du réglage du débit sur les analyseurs contrôlés sur site. Rappelons qu'il doit être fixé à  $16,67 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  pour assurer la coupure à  $10 \mu\text{m}$  par la tête de prélèvement et que le contrôle de ce paramètre n'est pas aisé selon la configuration de la station. La moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,26 et 4,10% (soit une moyenne  $\pm$  écart-type de  $1,50 \pm 1,07\%$ ), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est comprise entre  $\pm 10\%$ .



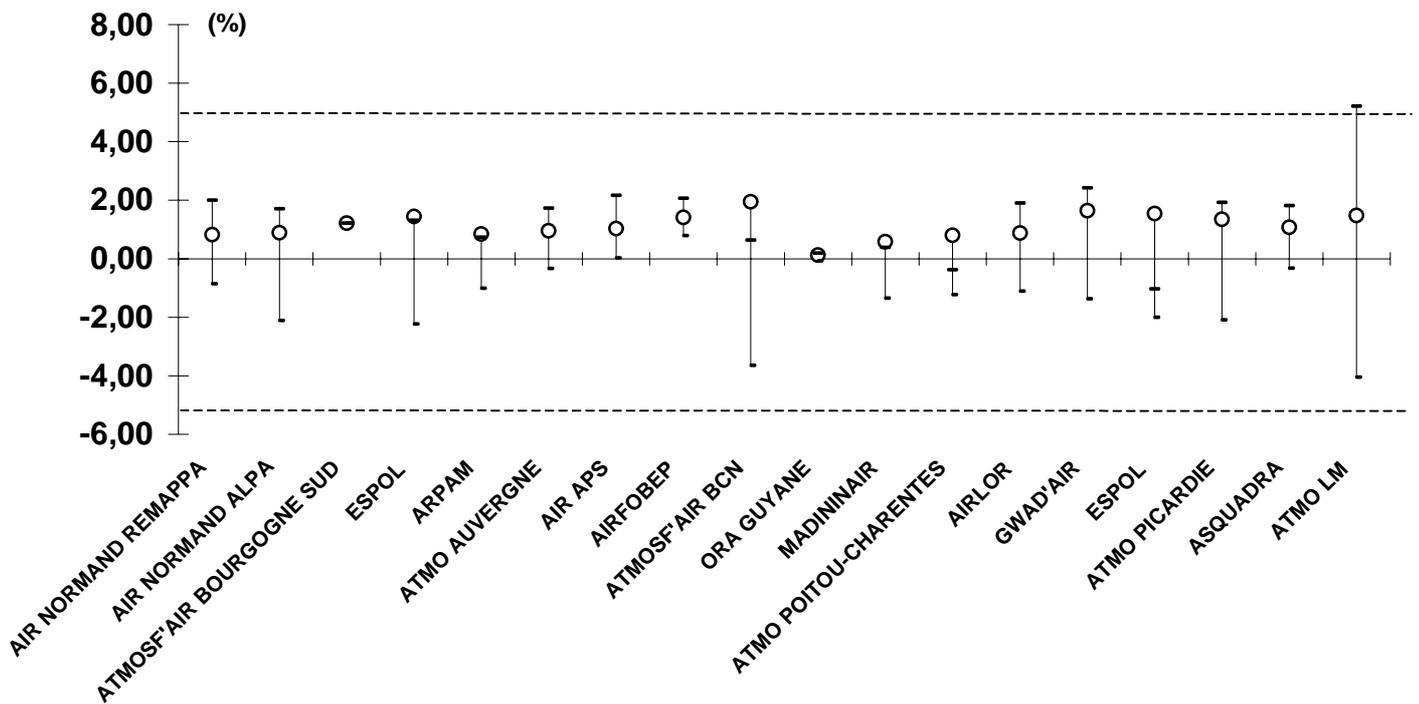
Graphe 1: Evolution de l'écart moyen et des extréma constatés en AASQA (vérification du débit de prélèvement du TEOM)

### 3.2 VERIFICATION DE LA CONSTANTE D'ETALONNAGE DE MICROBALANCE

Les résultats obtenus sont satisfaisants : la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,13 et 1,95% (soit une moyenne  $\pm$  écart-type de  $1,09 \pm 0,44\%$ ), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre + 2,42 et - 3,64% (si on exclue les résultats de l'AASQA pour laquelle l'étendue la plus importante a été observée, à savoir de + 5,22 à -4,05%). 130 appareils de 18 AASQA ont été contrôlés (soit environ 34 % du parc de microbalances actuellement en station de mesure fixe). Le tableau III et le graphe 2 résument les résultats obtenus.

Tableau III. Résultats (au 30/11/06) des mises à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM (contrôle de la constante d'étalonnage)

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
Air Normand Rouen	9	0,83	0,53	2,01	-0,86
Air Normand Le Havre	16	0,89	0,62	1,71	-2,12
Atmosf'Air Bourgogne Sud	1	1,22	0,00	1,22	1,22
ESPOL	3	1,45	1,10	1,32	-2,23
ARPAM	3	0,85	0,11	0,74	-1,01
Atmo Auvergne	10	0,71	0,48	1,73	-0,33
Air Ain Pays Savoie	16	1,03	0,53	2,17	0,03
AIRFOBEP	3	1,42	0,52	2,07	0,79
Atmosf'Air Bourgogne Centre Nord	6	1,95	1,14	0,64	-3,64
ORA Guyane	2	0,13	0,06	0,19	-0,07
MADININAIR	7	0,58	0,41	0,39	-1,35
Atmo Poitou Charentes	2	0,80	0,43	-0,37	-1,23
AIRLOR	11	0,75	0,54	1,91	-1,11
GWAD'AIR	3	1,64	0,56	2,42	-1,37
ESPOL	6	1,37	0,72	1,32	-2,23
Atmo Picardie	9	1,35	0,50	1,93	-2,09
ASQUADRA	2	1,07	0,75	1,82	-0,33
Atmo Nord Pas de Calais	21	1,51	1,22	5,22	-4,05



Graph 2: Evolution de la moyenne de la valeur absolue de l'écart et des extréma constatés en AASQA (vérification de la constante d'étalonnage de microbalance)

### 3.3 CONTROLE DE LA LINEARITE DE MICROBALANCE

L'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse correspondant à une masse accumulée de particules PM<sub>10</sub> sur un filtre de collecte de microbalance de 10 mg. Pour vérifier cette caractéristique, la microbalance est configurée dans un mode de fonctionnement spécifique, permettant de changer l'appareil en une balance classique. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse d'un filtre vierge et de la comparer à la masse affichée sur le certificat d'étalonnage du filtre fourni. Pour des raisons pratiques, le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro).

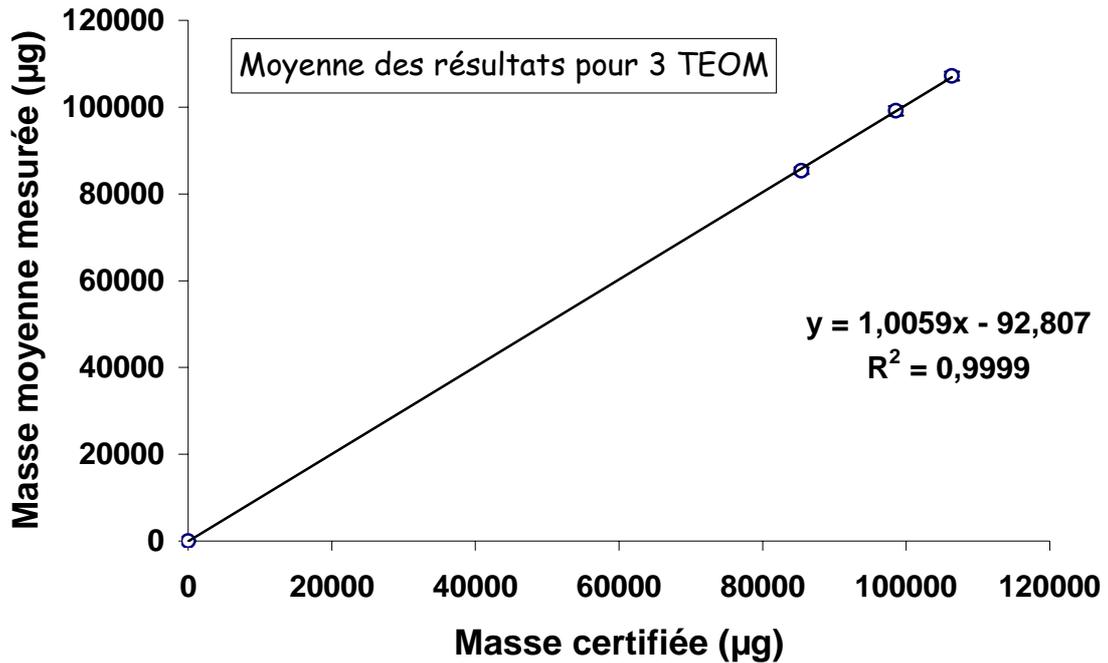
Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par l'EMD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (1999). Ces spécifications sont rappelées dans le tableau IV :

Tableau IV. Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de TEOM

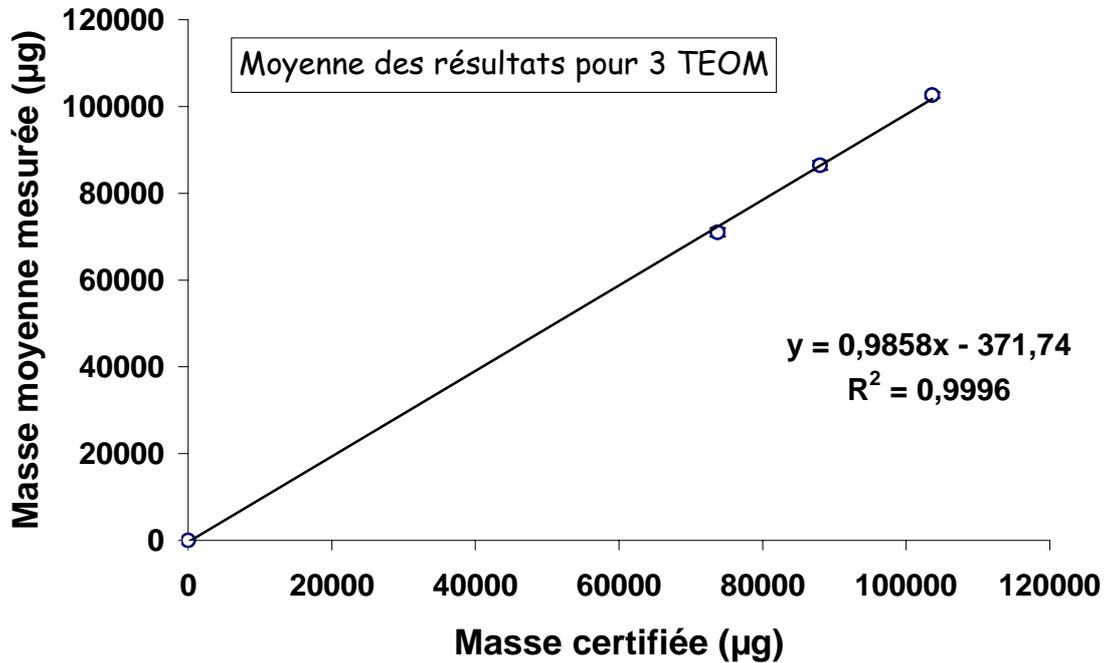
Critères statistiques EMD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de détermination	R <sup>2</sup> ≥ 0,98
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	- 500 (*) ≤ Ordonnée à l'origine ≤ + 50
Pente de la droite de régression	0,98 ≤ pente ≤ 1,02

(\*) : la valeur de 500 µg correspond à environ 0,5% de la moyenne des masses des 3 filtres étalon constituant le kit de vérification de linéarité fourni à l'AASQA.

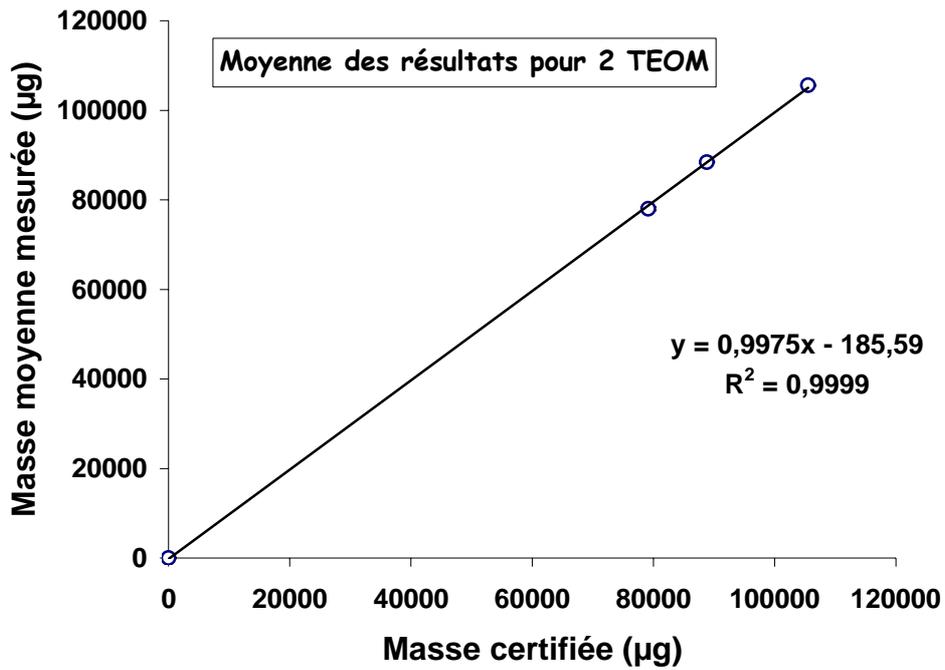
Les résultats des 13 AASQA ayant effectué ce contrôle sont rassemblés en annexe et résumés dans les graphes 3 à 19 :



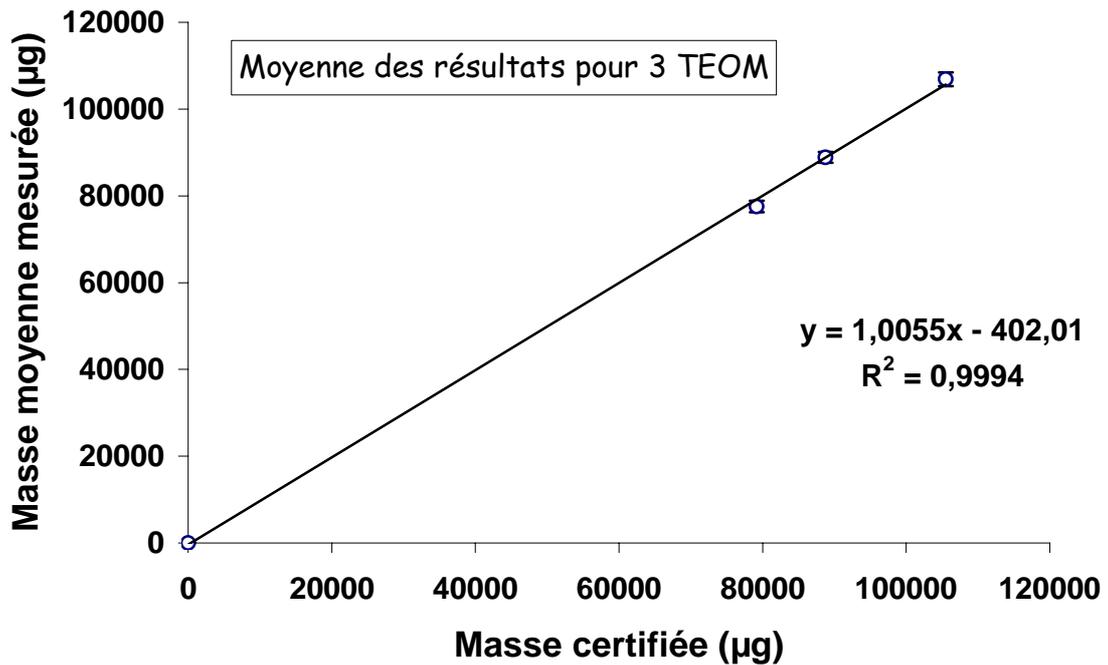
Graphe 3: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA ESPOL



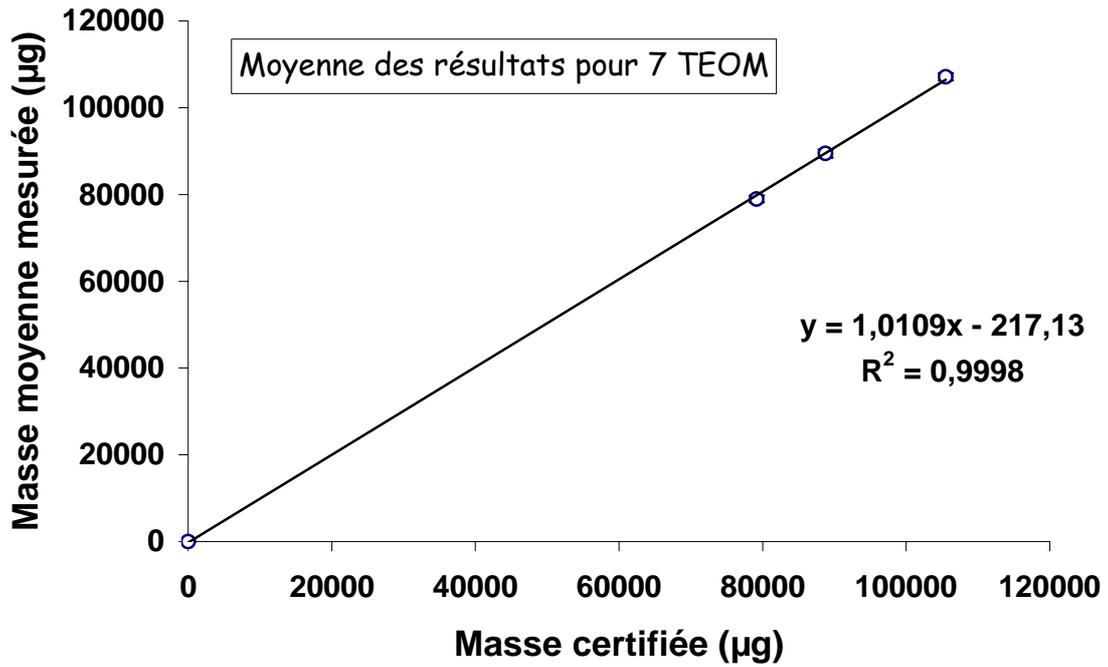
Graphe 4: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA AIRFOBEP



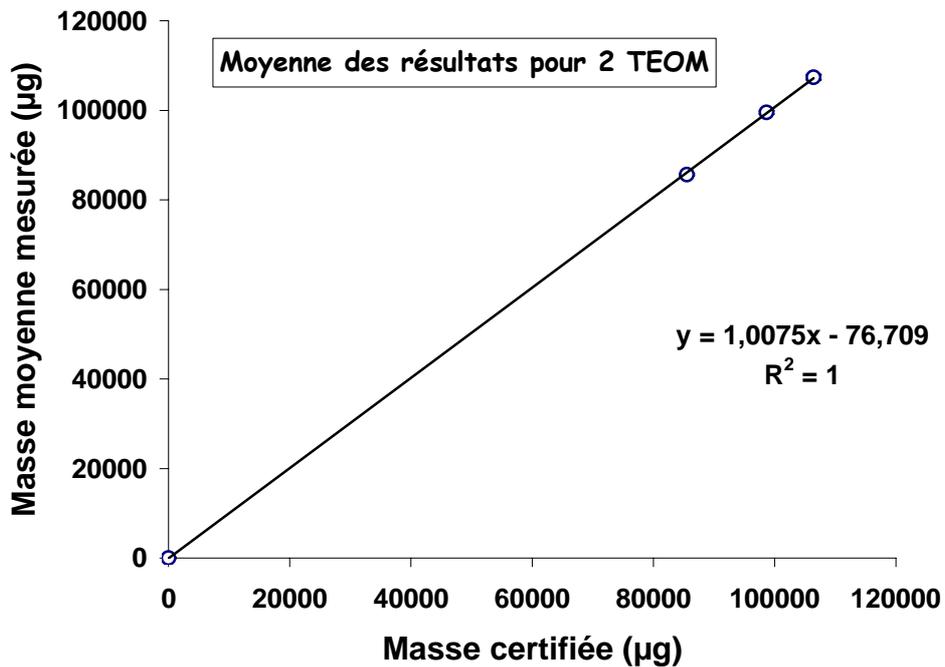
Graph 5: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA ORA Guyane



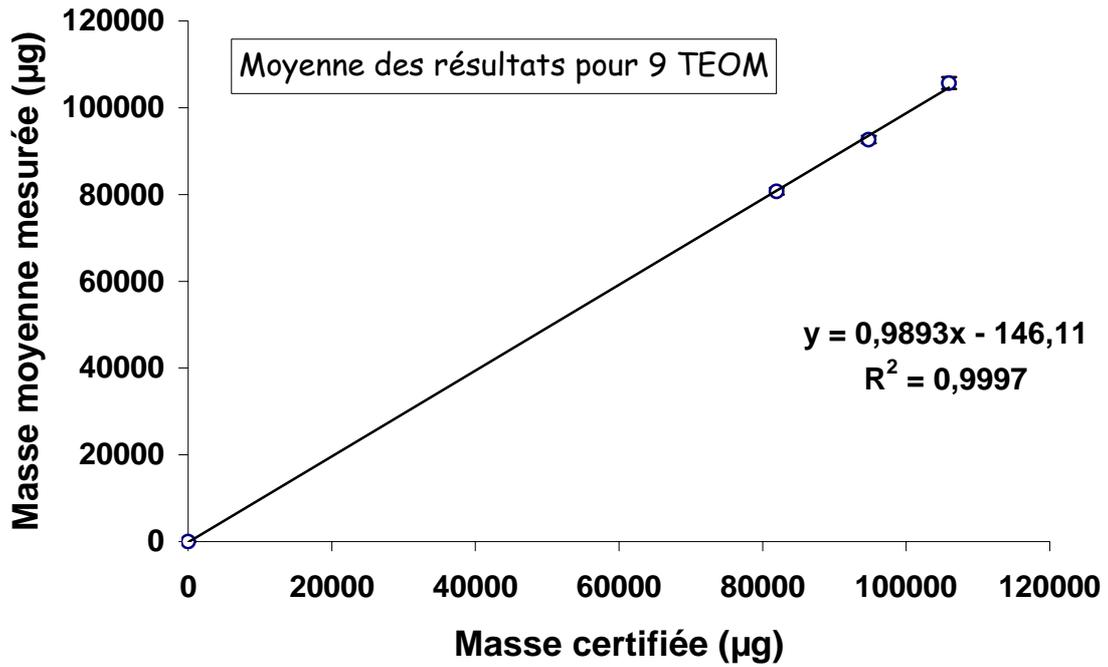
Graph 6: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA GWAD'AIR



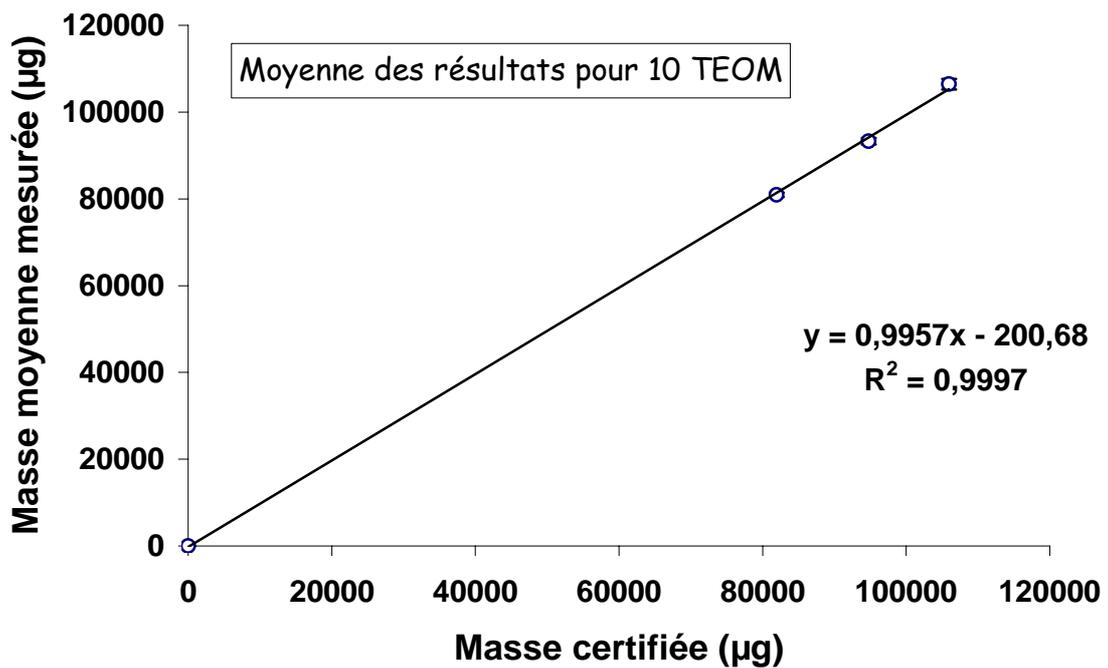
Graph 7: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Madinair



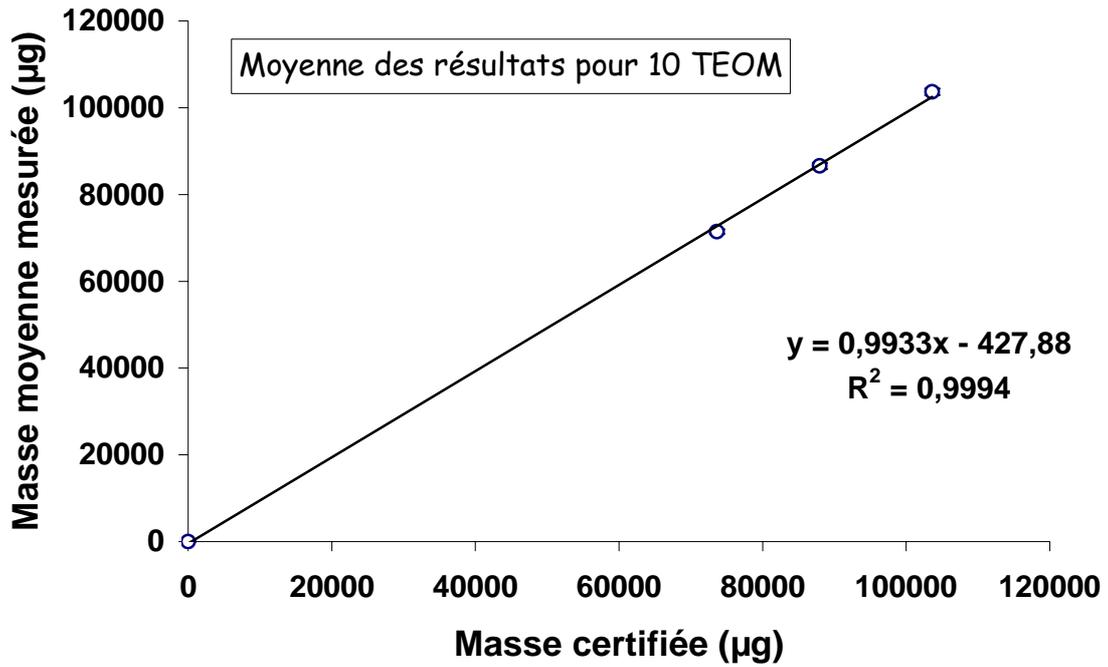
Graph 8: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Atmo Poitou Charentes



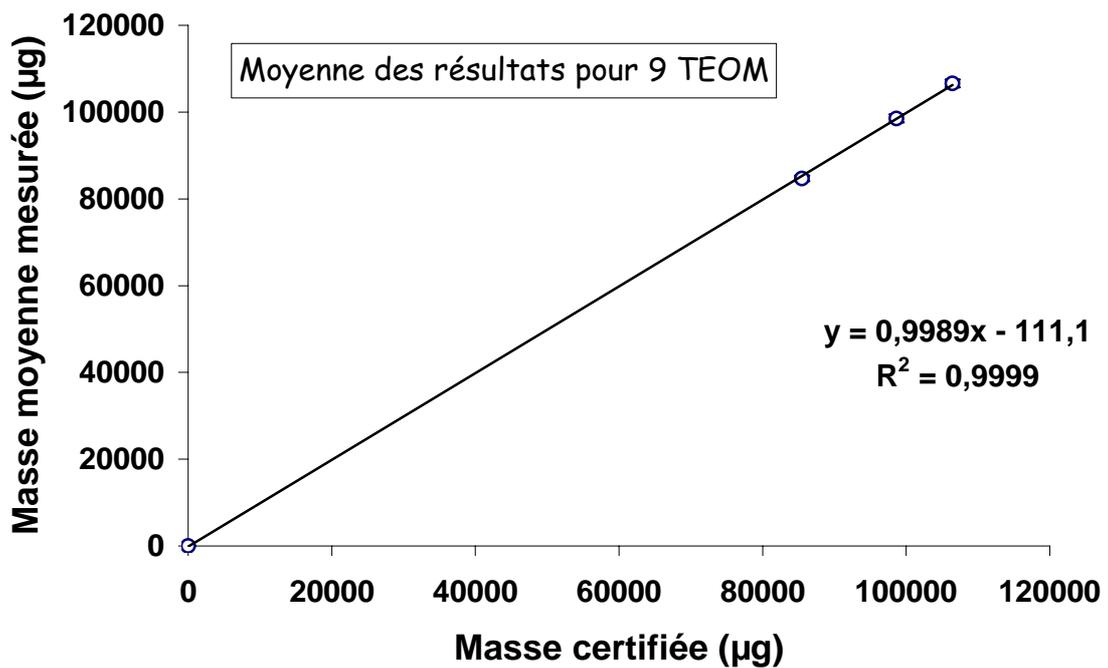
Graph 9: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Air Normand Rouen



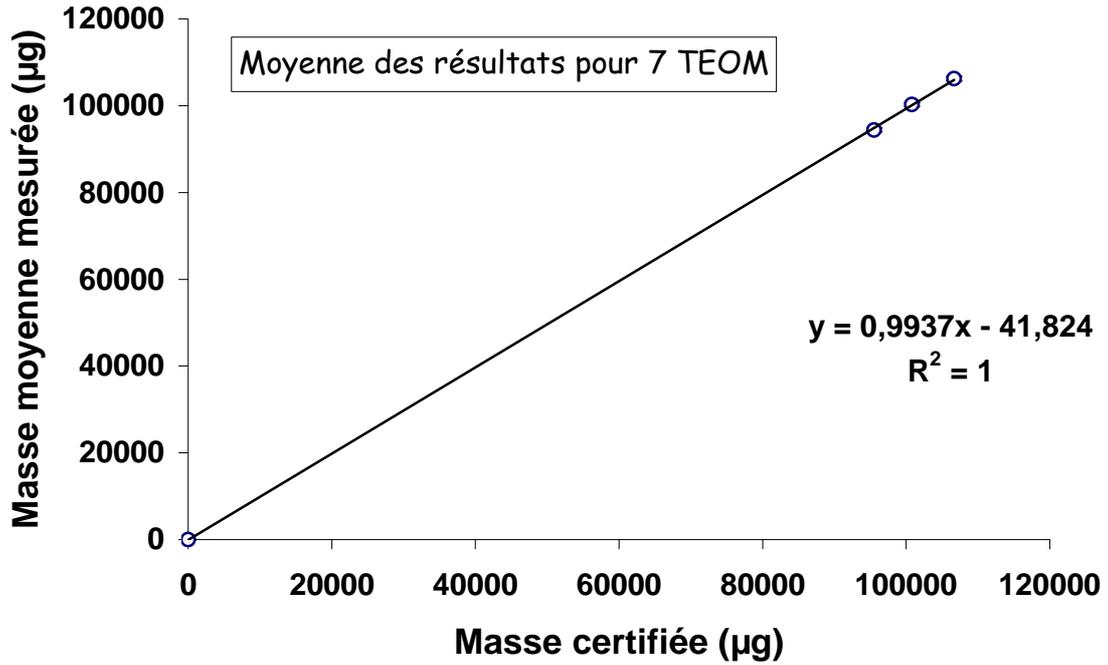
Graph 10: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Air Normand Le Havre



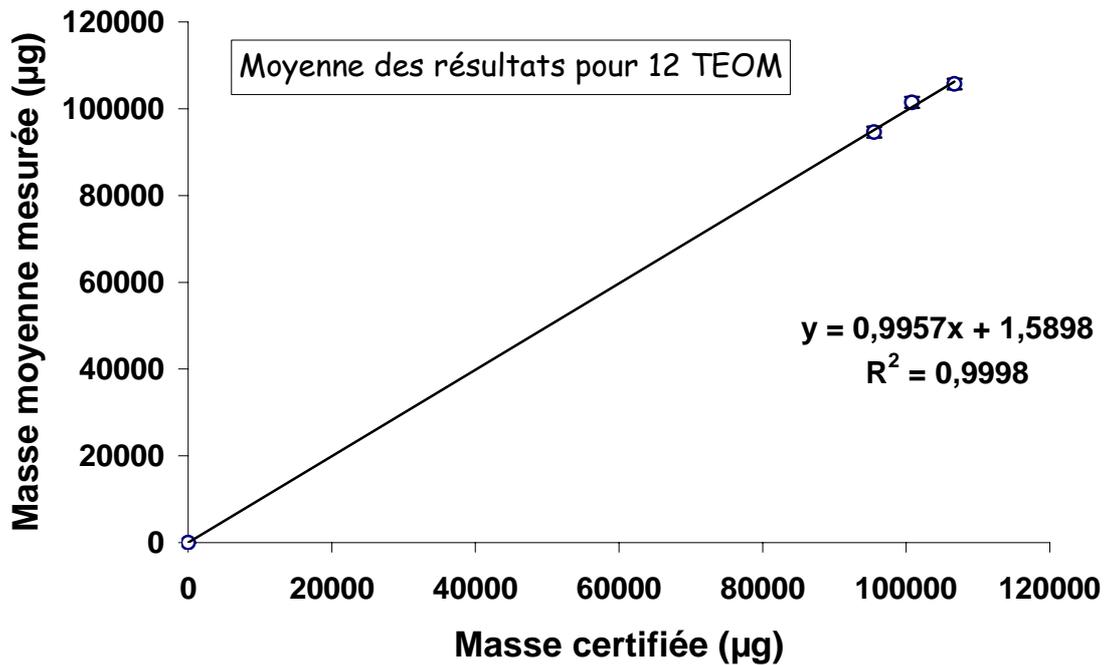
Graph 11: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Atmo Auvergne



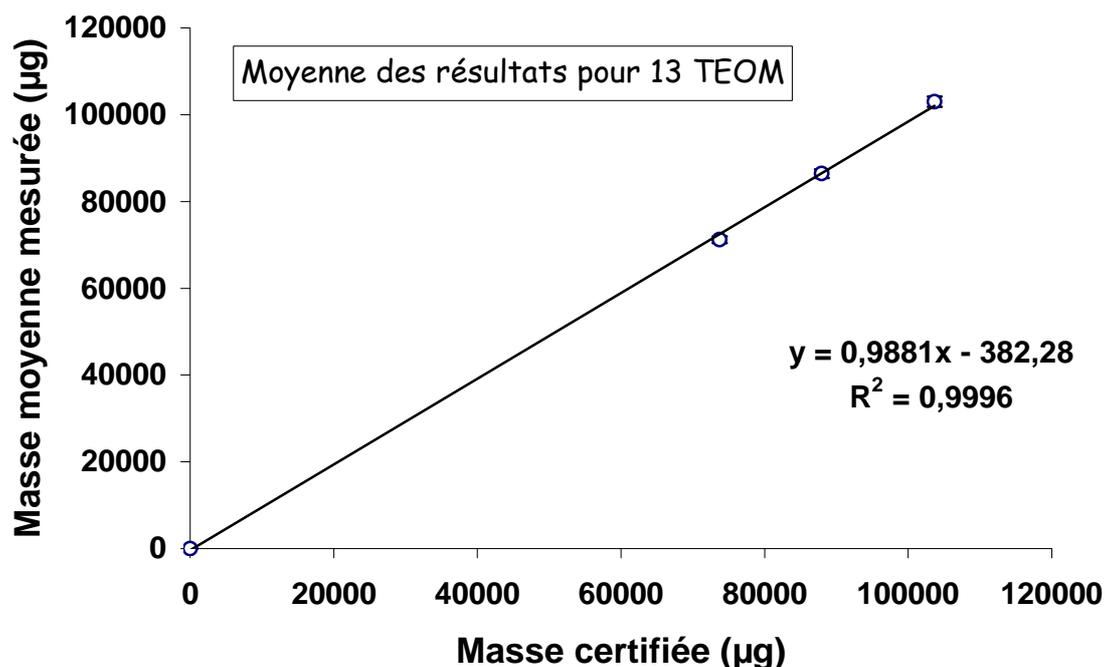
Graph 12: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Airlor



Graph 13: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Air Pays de Loire



Graph 14: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Atmo Picardie



Graphe 15: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA ASPA

Les résultats montrent l'excellent comportement de la microbalance sur cette source d'incertitude: le coefficient de détermination  $R^2$  varie de 0,9994 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,986 à 1,011 et de - 428 à + 2. Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par l'EMD ont été respectées. 90 TEOM ont été contrôlés sur ce paramètre (soit environ 23 % du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure fixe).

## 4. CONCLUSION

En conclusion, la mise à disposition des cales étalon pour vérification du bon réglage des microbalances TEOM sur site met en évidence l'étalonnage correct de l'ensemble des appareils contrôlés ainsi que le bon ajustage du débit de prélèvement.

Le comportement de la « chaîne de contrôle » mise en place par l'EMD est pour l'instant satisfaisant. Son « architecture » peut donc inspirer la future chaîne d'étalonnage pour le polluant  $PM_{10}$ : selon un schéma similaire à celui de la chaîne nationale d'étalonnage à 3 niveaux pour les polluants atmosphériques  $SO_2$ ,  $NO/NO_x$ ,  $CO$  et  $O_3$  :

- Utilisation d'un outil de référence au laboratoire de niveau 2 (balance de référence raccordée à la référence nationale BNM-COFRAC – niveau 1 – par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité, selon une périodicité appropriée d'une année par exemple)
- Transfert au niveau 3 (en station) via un dispositif portable (cale étalon ou autre), selon une périodicité appropriée (entre 6 et 12 mois par exemple)
- Contrôle des débits de prélèvement avec des outils appropriés selon une périodicité appropriée. Compte tenu de l'importance de ce paramètre, cette périodicité devrait être dans un premier temps de 3 mois puis pourra être étendue entre 6 et 12 mois par exemple). Il est à noter que le raccordement de ces outils à la référence nationale BNM-COFRAC en débitmétrie sera alors nécessaire, selon le principe actuel (raccordement direct entre les niveaux 1 et 3)

Notre procédure ne prétend pas être la solution en matière de chaîne d'étalonnage.

Son application a pour objectif de mettre en évidence un appareil douteux parmi un ensemble d'analyseurs. Dans le cadre de la chaîne d'étalonnage nationale, elle pourrait être utilisée comme moyen de contrôle transversal de la qualité de cette chaîne ou du moins comme une source de données pour l'estimation de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil.

## ANNEXES

**Annexe n°1 : Document de référence de l'étude**

**Annexe n°2 : Tableaux de résultats de contrôle de linéarité de microbalances à variation de fréquence TEOM Marque Rupprecht & Pataschnik Type 1400 AB**

**ANNEXE n°1**

**DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE**

## **Assurance qualité**

### **ETUDE N°6 : MISE A DISPOSITION EN RESEAU DE MOYENS DE CONTROLE DES MESURES DES PARTICULES EN SUSPENSION**

*EMD*

#### **OBJECTIFS**

- Contrôle sur site de l'étalonnage des analyseurs de particules en suspension dans l'air ambiant R&P TEOM (microbalance à variation de fréquence),
- Vérification des conditions de fonctionnement des microbalances TEOM dans les réseaux à partir d'une référence commune (constante d'étalonnage, linéarité)
- Apport scientifique et technique à la mise en place d'une chaîne d'étalonnage nationale pour le polluant « particules »

#### **CONTEXTE & TRAVAUX EN COURS**

Actuellement, la chaîne d'étalonnage nationale ne concerne que les polluants atmosphériques gazeux (SO<sub>2</sub>, NO, NO<sub>2</sub>, CO et O<sub>3</sub>). Dans l'attente de l'intégration du polluant « Particules en suspension » dans la chaîne, une mise à disposition de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs sur site est assurée. Ces dispositifs de transfert consistent en des cales étalon pour les microbalances à variation de fréquence permettant aux réseaux de vérifier l'étalonnage correct de leurs appareils et une vérification de leur linéarité directement en station de mesure. Une procédure de contrôle de la conformité des débits de prélèvement accompagne également les dispositifs, permettant de vérifier le respect des consignes de prélèvement. Pour l'année 2005, 11 AASQA ont été pourvues en moyens de contrôle. Chaque année, un rapport d'étude rassemble les résultats obtenus.

#### **TRAVAUX PROPOSES**

Continuation des travaux en cours : dans la mesure où toutes les AASQA sont reliées à la chaîne d'étalonnage pour les polluants SO<sub>2</sub>, NO, NO<sub>2</sub>, CO et O<sub>3</sub>, nous proposons de continuer la mise à disposition de moyens de contrôle des mesures pour les analyseurs de particules en suspension dans l'air ambiant. Cette mise à disposition constitue la seule preuve de traçabilité de ces mesures non normalisées à un étalon national, grâce à un raccordement à la référence nationale BNM-COFRAC par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité.

#### **COLLABORATIONS**

- Laboratoire National d'Essais
- Réseaux de surveillance de la qualité de l'air

#### **DUREE DES TRAVAUX**

Les travaux des opérations « inter-régionales » pilotes, l'extension de la chaîne d'étalonnage nationale ainsi que les travaux du LCSQA-LNE relatifs à la mise au point d'un dispositif d'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en suspension peuvent influencer cette partie de nos activités. Cette activité reste donc provisoire jusqu'à l'intégration de ce polluant dans l'ensemble des chaînes nationales d'étalonnage.

#### **PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX**

- 130 h ingénieur : F. MATHE (coordinateur)
- 140 h technicien: B. HERBIN

**ANNEXE n°2**

**Tableaux de résultats de contrôle de linéarité de microbalances à variation de fréquence  
TEOM Marque Rupprecht & Pataschnik Type 1400 AB**

Résultats d'ESPOL

TEOM n°	1	2	3
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00		
Réf <sub>1</sub> (µg)	85420		
Réf <sub>2</sub> (µg)	98540		
Réf <sub>3</sub> (µg)	106340		
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	<b>0,01</b>	<b>-0,07</b>	<b>0,00</b>
M <sub>1</sub> (µg)	85446	84519	85994
M <sub>2</sub> (µg)	98589	98503	100340
M <sub>3</sub> (µg)	106693	106526	108339
<b>Critères statistiques EMD:</b> <b>Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>			
R <sup>2</sup> ≥ 0,98	0,9999		
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 93		
<b>0,98 ≤ pente ≤ 1,02</b>	1,0059		

Résultats d'AIRFOBEP

TEOM n°	1	2	3
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00		
Réf <sub>1</sub> (µg)	73740		
Réf <sub>2</sub> (µg)	87990		
Réf <sub>3</sub> (µg)	103630		
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	<b>-0,01</b>	<b>0,01</b>	<b>0,00</b>
M <sub>1</sub> (µg)	71571	71479	69881
M <sub>2</sub> (µg)	87507	86462	85440
M <sub>3</sub> (µg)	103222	102799	101937
<b>Critères statistiques EMD:</b> <b>Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>			
R <sup>2</sup> ≥ 0,98	0,9996		
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	-372		
<b>0,98 ≤ pente ≤ 1,02</b>	0,9996		

### Résultats de l'ORA Guyane

TEOM n°	1	2
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00	
Réf <sub>1</sub> (µg)	79150	
Réf <sub>2</sub> (µg)	88780	
Réf <sub>3</sub> (µg)	105500	
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	-0,14	-2,11
M <sub>1</sub> (µg)	78235	77737
M <sub>2</sub> (µg)	88516	88357
M <sub>3</sub> (µg)	105505	105655
<b>Critères statistiques EMD:</b>		
<b>Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>		
R <sup>2</sup> ≥ 0,98	0,9999	
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 186	
0,98 ≤ pente ≤ 1,02	0,9975	

### Résultats de GWAD'AIR

TEOM n°	1	2	3
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00		
Réf <sub>1</sub> (µg)	79150		
Réf <sub>2</sub> (µg)	88780		
Réf <sub>3</sub> (µg)	105500		
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	-0,01	0,01	0,00
M <sub>1</sub> (µg)	78041	76080	78574
M <sub>2</sub> (µg)	89677	87463	89516
M <sub>3</sub> (µg)	108204	105127	107305
<b>Critères statistiques EMD:</b>			
<b>Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>			
R <sup>2</sup> ≥ 0,98	0,9994		
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	-402		
0,98 ≤ pente ≤ 1,02	1,0055		

Résultats de MADININAIR

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00						
Réf <sub>1</sub> (µg)	79150						
Réf <sub>2</sub> (µg)	88780						
Réf <sub>3</sub> (µg)	105500						
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	-0,63	-0,35	-0,13	-0,08	-0,01	-0,09	+0,06
M <sub>1</sub> (µg)	78913	78222	78926	78262	78547	79888	80113
M <sub>2</sub> (µg)	89483	88649	89607	88456	88745	90810	90419
M <sub>3</sub> (µg)	106950	106314	107251	106310	106676	108358	107969
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>							
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9998						
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	-217						
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	1,011						

Résultats d'ATMO Poitou Charentes

TEOM n°	1	2
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00	
Réf <sub>1</sub> (µg)	85500	
Réf <sub>2</sub> (µg)	98670	
Réf <sub>3</sub> (µg)	106440	
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	-0,01	-0,03
M <sub>1</sub> (µg)	85753	85466
M <sub>2</sub> (µg)	99253	99777
M <sub>3</sub> (µg)	106970	107757
<b>Critères statistiques EMD:</b>		
<b>Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>		
R <sup>2</sup> ≥ 0,98	1	
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	-77	
0,98 ≤ pente ≤ 1,02	1,0075	

Résultats d'Air Normand Rouen

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00								
Réf <sub>1</sub> (µg)	81950								
Réf <sub>2</sub> (µg)	94770								
Réf <sub>3</sub> (µg)	105940								
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	0,00	-0,03	0,00	0,00	-0,02	-0,03	0,04	0,04	-0,01
M <sub>1</sub> (µg)	80590	80992	79802	80887	79597	80278	81856	80772	81713
M <sub>2</sub> (µg)	92220	92881	91865	92826	91117	92812	93674	92582	93977
M <sub>3</sub> (µg)	104744	105903	104407	106196	103685	105465	107924	105253	107390
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>									
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9997								
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 146								
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9893								

Résultats d' Air Normand Le Havre

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00									
Réf <sub>1</sub> (µg)	81950									
Réf <sub>2</sub> (µg)	94770									
Réf <sub>3</sub> (µg)	105940									
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	-0,11	0,01	-0,11	-0,03	-0,01	-0,04	0,03	-0,16	-0,18	-0,02
M <sub>1</sub> (µg)	80878	81732	81500	80180	80804	80587	80758	81580	80843	80317
M <sub>2</sub> (µg)	93132	94207	93912	92113	93393	93215	93112	94506	92734	92646
M <sub>3</sub> (µg)	107841	107769	107128	105244	106424	105785	105297	108177	105661	105039
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>										
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9997									
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	-201									
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9957									

Résultats d' Atmo Auvergne

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00									
Réf <sub>1</sub> (µg)	73650									
Réf <sub>2</sub> (µg)	87940									
Réf <sub>3</sub> (µg)	103600									
Moyenne M <sub>0</sub> (µg)	-0,13	-0,27	-0,14	0,07	0,04	-0,06	0,03	-0,02	0,00	0,01
M <sub>1</sub> (µg)	72209	71642	71837	71716	71644	71086	70825	70924	70572	71845
M <sub>2</sub> (µg)	87314	87379	86800	87163	86640	86151	85600	86116	85568	87022
M <sub>3</sub> (µg)	104624	104173	103612	104045	103282	104352	102735	103402	102430	104298
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>										
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9994									
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 428									
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9933									

Résultats d' Airlor

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00								
Réf <sub>1</sub> (µg)	85490								
Réf <sub>2</sub> (µg)	98660								
Réf <sub>3</sub> (µg)	106460								
Moyenne M <sub>0</sub> (µg)	0,00	0,00	0,02	0,00	0,03	0,03	0,01	-0,01	0,01
M <sub>1</sub> (µg)	85389	85412	84928	84292	84059	83629	84367	85215	84921
M <sub>2</sub> (µg)	99677	99833	98982	98027	98142	96787	98435	98407	98550
M <sub>3</sub> (µg)	107433	107730	106815	106196	106542	104723	106170	107279	106795
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>									
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9999								
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 111								
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9989								

Résultats d'Air Pays de Loire

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00						
Réf <sub>1</sub> (µg)	95560						
Réf <sub>2</sub> (µg)	100810						
Réf <sub>3</sub> (µg)	106650						
Moyenne M <sub>0</sub> (µg)	0,02	-0,03	0,02	0,15	0,01	0,73	0,01
M <sub>1</sub> (µg)	94217	94339	93774	95008	94697	94261	94663
M <sub>2</sub> (µg)	99783	100249	99657	100526	100862	100229	100774
M <sub>3</sub> (µg)	105464	106089	105606	106689	106671	106501	106495
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>							
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	1						
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 42						
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9937						

Résultats d' Atmo Picardie

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,00											
Réf <sub>1</sub> (µg)	95560											
Réf <sub>2</sub> (µg)	100810											
Réf <sub>3</sub> (µg)	106700											
Moyenne M <sub>0</sub> (µg)	0,04	1,24	-0,01	-0,01	-0,02	-0,05	-0,03	0,00	-0,02	0,00	-0,12	-0,01
M <sub>1</sub> (µg)	93890	96077	94256	95835	95899	95633	93807	94114	93039	94991	95412	92190
M <sub>2</sub> (µg)	100544	102863	100310	102233	102965	101761	100756	101371	100604	103180	101705	99179
M <sub>3</sub> (µg)	103989	107203	105845	106762	106749	106874	104936	105566	104069	106020	106700	103950
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>												
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9998											
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	+1,6											
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9957											

**Résultats de l'ASPA**

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Réf <sub>0</sub> (µg)	0,0												
Réf <sub>1</sub> (µg)	73720												
Réf <sub>2</sub> (µg)	87950												
Réf <sub>3</sub> (µg)	103650												
Moyenne M <sub>o</sub> (µg)	0,00	0,00	0,01	-0,67	1,26	-0,23	0,99	-0,02	-0,03	-0,06	-0,03	0,00	-0,03
M <sub>1</sub> (µg)	71358	70961	70720	70693	70842	71527	70855	72553	71105	70358	71101	70396	72988
M <sub>2</sub> (µg)	86445	85802	85735	85615	85723	86875	86321	88186	86407	85508	86610	85602	88614
M <sub>3</sub> (µg)	103303	101719	103269	102593	102264	103149	102641	105138	102940	101591	102928	102144	105628
<b>Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]</b>													
R <sup>2</sup> ≥ 0,95	0,9996												
-500 ≤ Ordonnée à l'origine ≤ 50	- 382												
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,9881												