



## COMPTE RENDU & RELEVÉ DE DÉCISIONS DE LA RÉUNION DU 12/11/2013 DE LA CS "MESURES AUTOMATIQUES" (RÉUNION N°3)

### Participants :

C. Ampe (AIRPARIF)  
M. Bourlon (ATMO AUVERGNE)  
A. Chevalier (AIR LORRAINE)  
G. Clauss (ASPA)  
J. Grall (AIR BREIZH)  
G. Grignion (QUALITAIR CORSE)  
G. Levigoureux (AIR PL)  
R. Piet (ATMO PC)  
B. Rey du Boissieu (AIR RA)  
C. Marzolf (AIR LR)  
D. Radiguet (LIMAIR)  
JY Saison (ATMO NPDC)  
P. Nichele (ORAMIP)  
B. Gal (ATMO CA)  
S. Verlhac, N. Bocquet (LCSQA-INERIS)  
F. Mathé, S. Crunaire (LCSQA-MD)  
T. Macé (LCSQA-LNE)

### Date :

12 novembre 2013 (LNE – Paris)

### Destinataires :

C. Ampe (AIRPARIF)  
A. Chevalier (AIR LORRAINE)  
G. Clauss, S. Fiegel (ASPA)  
J. Grall (AIR BREIZH)  
G. Grignion (QUALITAIR CORSE)  
G. Levigoureux (AIR PL)  
S. Lucas (ATMO PC)  
C. Marzolf (AIR LR)  
B. Gal (ATMO CA)  
D. Radiguet (LIMAIR)  
C. Soulier, M. Bourlon (ATMO AUVERGNE)  
S. Socquet, B. Rey du Boissieu (AIR RA)  
O. Noteuil (MADININAIR)  
A. Bernabeu, F. Marty (AIR PACA)  
B. Rocq (ATMO PICARDIE)  
JY Saison, C. Dryjanski (ATMO NPDC)  
A. Bouchain (ATMO FC)  
R. Grattennoix (AIR COM)  
P. Nichele (ORAMIP)  
O. Favez, N. Bocquet, S. Verlhac (LCSQA-INERIS)  
F. Mathé, S. Crunaire (LCSQA-MD)  
F. Bouvier (LCSQA)  
H. Holin, E. Duclay (MEDDE)  
T. Macé, C. Sutour, J. Couette, S. Vaslin-Reimann (LCSQA-LNE)

### Rédacteurs :

T. Macé (LCSQA-LNE), F. Mathé (LCSQA-MD), S. Verlhac (LCSQA-INERIS)

## Ordre du jour :

L'ordre du jour est donné en annexe 1.

Faute de temps, certains points de l'ordre du jour n'ont pas pu être traités (cf. annexe 1).

## 2) Sujets abordés :

### **2-1) Examen de certains points de la réunion du 26 février 2013**

Le compte-rendu de la réunion du 26 février 2013 a été examiné en séance et certaines décisions prises ont été revues pour en connaître leur état d'avancement (cf. ci-après).

- **Question au MEDDE via la CS « Stratégie de surveillance » :** *Il sera demandé la confirmation que c'est le LCSQA, en tant que Laboratoire National de Référence et en lien avec l'arrêté du 21/10/10 (§ 7.V) et la lettre de cadrage 2013 (§ 1.1.2), qui assure le suivi des équivalences au niveau national, cette action étant trop lourde à mettre en œuvre dans chaque AASQA.*
- **Résolution n°2:** *Concernant la nécessité d'utilisation d'appareils approuvés par type, il est important d'informer la Commission de suivi « Stratégie de la surveillance » du besoin des AASQA de disposer de plus d'un appareil de réserve par polluant (par exemple : 1 appareil de réserve pour x stations).*

**Décision du 26 février 2013 :** *Points à aborder lors de la prochaine CS « Stratégie de surveillance » du 27/03/13*

**Décision du 12 novembre 2013 :** *Ce point n'a pas pu être abordé en CS « Stratégie de surveillance », car cette commission ne s'est pas réunie en 2013. Il est décidé de faire remonter cette résolution au CPS du 19 décembre 2013 (Comité de Pilotage de la Surveillance de la qualité de l'air). Par ailleurs, il est précisé que les AASQA peuvent demander de s'équiper de ces appareils de réserve lors des demandes annuelles d'investissement. Néanmoins, ces demandes sont traitées par rapport au minimum réglementaire européen.*

F. Mathé s'est rapproché des fabricants d'analyseurs afin de synthétiser les valeurs des limites de détection et de temps de résidence (cf. tableaux 1 et 2 ci-après).

Ces valeurs sont tirées des rapports d'approbation de type.

Les conclusions de ces travaux sont les suivantes :

- Concernant les limites de détection, il est décidé de se fixer des valeurs consensuelles (cf. résolution n°16).
- Concernant les temps de résidence, il est à noter que les normes NF EN 14212 (SO<sub>2</sub>) et 14626 (CO) ne spécifient pas de critère pour les temps de résidence dans l'analyseur et dans la ligne. Néanmoins, l'enquête montre que tous les appareils ont des temps de résidence inférieurs à 3s conformément aux spécifications des normes européennes NF EN 14211 et 14625 révisées.

Limite de détection (calcul EN)					
	API (labo)	Env.SA (labo)	Thermo (labo)	Horiba (labo)	Horiba (terrain)
SO <sub>2</sub> (ppb)	1,65	0,33	0,07	0,66	0,79
NO (ppb)	3,09	2,12	0,69	0,52	
NO <sub>2</sub> (ppb)				0,56	0,60
O <sub>3</sub> (ppb)	2,31	1,32	0,33	1,61	1,52
CO (ppm)	0,33	0,66	0,16	0,13	0,07

L'évaluation est faite sur 2 appareils (en laboratoire et sur le terrain)

Le résultat le plus défavorable a été retenu

**Tableau 1 :** Valeurs des limites de détection

	Temps de résidence analyseur (en s)			
	API <sup>(a)</sup>	Env.SA	Thermo	Horiba
SO <sub>2</sub> <sup>(b)</sup>	2 <sup>(c)</sup>	3,62 4,52 <sup>(c)</sup>	< 1 < 2 <sup>(c)</sup>	2,62 <sup>(c)</sup> 2,27 <sup>(e)</sup>
NO/NO <sub>x</sub>	2,23 <sup>(c)</sup> 1,03 <sup>(d)</sup>	1,03 1,33 <sup>(c)</sup>	1,6 < 2 <sup>(c)</sup>	1,84 <sup>(c)</sup> 1,54 <sup>(e)</sup>
O <sub>3</sub>	1,59 <sup>(c)</sup> 0,84 <sup>(d)</sup>	0,49 0,82 <sup>(c)</sup>	< 1 < 2 <sup>(c)</sup>	1,64 <sup>(c)</sup> 1,28 <sup>(e)</sup>
CO <sup>(b)</sup>	2 <sup>(c)</sup>	0,38 0,68 <sup>(c)</sup>	< 1 < 2 <sup>(c)</sup>	1,07 <sup>(c)</sup> 0,91 <sup>(e)</sup>

Pour NO/NO<sub>x</sub>, l'appareil est d'office équipé du sécheur échantillon

(a): Série E et T

(b): Dans la norme EN correspondante, il n'y a pas de critère sur le temps de résidence analyseur pour ce polluant

(c): avec porte filtre d'origine

(d): sans porte filtre

(e): avec ligne individuelle PTFE (diamètre interne 3 mm, longueur 2 m environ)

**Tableau 2 :** Valeurs des temps de résidence

- **Résolution n°16 :** *Après discussion, il est décidé de convenir de valeurs consensuelles pour les limites de détection, à savoir :*
  - SO<sub>2</sub> : 2 nmol/mol
  - NO : 2 nmol/mol
  - NO<sub>2</sub> : 2 nmol/mol
  - O<sub>3</sub> : 2 nmol/mol
  - CO : 0,2 µmol/mol

La résolution n°8 portant sur la séquence de linéarité dans le cas du polluant SO<sub>2</sub> est réexaminée et il est décidé d'étendre cette résolution à l'ensemble des polluants.

- **Résolution n°17 :** *Il est décidé que pour l'ensemble des polluants gazeux, lors de la détermination de la linéarité, une séquence comprenant a minima les points 0%, 60%, 20%, 95% de la plage définie par l'utilisateur sera réalisée.*

Concernant l'influence des interférents sur les différents composés mesurés, T. Macé a réalisé un comparatif des interférents et de leurs concentrations dans les normes de 2005 et celles révisées de 2012 afin que le LCSQA réalise si nécessaire des essais complémentaires concernant les interférents (humidité et coefficient de sensibilité) pour les normes révisées de 2012.

Les résultats de cette comparaison sont donnés en annexe 2.

Cette comparaison montre que pour le composé NO, la norme NF EN 14212 ne spécifie plus d'étudier l'interférence de l'ozone sur les mesures de NO par rapport à la norme de 2005. Pour les autres polluants (CO, SO<sub>2</sub> et O<sub>3</sub>), il n'y a pas de modifications des interférents à tester ni de leurs concentrations.

- **Décision :** *Au vu de la comparaison des normes de 2005 et des normes révisées de 2012, il est montré qu'aucun essai complémentaire concernant l'influence d'interférents potentielles sur les mesures des polluants gazeux n'est à effectuer pour être conforme aux normes révisées de 2012.*

## 2-2) Point sur les demandes à la CSIA et celles de la CSIA

### Point sur les demandes de la CS « Mesures automatiques » à la CSIA

Depuis 3 mois, le LCSQA-INERIS est en contact avec les fabricants de postes centraux et des stations d'acquisition pour pouvoir apporter les modifications nécessaires afin d'être conforme aux normes européennes révisées de 2012.

Le LCSQA-INERIS a rencontré CEGELEC le 5 juillet 2013 pour leur faire part des demandes d'évolutions suivantes :

- Le LCSQA-INERIS a demandé à ce que les formules de dérives en concentration, déjà calculées par Polair, soient modifiées pour correspondre aux nouvelles normes. Ces nouvelles dérives seront présentées sur les mêmes interfaces qu'auparavant : les « données de réglage » et les « cartes de suivi ». Sont concernées les dérives en concentration absolues et en pourcentage.
- Le LCSQA-INERIS a demandé à changer l'opérateur de comparaison entre les écarts de réglage calculés et les seuils limites de dérives (changer > en =) pour que les écarts strictement égaux à la limite produisent une dérive, comme l'exigent les normes révisées.
- Le LCSQA-INERIS a demandé à CEGELEC de modifier le champ de configuration de la périodicité des contrôles qui est actuellement en jour pour y permettre la saisie des heures. En effet les normes préconisent de réaliser des contrôles toutes les 23 ou 25h. Cela afin de varier l'heure à laquelle est effectué le contrôle du réglage des analyseurs.
- Le LCSQA-INERIS a demandé à pouvoir modifier les facteurs de conversion des ppb en µg/m<sup>3</sup> et des ppm en mg/m<sup>3</sup>, puisque dans les normes européennes révisées, certains facteurs de conversion sont fournis avec une décimale supplémentaire.
- Le LCSQA-INERIS a demandé de retravailler sur le paramètre LISI (ou « limite inférieure ») défini dans les stations d'acquisition et qui permet de coder D les mesures primaires qui lui sont inférieures.

CEGELEC a fait parvenir un devis relativement élevé au LCSQA-INERIS. Depuis la réception de ce devis, CEGELEC et le LCSQA-INERIS ont des réunions régulières (dernière réunion : le 29 octobre 2013) pour aboutir à une proposition consensuelle.

La même démarche a été entreprise avec ISEO.

Aucune échéance n'est cependant annoncée.

Concernant le développement de l'outil permettant de réaliser la répétabilité en station, les discussions de la CSIA du 17 janvier 2013 avaient abouti aux conclusions suivantes :

- L'outil de répétabilité sur site devra être une application fonctionnant sur un PC portable, sous Windows et potentiellement sous Linux.
- L'application doit se connecter aux stations d'acquisition pour récupérer les mesures et éviter de déconnecter les analyseurs.
- La connexion doit être possible avec tous les types de stations d'acquisition si possible en utilisant le Langage de Commande.
- L'outil doit récupérer les données des différentes mesures afin de réaliser plusieurs tests en simultané.

Un cahier des charges reprenant les différentes étapes conduisant à la détermination de cette répétabilité a été rédigé en juillet 2013.

Depuis, le LCSQA-INERIS échange avec les fabricants pour pouvoir développer l'outil en respectant la date du 31 janvier 2014.

Après discussion, la CS « Mesures automatiques » s'interroge et émet des doutes sur le respect de cette date du 31 janvier 2014 d'autant plus que des AASQA ont émis des dérogations sur la non-détermination de la répétabilité en station jusqu'au 31 janvier 2014

- ***Résolution n°18 : Sur la base des informations transmises par la CSIA, il sera demandé au LCSQA-INERIS de fournir une nouvelle date de mise en service du module pour la détermination de la répétabilité, car l'avancement des travaux montre que la date du 31 janvier 2014 risque de ne pas être respectée.  
Cette résolution sera remontée au CPS du 19 décembre 2013.***

Pour assurer la traçabilité des mesures, la CS « Mesures automatiques » avait jugé important de pouvoir identifier les mesures effectuées avec des appareils approuvés par type et non approuvés par type. Cependant, cette demande n'a pas été relayée auprès de la CSIA. Après discussion, une solution serait de réaliser l'identification d'un appareil homologué/non homologué en station en utilisant la GMAO des AASQA.

Néanmoins, l'avis de JY Chatelier sera demandé sur ce point.

#### ***Point sur les demandes de la CSIA à la CS « Mesures automatiques »***

1. Le guide LCSQA sur la validation des données doit être révisé. La CSIA demande à ce qu'une rubrique sur la configuration des stations d'acquisition soit ajoutée. F.Mathé précise que lorsque la partie « validation des données » de l'actuel guide ADEME de 2003 sera mise en chantier, il serait logique que ce soit fait sous la responsabilité du LCSQA, comme cela a été fait pour la partie « statistiques / agrégation de données ».
2. S. Verlhac rappelle que dans le guide IPR (guide édité par la Commission Européenne pour faciliter la gestion des méta-données et l'agrégation des données), il est indiqué de garder les valeurs entre 0 et -LD pour le reporting, conformément à ce qui est indiqué dans les normes révisées [([http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/IPR\\_guidance1.pdf](http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/IPR_guidance1.pdf) et [http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/IPR\\_guidance2.pdf](http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/IPR_guidance2.pdf)]. A l'heure actuelle, à l'entrée du poste central, les valeurs entre zéro et -LD sont mises à zéro.
3. C. Ampe signale que la diffusion de données négatives cause un problème de communication et que par conséquent un traitement spécifique des données doit être appliqué pour les rendre compréhensibles par le public. C'est pourquoi il avait historiquement été décidé de ramener les valeurs à zéro pour les valeurs comprises entre zéro et -LD (voir document sur l'agrégation des données de l'ADEME). C. Ampe annonce qu'AIRPARIF devrait être en mesure d'appliquer cette mesure quand la version 6 d'X'R aura été déployée, à savoir au début de l'année 2014.

- ***Décision : Il est décidé d'informer le CPS qu'il faudra pouvoir disposer des valeurs brutes entre zéro et -LD pour que les données soient conformes aux recommandations du guide IPR, et ce à compter du 1<sup>er</sup> janvier 2014.***

- ***Recommandation : Compte-tenu du choix des limites de détection (cf. résolution n°16), il est recommandé une invalidation des données qui sont inférieures à - LD à partir du 1<sup>er</sup> Janvier 2014. De même, il est recommandé de conserver les données négatives entre zéro et -LD à compter du 1<sup>er</sup> Janvier 2014. Il est demandé aux AASQA de remonter à la CS « Mesures automatiques » les problèmes rencontrés pour respecter ces recommandations.***

4. La CSIA a attiré l'attention sur le fait qu'il est stipulé dans les normes que la précision des mesures utilisées pour les agrégations (moyennes quart-horaire) doit être d'un digit de plus que les seuils d'alerte horaire qui sont des entiers. Cela signifie que les mesures quart-horaires devraient au minimum être calculées avec une décimale (dizième de  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ). Cela est possible techniquement en définissant le paramètre FMUL à -1. A la dernière réunion de la CSIA, les réseaux ont émis des réserves sur ce point en soulignant la nécessité de justifier de la précision des mesures vis-à-vis des audits COFRAC.

Concernant les postes centraux CEGELEC, a priori, il est possible de respecter cette exigence sur la précision des données (Vérification par C. Marzolf).

Concernant les postes centraux ISEO, la nouvelle version 6 devrait également permettre de respecter l'exigence (définir le paramètre Fmul à -1 pour obtenir le dixième de  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) (Vérification par D. Radiguet).

P. Nichele indique qu'il faudrait que lors de la réception d'un nouvel appareil, les constructeurs fournissent le protocole de communication adéquat dont on aura défini les principaux paramètres. F. Mathé précise que ce sera demandé dans le cadre du futur schéma d'homologation des appareils.

- ***Décision : Il est décidé de demander à nouveau aux constructeurs d'analyseurs d'informer les utilisateurs (AASQA) des versions du soft de chaque appareil (F. Mathé).***

### **2-3) Examen de la synthèse du questionnaire sur les contrôles périodiques des analyseurs automatiques en station**

Au cours de la réunion de février 2013, il avait été proposé que les AASQA mettent leurs savoir-faire en commun sur le développement des bancs automatiques composés d'électrovannes permettant d'injecter alternativement différents mélanges gazeux dans les analyseurs en station de mesure. Un cahier des charges pourrait alors être rédigé en 2013.

En lien avec cette demande aux AASQA de mise en commun de leur savoir-faire en matière de systèmes automatiques d'injection de gaz de contrôle en station, il avait été décidé de réaliser un questionnaire sur les pratiques de contrôle à distance mises en œuvre dans les AASQA. G. Grignion s'est proposé pour réaliser un questionnaire et l'a envoyé aux AASQA en mars 2013.

G. Grignion a donc présenté le dépouillement des réponses des AASQA à ce questionnaire en séance (cf. présentation en annexe 3.). Il est à noter le très bon pourcentage de réponse des AASQA à ce questionnaire (23 réponses d'AASQA sur les 26 AASQA).

Il est à noter que :

- 75 % des AASQA ayant répondu au questionnaire font des contrôles périodiques des analyseurs automatiques en station dans le cas de NO et dans celui de l'O<sub>3</sub>,
- 60 % des AASQA ayant répondu au questionnaire font des contrôles périodiques des analyseurs automatiques en station dans le cas de SO<sub>2</sub>,
- 20 % des AASQA ayant répondu au questionnaire font des contrôles périodiques automatiques des analyseurs en station dans le cas du CO.

Il est rappelé les concentrations couramment utilisées pour régler les analyseurs de station en annexe 4.

C. Ampe attire l'attention des participants sur les risques d'intoxication par les bouteilles de gaz dans les stations de mesure et dans les véhicules. Il est important de fournir des indications sur ces risques par exemple sur la porte du local de la station de mesure (Etiquette indiquant « risque d'anoxie » et logo indiquant qu'il y a des bouteilles de gaz dans le local). Ces informations sont importantes en cas de problème et d'intervention des pompiers. De plus, il est recommandé d'installer des détecteurs de gaz dans les véhicules.

Par ailleurs, C. Ampe informe la commission de suivi du développement d'un banc de contrôle avec la société Burkert basé sur le cahier des charges rédigé par AIRPARIF. C. Ampe tiendra au courant la commission de l'avancement de ce développement.

## 2-4) Eléments sur les performances métrologiques des analyseurs de gaz et leur quantification

C. Ampe présente des essais réalisés sur les épurateurs d'ozone des analyseurs 42i, car la société Thermo recommande de changer les épurateurs d'ozone (spécificité des analyseurs 42i) et les sècheurs tous les 2 ans (cf. présentation en annexe 5), induisant un coût non négligeable. L'épurateur d'ozone est supposé limiter les dépôts (huileux ? particuliers ?) dans la chambre de mesure.

Cette comparaison menée avec 2 appareils avec et sans épurateur montre une bonne corrélation entre les concentrations mesurées en NO, NO<sub>2</sub> et NO<sub>x</sub>. Par conséquent, les résultats de ces essais tendraient à montrer que l'absence de l'épurateur d'ozone n'altère pas la qualité des mesures.

C. Ampe indique qu'AIRPARIF va poursuivre les essais dans le but de proposer le retrait de l'épurateur d'ozone lors de la prochaine commission. Les prochains essais vont consister à vérifier l'état complet de la chambre de mesure de l'analyseur 42i afin de déterminer l'influence du retrait de l'épurateur d'ozone au bout de 10 mois de fonctionnement.

C. Ampe s'interroge sur l'intégration de nouveaux appareils équivalents tels que l'analyseur de NO<sub>2</sub> modèle AS32M de la société Environnement SA et le suivi de l'équivalence au cours du temps. Le LCSQA rappelle que ceci n'est pas encore demandé par la commission européenne, mais cela pourrait l'être à l'instar des analyseurs automatiques de particules si l'usage d'appareils équivalents s'intensifie en Europe. Etant déclarés équivalents, ces appareils seront de fait gérés de la façon que les autres appareils homologués et donc ajoutés dans la liste des appareils gérée par le LCSQA.

- **Action de la CS « Mesures automatiques » : Il est décidé qu'il sera mené une réflexion sur l'intégration de nouveaux appareils équivalents et le suivi de leur équivalence au cours du temps, en lien avec le futur schéma d'homologation.**

G. Clauss attire l'attention des participants sur le manque d'homogénéité de la description du contrôle de l'écart de linéarité dans la norme NF EN 14625 sur l'ozone par rapport aux autres normes (NF EN 14211, NF EN 14212, NF EN 14626). En effet, dans le texte du tableau 6 de la norme Ozone, il est stipulé que le contrôle de l'écart de linéarité est à effectuer « au moins une fois par an et après réparation » ce qui est non homogène avec les dispositions des autres normes précitées (« dans l'année suivant l'installation initiale et après réparation. Fréquence dépendant des résultats de l'essai précédent ») ainsi qu'avec le §9.6.2 de la norme Ozone et des autres normes précitées.

- **Résolution n°19 : Il est décidé que pour l'ensemble des polluants gazeux, le contrôle de l'écart de linéarité sera effectué en suivant les préconisations données dans le tableau 6 de la norme NF EN 14211 qui comprend l'ensemble des informations utiles pour réaliser le test.**

De même G. Clauss attire l'attention sur des incohérences concernant la procédure de contrôle du rendement de four dans la norme révisée NF EN 14211 de 2012.

- **Résolution n°20 : Concernant le contrôle du rendement de four, dans la mesure où le critère de 1% n'existe plus dans la norme révisée NF EN 14211 de 2012, les étapes d) et f) du paragraphe 8.4.14 ne présentent plus d'intérêt.. Elles sont néanmoins laissées à l'appréciation des AASQA souhaitant tout de même maintenir la vérification du critère de 1% de la norme de 2005.**



## 2-5) Approbation et validation du guide sur les TEOM-FDMS

Une première version du guide méthodologique pour la surveillance des PM<sub>10</sub> et PM<sub>2,5</sub> par TEOM-FDMS dans l'air ambiant a été rédigée par le LCSQA-INERIS et a été diffusée aux AASQA en avril 2013.

Après discussion sur ce guide, il est décidé de prendre les résolutions suivantes qui seront intégrées dans la version définitive.

- **Résolution n°21 :** *Il est décidé de réaliser le test zéro avec de l'air ambiant extérieur avec une périodicité minimale annuelle (sous réserve d'identification de sites problématiques) et sur site.*

- **Résolution n°22 :** *Il est décidé d'adapter la codification de l'opération de contrôle de zéro (code M ou code Z) de façon à pénaliser le moins possible le taux de fonctionnement des appareils.*

Par conséquent, au vu des discussions et du faible nombre de modifications, ce guide méthodologique est validé dans sa version actuelle par la CS « Mesures automatiques ».

- **Résolution n°23 :** *Il est vivement recommandé d'appliquer dès maintenant la partie technique du guide méthodologique. Par contre, la partie sur la validation de données devra faire l'objet d'une validation officielle du CPS.*

En parallèle, un guide d'utilisation (aide à la mise en œuvre ; recueil des pannes typiques et solutions techniques) devait être mis à disposition des AASQA courant été 2013.

Sa diffusion est reportée au 1<sup>er</sup> trimestre 2014.

Une page internet dédiée aux analyseurs de type microbalance à variation de fréquence sera disponible au cours du premier trimestre 2014 et non au second semestre 2013 comme indiqué dans le compte-rendu de la réunion du 26 février 2013.

## 2-6) Examen du guide sur les jauges $\beta$

S. Crunaire présente le contenu du guide méthodologique sur les jauges  $\beta$  (MP101M d'Environnement SA et BAM 1020 de MetOne) (cf. présentation en annexe 6).

Une version provisoire du guide sur la jauge  $\beta$  de modèle MP101M d'Environnement SA est disponible.

Cette version sera complétée pour la jauge  $\beta$  de modèle BAM 1020 de MetOne et sera diffusée courant janvier 2014.

C. Ampe demande à ce que le LCSQA réalise en 2014 des tests de robustesse sur les sécheurs (« smart heater ») des BAM1020 et alerte sur des résultats obtenus par AIRPARIF lors de la réalisation de test de zéro sur site où l'humidité ambiante est élevée.

De manière générale pour tous les systèmes automatiques de mesures des PM, C. Ampe demande un positionnement clair du LCSQA vis-à-vis de la méthodologie à appliquer pour la vérification des sondes de températures et d'humidités internes.

### Prochaines réunions :

Les prochaines réunions de la CS « Mesures automatiques » sont fixées au 3 avril 2014 et au 17 novembre 2014.

**Il sera demandé aux membres de la CS « Mesures automatiques » d'envoyer leurs avis et commentaires sur la synthèse des réponses au questionnaire sur l'application des normes de 2005 et 2012, ce point n'ayant pas pu être traité en séance par manque de temps.**





## ANNEXE 1

### **Ordre du jour de la Commission de Suivi « Mesures automatiques » du 12 novembre 2013 (Réunion n°3)**

**Date :** 12 novembre 2013  
**Horaires :** 10h – 17h00  
**Lieu :** LNE, 1 rue Gaston Boissier, Paris (15<sup>ème</sup>)

1) Accueil des participants et tour de table	T. Macé – LCSQA/LNE
2) Validation du CR de la réunion du 26 février	Tous
3) Synthèse des réponses au questionnaire sur l'application des normes de 2005 et 2012 à Position de la CS et suite à donner	T. Macé – LCSQA/LNE
4) Synthèse du questionnaire sur les contrôles périodiques des analyseurs automatiques en station <b>(non traité par manque de temps)</b>	G. Grignon – Qualitair Corse
5) Influence de l'épurateur « ozone » sur les mesures de NO/NOx réalisées avec les analyseurs 42i (TEI)	C. Ampe - Airparif
6) Approbation et validation des guides - sur les TEOM-FDMS - sur les jauges $\beta$	S. Verlhac – LCSQA/INERIS S. Crunaire – LCSQA/MD
7) Retour sur les réunions avec les constructeurs <b>(non traité par manque de temps)</b> - Réunion avec TEI du 13/05/2013 - Réunion avec Envicontrol du 6 & 7/11/2013	O. Favez/S. Verlhac – LCSQA/INERIS S. Crunaire / F. Mathé – LCSQA / MD
8) Point sur le PNSQA <b>(non traité par manque de temps)</b>	F. Mathé – LCSQA/MD
9) Points divers : - Point sur le calcul des incertitudes - Point sur les demandes à la CSIA	Tous
10) Prochaines réunions 2014	T. Macé – LCSQA/LNE

## ANNEXE 2

### Comparatif des interférents et de leurs concentrations dans les normes de 2005 et celles révisées de 2012

NO/NO <sub>x</sub>		SO <sub>2</sub>	
NF EN 14211 de 2005-07-25	NF EN 14211 de 2012-10-01	NF EN 14212 de 2005-07-25	NF EN 14212 de 2013-01-12
H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol
CO <sub>2</sub> , concentration 500 µmol/mol	CO <sub>2</sub> , concentration 500 µmol/mol	H <sub>2</sub> S, concentration 200 nmol/mol	H <sub>2</sub> S, concentration 200 nmol/mol
NH <sub>3</sub> , concentration 200 nmol/mol	NH <sub>3</sub> , concentration 200 nmol/mol	NH <sub>3</sub> , concentration 200 nmol/mol	NH <sub>3</sub> , concentration 200 nmol/mol
<b>O<sub>3</sub>, concentration 200 nmol/mol</b>	-	NO, concentration 500 nmol/mol	NO, concentration 500 nmol/mol
		NO <sub>2</sub> , concentration 200 nmol/mol	NO <sub>2</sub> , concentration 200 nmol/mol
		m-xylène, concentration 1 µmol/mol	m-xylène, concentration 1 µmol/mol

O <sub>3</sub>		CO	
NF EN 14625 de 2005-07-25	NF EN 14625 de 2013-02-23	NF EN 14626 de 2005-07-25	NF EN 14626 de 2012-10-01
H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol	H <sub>2</sub> O, concentration 19 mmol/mol
Toluène, concentration 0,5 µmol/mol	Toluène, concentration 0,5 µmol/mol	CO <sub>2</sub> , concentration 500 µmol/mol	CO <sub>2</sub> , concentration 500 µmol/mol
m-Xylène, concentration 0,5 µmol/mol	m-Xylène, concentration 0,5 µmol/mol	NO, concentration 1 µmol/mol	NO, concentration 1 µmol/mol
		N <sub>2</sub> O, concentration 50 nmol/mol	N <sub>2</sub> O, concentration 50 nmol/mol

### **ANNEXE 3**

## **Synthèse du questionnaire sur les contrôles périodiques des analyseurs automatiques en station (G. Grignion – Qualitair Corse)**



## **Rappels normatifs**

- §9.6 « Contrôles » : NF EN 14211, 14212, 14625 et 14626 Versions 2012 - 2013
- Les gaz de zéro et de point d'échelle peuvent être issus de bouteilles de gaz ou d'un générateur externe ou interne à l'analyseur. La concentration de point d'échelle doit être environ de 70 % à 80 % de l'EMC ou de la plage définie par l'utilisateur (voir en 9.5.1)
- La stabilité des gaz utilisés pour les contrôles au zéro et au point d'échelle doit être vérifiée au moins tous les six mois (par gaz de référence raccordés : Air Z ?)
- spécifications des gaz : Tableau 4
- Le gaz de point d'échelle ne doit pas s'écarter de plus de 5 % de la dernière valeur certifiée.
- Durée d'injection suffisante pour une lecture stable et atteindre 75 % de données valides chaque heure.
- Pour les contrôles au zéro et au point d'échelle, il convient que les gaz traversent le filtre à particules, si cela est possible.

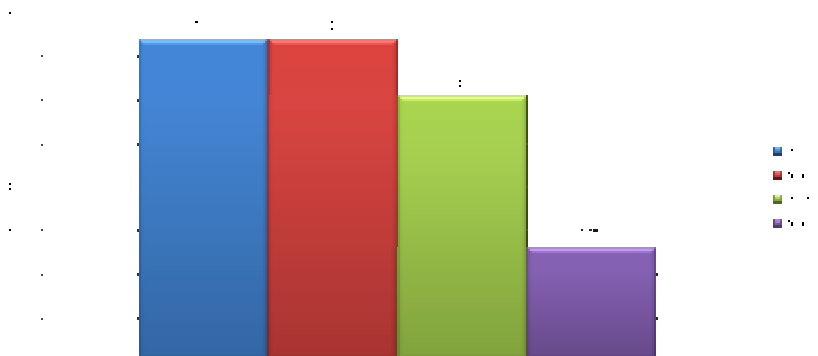
## Rappels normatifs

- §9.6 « Contrôles » : NF EN 14211, 14212, 14625 et 14626 Versions 2012 - 2013
- Formules de contrôles  $\Delta x_z = |Z_i - Z_0|$
- Fréquence :
- Au moins toutes les deux semaines ou toutes les 23 h ou 25 h.
- Critères d'action :  $\Delta x_s = \frac{|S_i - S_0| - \Delta x_z}{S_0} \times 100$
- Dérive du zéro = - 4 nm
- Dérive du gain = 5 %.  $\Delta_c = \frac{|(C_i - C_0) - \Delta z|}{C_0} \times 100$
- Action appropriée : Cas particulier des NOx
- L'analyseur doit être à nouveau étalonné.

$$\frac{|C_{NO} - C_{NOx}|}{C_{NO}} \times 100 > 5\%$$

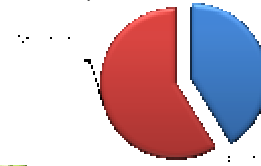
## Quelques chiffres

- 23 réponses sur 27 AASQA (Merci ;))
- Tous les analyseurs sont cités (TEI, ESA, API, Horiba), approuvés ou non : Seres ! Pas de retour sur Airpointer ...
- Tous les SAM sont représentés : ISEO (E, SK, WI), FDE (UC, UC+, Win CE)
- Tous les participants sont disposés à communiquer leurs références



## Télé-contrôles NO (17 AASQA)

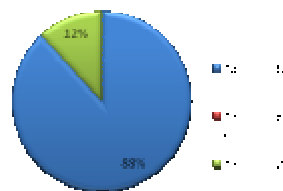
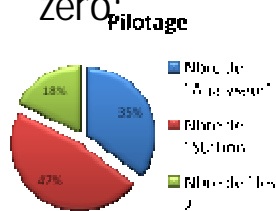
- Gaz étalon à travers le filtre :



- Gaz de zéro par le filtre :



- Moyen de contrôle et commande pour le zéro:



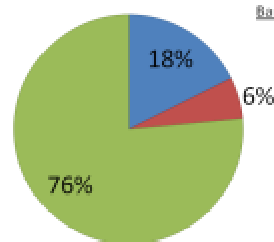
Un cas d'air zéro en bouteille mais qui va être remplacé par un épurateur

Epurateur =  
Charbon actif +  
Purafil pour tous

Les 2 : un coffret électrique, indépendant de l'analyseur et de la station mais piloté soit par la station soit par l'analyseur, commande des électrovannes par relais 24/220 ou 12/220

## Télé-contrôles NO (17 AASQA)

- Moyen de contrôle et pilotage en consigne :

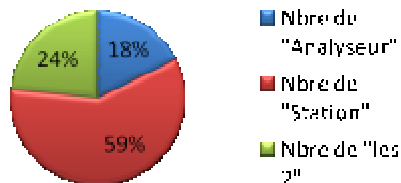


Banc à perméation souvent pour API

Nbre de "Banc à perméation"  
Nbre de "Diluteur"  
Nbre de "Bouteille BT"

BT : tous les gaziers, cylindres de S11 à B20, toujours à 200 ppb

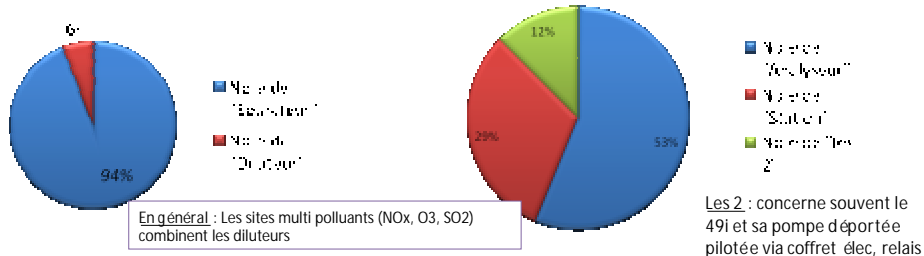
### Pilotage ECS pour le NO



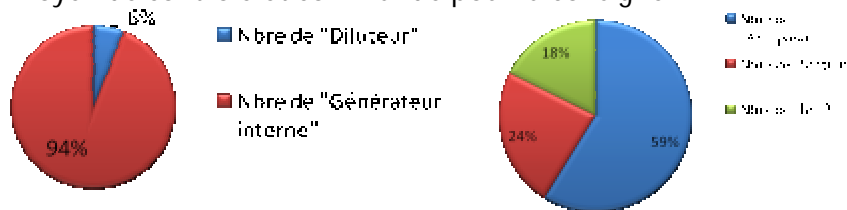
Les 2 : un coffret électrique, indépendant de l'analyseur et de la station mais piloté soit par la station soit par l'analyseur, commande des électrovannes par relais 24/220 ou 12/220

## Télé-contrôles O<sub>3</sub> (17 AASQA)

- Gaz de zéro et étalon à travers le filtre : non pour tous !
- Moyen de contrôle et commande pour le zéro:

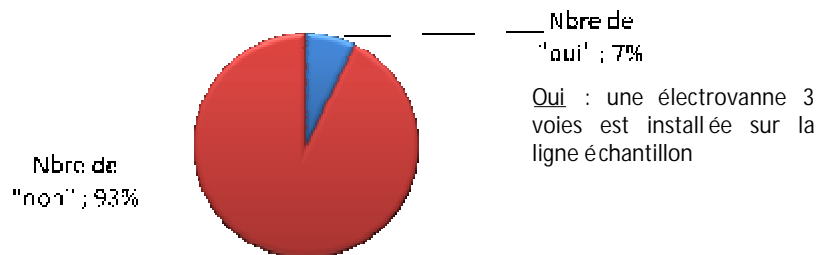


- Moyen de contrôle et commande pour la consigne :

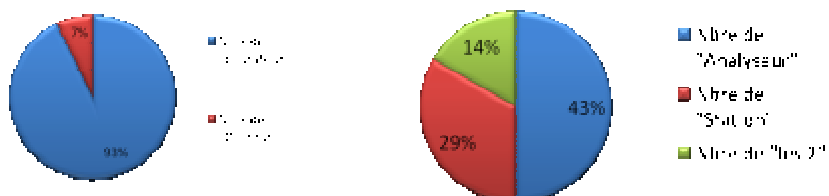


## Télé-contrôles SO<sub>2</sub> (14 AASQA)

- Gaz de zéro et étalon à travers le filtre :

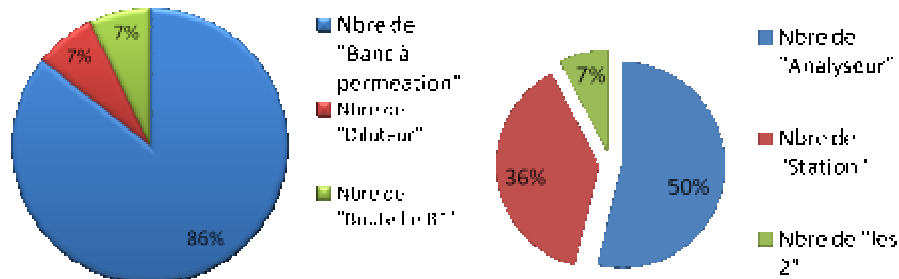


- Moyen de contrôle et commande pour le zéro :



## Télé-contrôles SO<sub>2</sub> (14 AASQA)

- Moyen de contrôle et commande en consigne :



Tubes SO<sub>2</sub> :

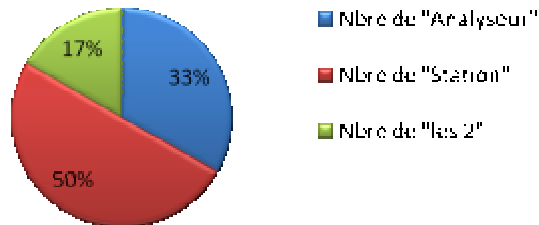
Ø Tube SO<sub>2</sub> à 250ng/min à 40°C – Interchim (Réf : 180-005-0082-F59-U40)

Ø SO<sub>2</sub> Dynacal Permation Device (Vici Metronics Inc) Environnement SA

Ø Envicontrol

## Télé-contrôles CO (6 AASQA)

- Gaz de zéro et de consigne par le filtre : 2/6
- Tous épurateurs pour le zéro :
  - Ø SOFNOCAT 514 CHIMILAB ESSOR
  - Ø Palladium fournisseur analyseur
- Commandé soit par le SAM soit par l'AS
- Tous bouteille BT pour la consigne :
  - Ø Air Liquide ou Praxair : CO à 9 ppm; S11 à B20
- Commande :





## Questions soulevées

- Vu le prix des tubes à perméation (~350€), la question de la régénération de ceux-ci se doit d'être d'actualité...
- Dans le cas des NOX, il pourrait être intéressant de demander le type de bouteilles utilisé (B20 !), le type de détendeur, vannes et surtout électrovannes. Les matériaux, les volumes internes, la technologie de l'EV (ASCO SCG256A015VMS)
- Périodicité des télé-contrôles ? 1 jour, 3 jours, 1 semaine ou 2 ?
- Heures des TC : Matin, midi, soir ? 23h (25h) pour d'éphasage ou 24h ?
- Durée des phases : 7,5 ou 15 minutes/phase ?

## Très bonne remarque ! Parmi tant d'autres

- Temporisation de sécurité sur les électrovannes de bouteilles en station si l'analyseur reste bloqué en mode SPAN

## **ANNEXE 4**

### **Concentrations couramment utilisées par les AASQA pour régler les analyseurs de station**

<b>Gaz à analyser</b>	<b>Gaz de complément</b>	<b>Concentrations utilisées pour le réglage des analyseurs en station</b>
SO <sub>2</sub>	Air	100 à 300 nmol/mol
NO	Azote	200 à 800 nmol/mol
CO	Air	9 à 15 nmol/mol
Ozone	Air	Entre 0 et 500 nmol/mol

**Source :** Norme NF X 43-055 - Air ambiant - Métrologie appliquée au mesurage des polluants atmosphériques gazeux - Prélèvement d'air ambiant et mise en œuvre - des gaz d'étalonnage

## ANNEXE 5

### Bilan de la comparaison menée sur un analyseur 42i (TEI) avec et sans épurateur d'ozone (Année 2013)



#### Contexte

Suite à de nombreuses linéarités non conforme obtenues sur les analyseurs de type 42i (thermo) nous avons relevé que le problème de linéarité vient essentiellement de l'élément « épurateur ozone »

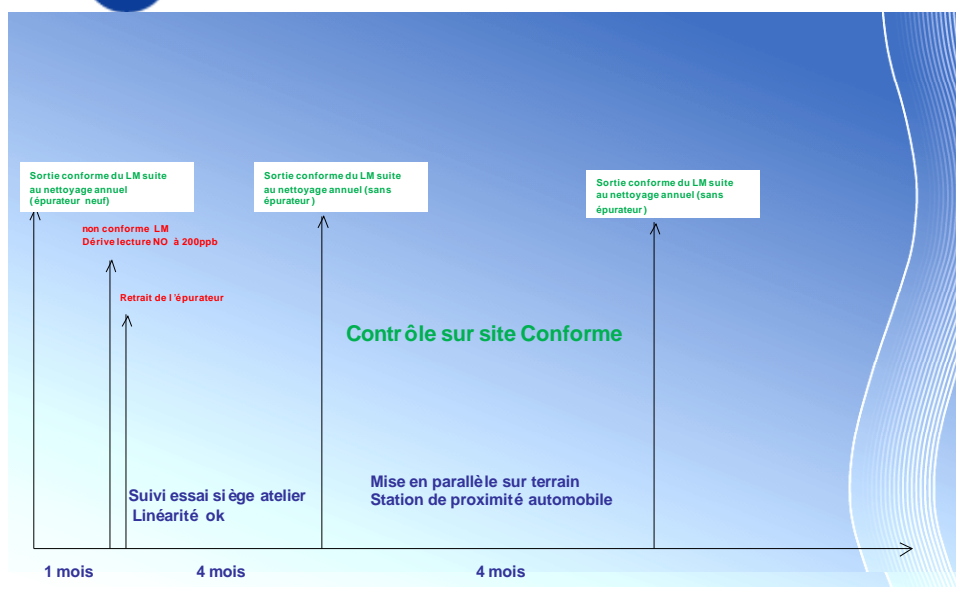
Solution « thermo »: En cas de non linéarité il faut aussi changer le sècheur ozone (coût 650 euros tous les deux ans non prévu)

En effet en ôtant cet élément la linéarité est de nouveau conforme ...

Afin de s'affranchir de cet élément une étude a été menée sur 9 mois



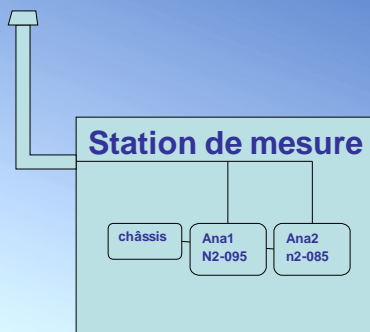
#### Suivi de l'étude





## Etude menée sur site

- Deux analyseurs mis sur le même prélèvement
- Un muni d'un épurateur (nox réf n2-095)
- L'autre sans épurateur (nox bis n2-085)
- Période de maintenance identique



## Suivi de l'étude

Mise en parallèle sur terrain  
Station de proximité automobile

### Contrôle sur site Conforme

Passage bouteille de concentration 205ppb  
NO = NOX = 203 ppb

Sortie conforme du LM suite  
au nettoyage annuel (sans  
épurateur)

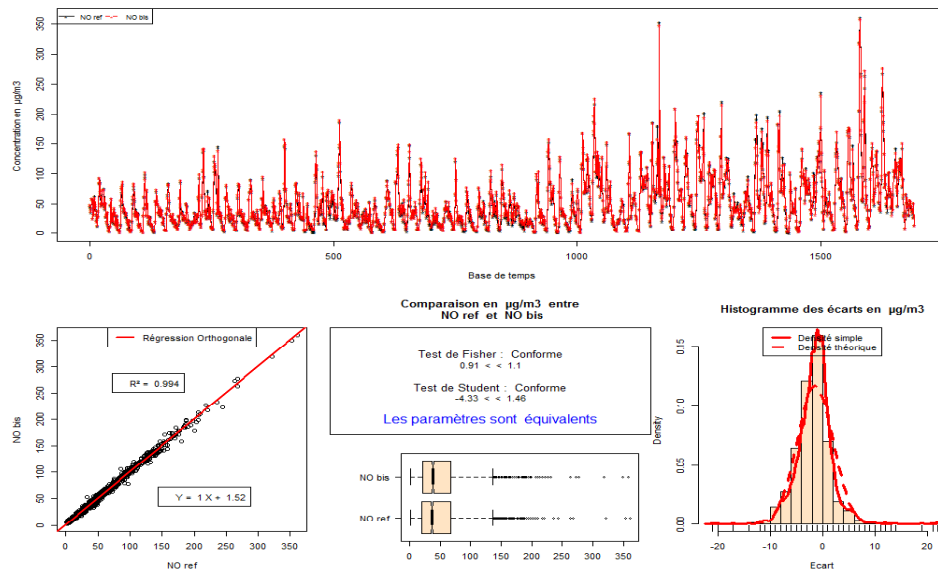
Sortie conforme du LM suite  
au nettoyage annuel (sans  
épurateur)

Date	z no	z nox	consigne no	consigne nox	lecture no	lecture nox	ecart
22/10/2013	1	1	830	830	831	832	1
17/10/2013	0	-1	813	813	822	821	1
08/10/2013	1	0	815	815	794	796	2
30/09/2013	0	-1	779	779	789	783	6
27/09/2013	2	2	828	828	847	854	7
17/09/2013	1	1	779	779	752	747	5
11/09/2013	0	0	809	809	810	812	2
03/09/2013	2	0	776	776	775	772	3
26/08/2013	1	0	776	776	778	779	1
20/08/2013	2	0	818	818	819	817	2
13/08/2013	1	2	811	811	828	829	1
22/07/2013	2	2	811	811	804	806	2
16/07/2013	0	1	783	783	803	799	4
09/07/2013	-1	0	782	782	844	848	4
05/07/2013	0	0	806	806	791	790	1
04/07/2013	0	0	816	816	792	790	2

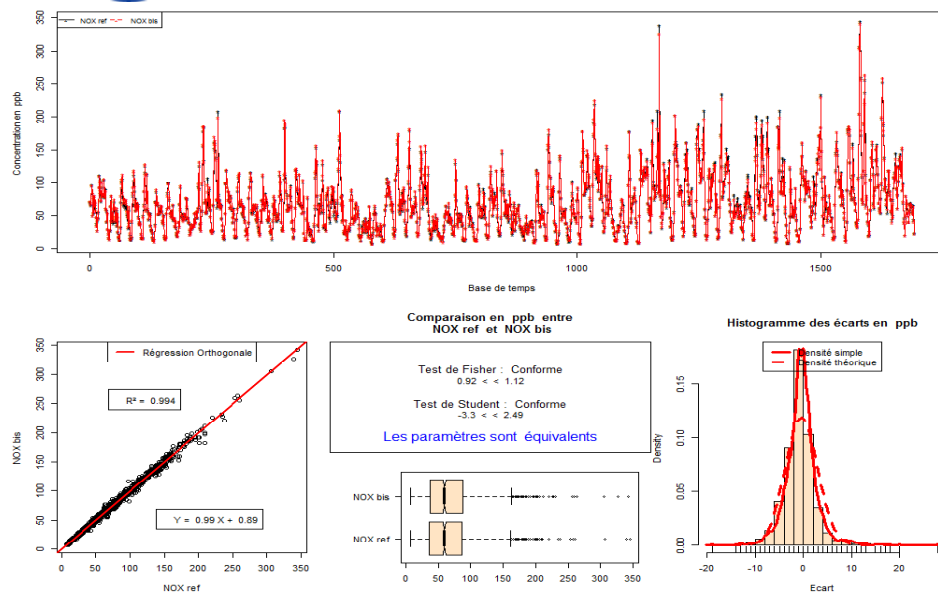
Erreur d'ajustage  
invalidation des  
données



## Résultats NO (données horaires)

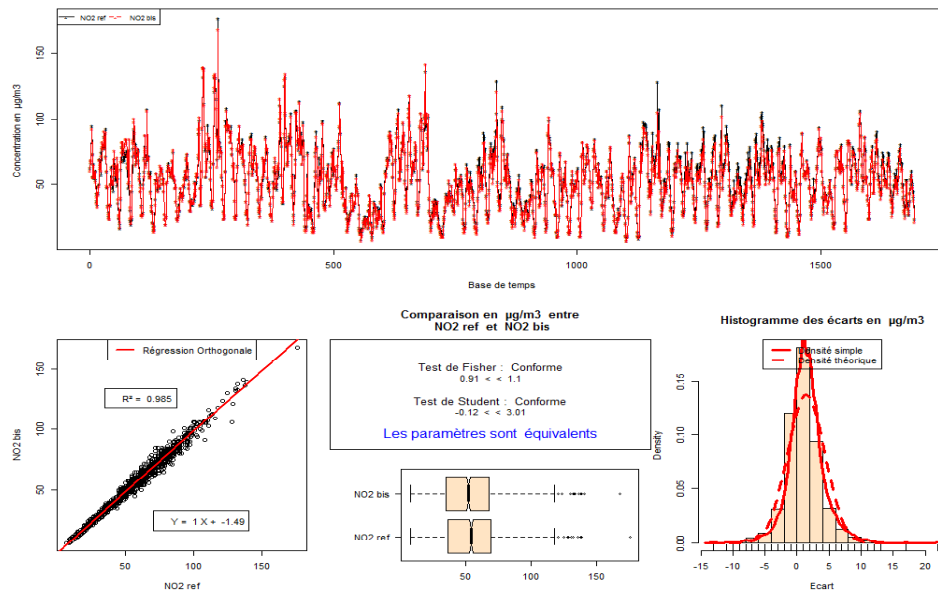


## Résultats NOx (données horaires)





## Résultats NO2



## Suite de l'étude ce qui reste à faire

### Retour pour nettoyage annuel du N2-085

Afin de poursuivre notre démarche nous allons maintenant vérifier l'état complet de la chambre de mesure de l'analyseur afin de voir l'influence du retrait de l'épurateur sur celle-ci au bout de 10 mois de fonctionnement (opacité, huileux ... rien?)

Nous allons effectuer l'opération de nettoyage annuel avec passage au laboratoire de métrologie

## ANNEXE 6

### Pratiques QA/QC à mettre en place pour l'utilisation des jauges $\beta$ MP101M d'Environnement SA et BAM 1020 de MetOne Instruments



### *Pratiques QA/QC à mettre en place pour l'utilisation des jauges Bêta MP101M d'Environnement SA et BAM 1020 de MetOne Instruments*

### *Guide pour l'utilisation - LCSQA 2013*

Sabine CRUNAIRE – Benoît HERBIN – François MATHE

1

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



## **Contexte**



#### ● **Objectifs :**

#### **1. Conformité des mesures vis à vis des Objectifs de Qualité de Données (Directive 2008/50/CE)**

- Taux de données valides = 90%
- Incertitude de  $\pm 25\%$  « dans la région de la VL »

⇒ **Maintien du statut de « méthode équivalente homologuée »**

#### **2. Mise en place des critères QA/QC définis dans la spécification technique XP CEN/TS16450 (destinée à devenir référence pour la mesure particules)**

À Appareils concernés ?



2

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013





## *1. Pratiques QA/QC à mettre en place pour l'utilisation des jauges Bêta MP101M d'Environnement SA*

3

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



### *Installation sur site*



- **Les conditions suivantes doivent être respectées :**
  - Ø Soft : version **V2.0.b** ou ultérieure
  - Ø Installation dans une station climatisée dont la température ne dépasse pas **25°C** Mise en place d'une carte de contrôle sur ce paramètre
  - Ø Utilisation d'un conduit RST **modifié** (chauffage sur 1 mètre + placement LM35 à 60cm du bas + isolation)
  - Ø Mise à la masse du conduit RST recommandée surtout si présence ligne à haute tension, orages fréquents
  - Ø Conditionnement du compteur Geiger
  - Ø Contrôle et étalonnage de la jauge Bêta
  - 4 Ø Réalisation d'un test de vérification du zéro

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



## Critères de suivi de fonctionnement - 1



- **Contrôle de « l'environnement de l'appareil »**
  - ⊗ *Nettoyage de la tête de prélèvement (en fonction site - conseillé trimestriel)*
  - ⊗ *Nettoyage du conduit de prélèvement et de l'appareil (fonction site – conseillé annuel)*
  - ⊗ *Maintenance du groupe de pompage (annuelle à palettes et bisannuel bicorps)*
  - ⊗ *Vérification des sondes de température et d'humidité relative (trimestrielle – semestrielle si existence d'un historique)*
- **Contrôle « électronique » de l'appareil (mensuel)**
  - ⊗ *Vérification de la synchronisation de l'horloge*
  - ⊗ *Vérification des messages d'erreur*
  - ⊗ *Vérification de la stabilité du détecteur ( Mise en place d'une carte de contrôle sur comptage filtre vierge et tension alimentation Geiger)*
  - ⊗ *Vérification des signaux MUX/électriques*
  - ⊗ *Vérification de la durée papier restante et alarme papier déchiré*
  - ⊗ *Vérification tâche papier (tension roues embrayage)*

5

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



## Critères de suivi de fonctionnement - 2



- **Contrôle « métrologique » de l'appareil**
  - ⊗ *Contrôle de la jauge avec cale étalon de l'appareil et éventuellement étalonnage de la jauge Bêta (semestriel)*
  - ⊗ *Contrôle de linéarité avec jeu de cales LCSQA (annuel / bisannuel)*
  - ⊗ *Contrôle du débit de prélèvement avec débitmètre raccordé et éventuellement étalonnage (semestriel)*
  - ⊗ *Test d'étanchéité du système ou de l'appareil (semestriel)*
  - ⊗ *Test vérification zéro appareil (annuel)*
- **Contrôle « intégrité radioactive » de l'appareil**
  - ⊗ *Test de contamination de l'appareil par mesure Geiger de fond (mensuel – contrôle ambiance pour documentation ASN)*

6

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



### **Test de vérification du zéro**



- **Procédure constructeur en cours de modification pour permettre test en air ambiant extérieur (condition site)**
- **Matériel à utiliser ?**
  - Ø filtre HEPA – Exemple de références : Pall, Ultipor N66 DFA 4001 NAEY ; Whatman, HEPA-CAP 150/2809
  - Ø Embout d'adaptation (Réf. : P02-1571 test en labo – Autre réf. en élaboration pour test en air ambiant)
- **Procédure à appliquer ?**
  - Ø Réalisation d'un contrôle d'étanchéité
  - Ø Durée : 30h mini
  - Ø Cycle 24h, période 2h
  - Ø Relever les 12 dernières valeurs périodiques
- **Critères à vérifier ?**
  - Ø Valeur moyenne de zéro dans l'intervalle  $\pm 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$
  - Ø Ecart-type  $\leq 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$



**2. Pratiques QA/QC à mettre en place  
pour l'utilisation des jauges Bêta BAM  
1020 de Met One Instruments  
(revendeur Envicontrol)**



## Installation sur site



- **Les conditions suivantes doivent être respectées :**
  - ⊗ Soft : version **V3.2.4** ou ultérieure
  - ⊗ Installation dans une station dont la température ne varie pas de plus de **2°C/heure** (à vérifier plage TUV – Utilisation 0-50°C)
  - ⊗ Utilisation du « Smart Heater » avec déclenchement à **35% ou 45% RH** (A vérifier TUV – Différence  $PM_{10}/PM_{2.5}$ )
  - ⊗ Mise à la masse du conduit surtout si présence ligne à haute tension, antennes RF, orages fréquents + mise à la masse du châssis
  - ⊗ Préchauffage d'une heure `` stabilisation détecteur
  - ⊗ Durée de comptage à uniformiser à 8 min ( $PM_{10}/PM_{2.5}$ )
  - ⊗ Mise en place ruban filtre + lancement procédure d'auto-test : filtre, débit, cale référence
  - ⊗ Vérification étanchéité + débit de prélèvement
  - ⊗ Réalisation d'un test de vérification du zéro

9

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



## Critères de suivi de fonctionnement - 1



- **Contrôle de « l'environnement de l'appareil »**
  - ⊗ Nettoyage de la tête de prélèvement (fonction site conseillé é trimestriel)
  - ⊗ Nettoyage buse et grille à l'**isopropanol** + cabestan (**mensuel**)
  - ⊗ Nettoyage du conduit de prélèvement et de l'appareil (annuel)
  - ⊗ Maintenance du groupe de pompage (biannuelle)
  - ⊗ Vérification des sondes de température et d'humidité relative (semestrielle) à **méthodologie et moyens à mettre en œuvre à définir**
  - ⊗ Changement du ruban filtre (bimensuel)
  - ⊗ Nettoyage du filtre d'ébris papier (annuel ou si perçage papier)
- **Contrôle « électronique » de l'appareil**
  - ⊗ Vérification de la synchronisation de l'horloge (mensuel)
  - ⊗ Vérification des messages d'erreur (mensuel)
  - ⊗ Vérification de la stabilité du détecteur (`` Mise en place d'une carte de contrôle sur mesure cale étalon)
  - ⊗ Lancement procédure d'auto-test (bisannuel)

10

CS Mesures Automatiques – LNE, Paris – 12 nov. 2013



## Critères de suivi de fonctionnement - 2



- **Contrôle « métrologique » de l'appareil**
  - ⊗ *Contrôle de la jauge avec cale étalon de l'appareil (horaire)*
  - ⊗ *Contrôle du débit de prélèvement avec débitmètre raccordé et éventuellement étalonnage (mensuel)*
  - ⊗ *Test d'étanchéité du système ou de l'appareil (mensuel)*
  - ⊗ *Test du « Smart Heater » (semestriel ??)*
  - ⊗ *Test vérification zéro appareil (annuel)*
- **Contrôle « intégrité radioactive » de l'appareil**
  - ⊗ *Test de contamination de l'appareil par mesure avec rayonnement source bloqué : filtre métal à insérer entre source et détecteur (mensuel)*



## Test de vérification du zéro



- **A réaliser sur site (en condition mesure) – Dans manuel français recommandation de réaliser l'essai en air intérieur (??)**
- **Matériel à utiliser ?**
  - ⊗ *Kit d'adaptation (Réf. : BX-302)*
  - ⊗ *Filtre 0,2 µm*
- **Procédure à appliquer ?**
  - ⊗ *Réalisation d'un contrôle d'étanchéité*
  - ⊗ *Durée : 72h mini*
  - ⊗ *Mesure 1h*
- **Critères à vérifier ?**
  - ⊗ *Valeur moyenne de zéro issue du test 72h dans l'intervalle  $\pm 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$*