

NOTE DU LCSQA – Métrologie – Assurance Qualité : **Intercomparaison des stations de mesures**

Premiers tests d'intercomparaison des analyseurs de particules TEOM FDMS 1405F

F. MARLIERE (LCSQA/INERIS)

Personnes ayant participé à l'étude : R. AUJAY (LCSQA/INERIS), B. ROCQ (Atmo Picardie)

CONTEXTE

Le programme des intercomparaisons 2010 avait planifié un exercice national concernant les analyseurs TEOM avec module FDMS. Devant les interrogations des AASQA en attente d'équipement portant sur les performances des appareils 1405F (TEOM-FDMS de nouvelle génération) récemment mis sur le marché, le programme a finalement été axé sur ce type d'appareil. Pour ce faire, la collaboration d'Atmo Picardie a été essentielle dans la mesure où cette AASQA était en attente de réception de 6 analyseurs 1405F. Ces équipements ont fait l'objet de l'exercice d'intercomparaison sur l'installation de la station de Creil au cours des mois d'avril et mai 2010. Les tests ont consisté à soumettre les appareils à différentes conditions de fonctionnement :

- Blanc d'instrument sous filtre absolu
- Analyse d'air ambiant dopé de particules carbonées grâce au dispositif d'enrichissement utilisé par le LCSQA depuis plusieurs années¹. Le test a été réalisé avec et sans manchon isolant au niveau de la ligne d'échantillonnage.

Les données de mesure moyennées sur 10 minutes ont été collectées via les mémoires internes de chaque appareil.

Au-delà des observations du comportement des appareils, les données de mesures ont été soumises au traitement statistique permettant de déterminer l'incertitude de mesure en fonction de la concentration. Le traitement des données s'est effectué sur les moyennes 10 minutes. L'approche mise en œuvre pour le traitement des données est définie au sein de la norme ISO 5725-2 qui permet de déterminer :

- la variance de répétabilité,
- la variance interlaboratoire,
- l'intervalle de confiance de reproductibilité associé aux mesures fournies par l'ensemble des participants (norme ISO 5725-2).

Dans notre cas précis, la variance de répétabilité n'a pas été intégrée aux calculs car les appareils présents ont été considérés individuellement.

¹ Rapport LCSQA 2009 – F. MARLIERE - « Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison PM10 (1/4)

DESCRIPTION DE LA CAMPAGNE

Les figures 1 et 2 présentent le dispositif d'essais à l'intérieur et l'extérieur de la station de mesure.



Figure 1 : Vue des TEOM FDMS 1405F installés dans la station



Figure 2 : Vue du dispositif de coiffage permettant le dopage en particules

Préalablement aux essais, Atmo Picardie a effectué les contrôles de KO, de débits et réalisé un test de fuite sur chaque instrument afin de valider leur bon fonctionnement, conformément aux recommandations du rapport LCSQA 2010 « Guide pour l'utilisation du TEOM FDMS - réf. DRC-10-111577-13359A ».

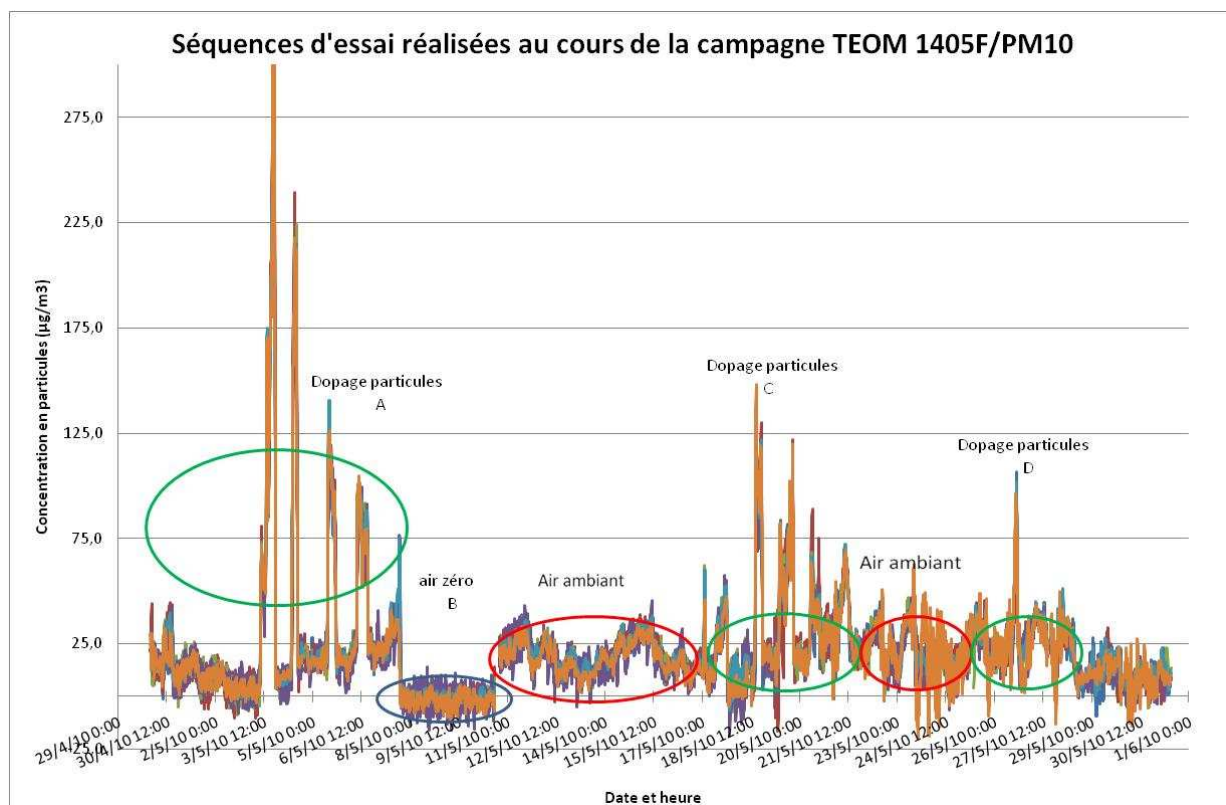


Figure 3 : Séquençage des essais

La figure 3 présente le déroulement de la campagne d'essais. On note :

- un essai de dopage sans isolation de la ligne d'échantillonnage (A),
- un essai de mesures sous air zéro (air ambiant filtré) visant à vérifier les critères d'acceptabilité du constructeur ($\pm 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ sur moyenne huit heures et écart-type de $\pm 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$) (B),
- un essai de dopage avec isolation de la ligne d'échantillonnage (C),
- La poursuite de l'essai de dopage avec isolation de la ligne d'échantillonnage (D).

RESULTATS

Durant l'ensemble de la campagne on aura relevé ponctuellement le comportement incohérent de deux analyseurs, sans raison apparente (voir figure 4 et 5). Les mesures associées n'ont cependant pas été écartées par le test de Grubbs vérifiant l'homogénéité des mesures entre appareils. Elles expliquent en partie la forte dispersion de mesures.

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
Période de dopage n° 1/11**

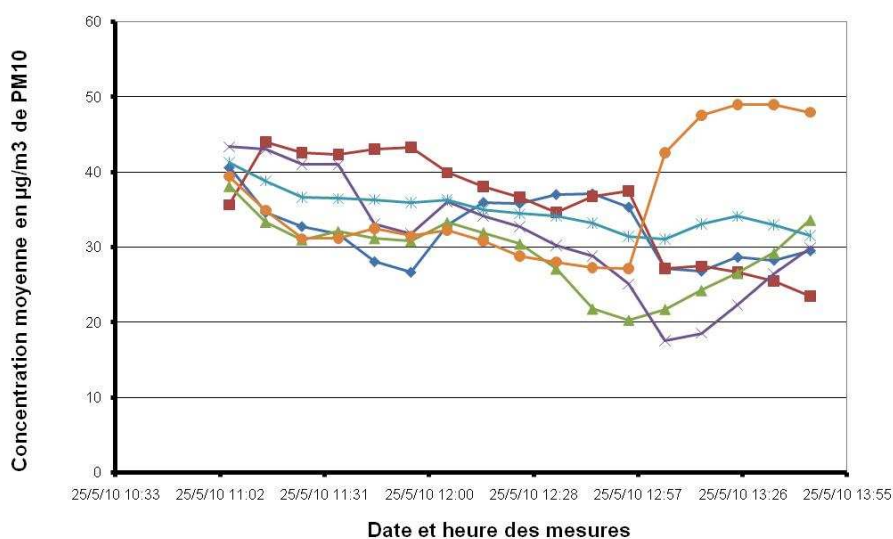


Figure 4 : Comportement atypique d'un 1405F (courbe orange)

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
Période de dopage n°7/11**

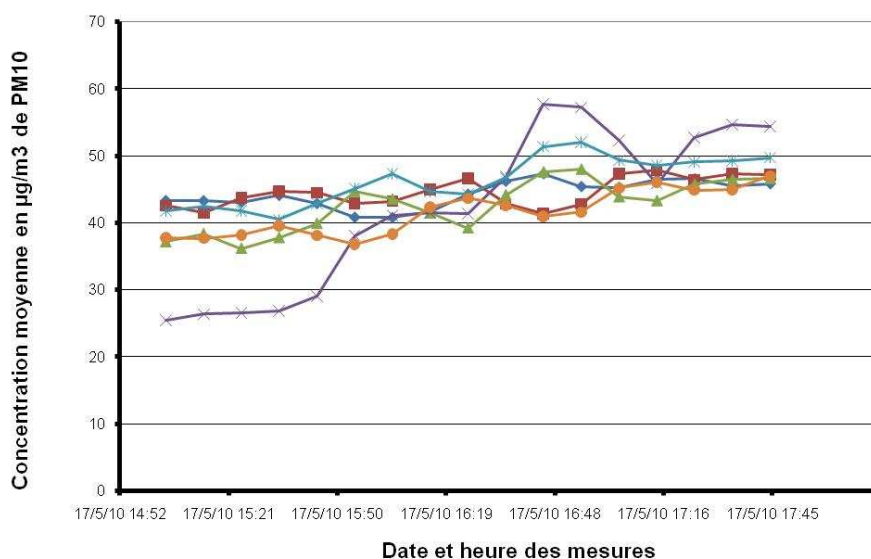


Figure 5 : Comportement atypique d'un 1405F (courbe violette)

Essai sous air zéro

Conformément aux préconisations du constructeur, les 24 premières heures n'ont pas été retenues pour le calcul des moyennes et des écarts-types sur les 8 heures suivantes. Une fois les premières 24 heures passées, 5 tests de blanc consécutifs ont été réalisés. Les résultats sont présents dans le tableau 1.

On note que 2 appareils (références 20806 et 20790) ne respectent pas les critères du constructeur. Toutefois on rappellera que ces essais ont été menés sur des appareils neufs parmi les premiers réceptionnés en France, que les sècheurs de ces appareils étaient d'ancienne génération, et enfin que les contrôles qualité du constructeur n'étaient pas optimisés à l'époque. Il était donc possible que certains appareils livrés soient partiellement défectueux de ce point de vue.

De plus, on note que la future norme sur les analyseurs automatiques de PM ne fixera pas de critères sur l'écart-type et ne mentionnera vraisemblablement qu'une tolérance de +/- 3 µg/m³ en moyenne au lieu de 2 actuellement préconisé par le constructeur. Aucun des appareils testés ici ne serait dans ce cas.

Sans solution de rechange, ces appareils ont été conservés pour la durée de l'exercice.

moyenne 8Hr		20825	20827	20829	20806	20836	20790
#1	moyenne	-1,0	-1,2	0,1	-1,7	-0,1	-2,2
	ecart-type	1,7	2,2	3,6	6,1	2,0	2,8
#2	moyenne	-1,0	-1,8	0,2	-1,1	0,4	-1,1
	ecart-type	2,3	2,3	4,3	7,0	2,2	3,1
#3	moyenne	-1,5	0,6	-1,3	-0,3	-0,3	-2,3
	ecart-type	2,8	2,5	4,0	6,1	2,1	2,6
	moyenne	-0,8	-1,5	-1,4	-2,0	-0,2	-4,0
	ecart-type	3,0	3,2	2,8	6,0	1,6	3,0
#4	moyenne	0,5	0,0	-1,4	-2,5	0,1	-0,8
	ecart-type	2,7	2,8	2,6	4,8	2,3	3,8
#5	moyenne	-0,8	0,6	-1,6	-3,1	-0,2	-1,1
	ecart-type	2,4	2,6	2,5	5,5	1,8	3,1
#6	moyenne	-0,2	-0,8	-0,4	-1,8	-0,2	-2,6
	ecart-type	3,0	2,9	3,3	5,4	2,2	3,3

Tableau 1 : résultats des tests sous air zéro

Dopage sans isolation de la ligne d'échantillonnage

Les résultats des traitements de données issues des mesures d'air ambiant dopé sont présentés sur les graphiques 6 et 7 ci-dessous, sous forme de données brutes dans un premier temps, puis sous forme de moyenne des mesures de l'ensemble des analyseurs.

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
avant tests de Cochran & Grubbs**

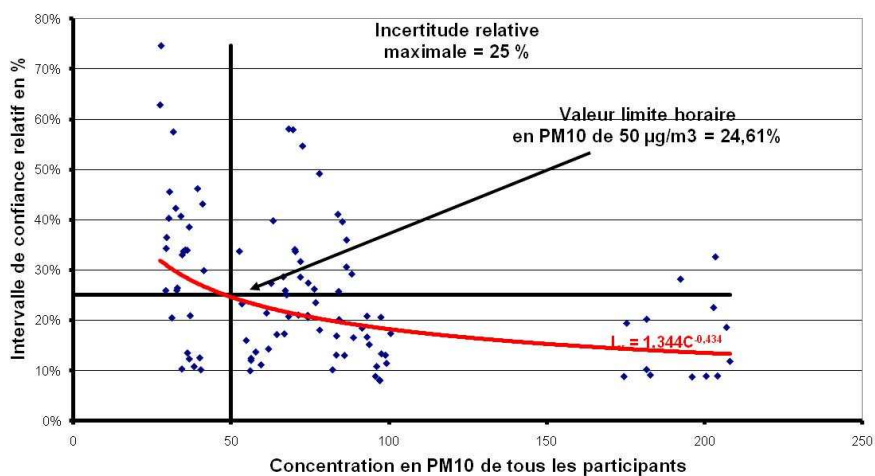


Figure 6 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données brutes (10 min.)

On note une forte dispersion de l'incertitude sur les données de mesures individuelles (moyennes glissantes sur 10 minutes – figure 6) qui conduit une fois moyenné (voir figure 7) à une incertitude moyenne de 11 % à la valeur de 50 µg/m³.

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
après tests de Cochran & Grubbs**

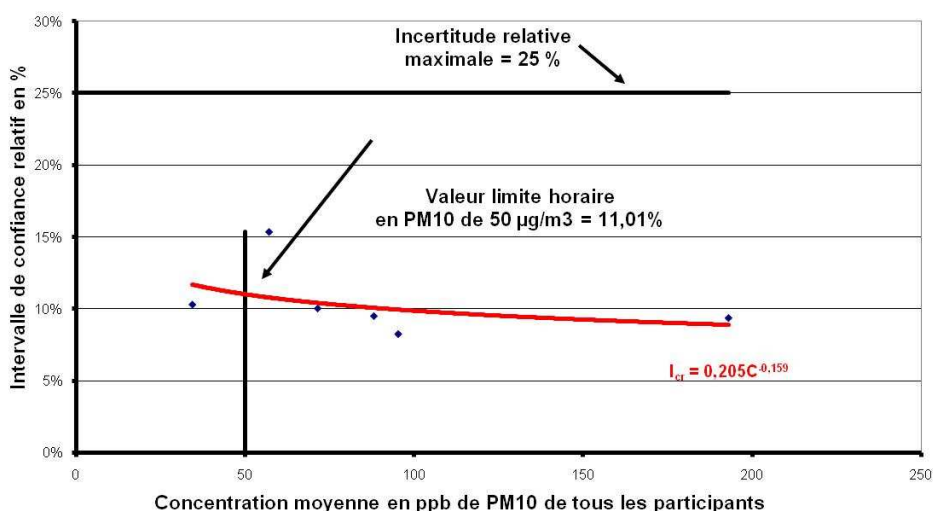


Figure 7 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données moyennées par palier

Le même traitement a été effectué sur des données horaires (voir figures 8 et 9) tel que recommandé pour la comparaison des données d'analyseurs TEOM. Dans ce cas le traitement repose sur peu de données pour chaque palier de concentration, le dispositif de dopage ne permettant pas de fonctionner plus de 2 à 3 heures par palier. La dispersion est donc limitée mais au final l'incertitude moyenne reste inchangée.

**Intercomparaison TEOM 1405F Horaire de mai 2010 - Polluant PM10
avant tests de Cochran & Grubbs**

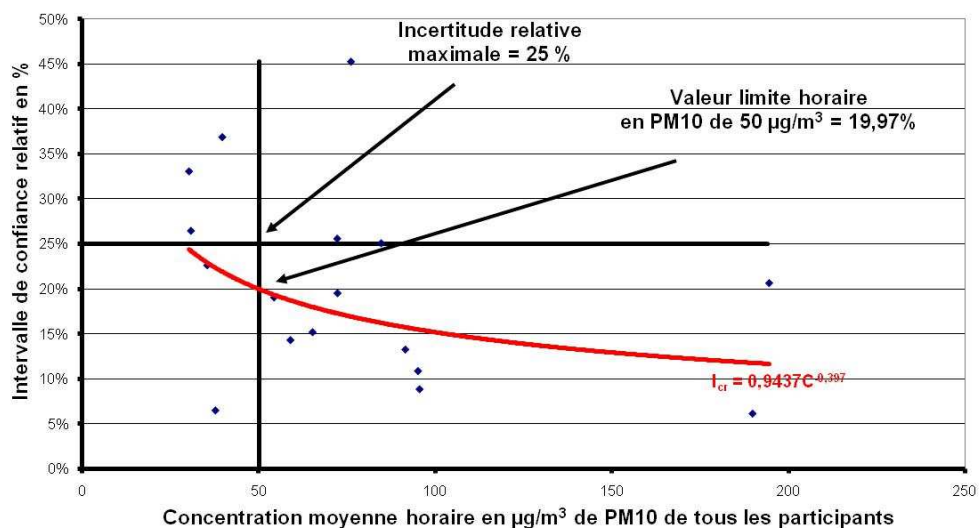


Figure 8 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données horaires

**Intercomparaison TEOM 1405F Horaire de mai 2010 - Polluant PM10
après tests de Cochran & Grubbs**

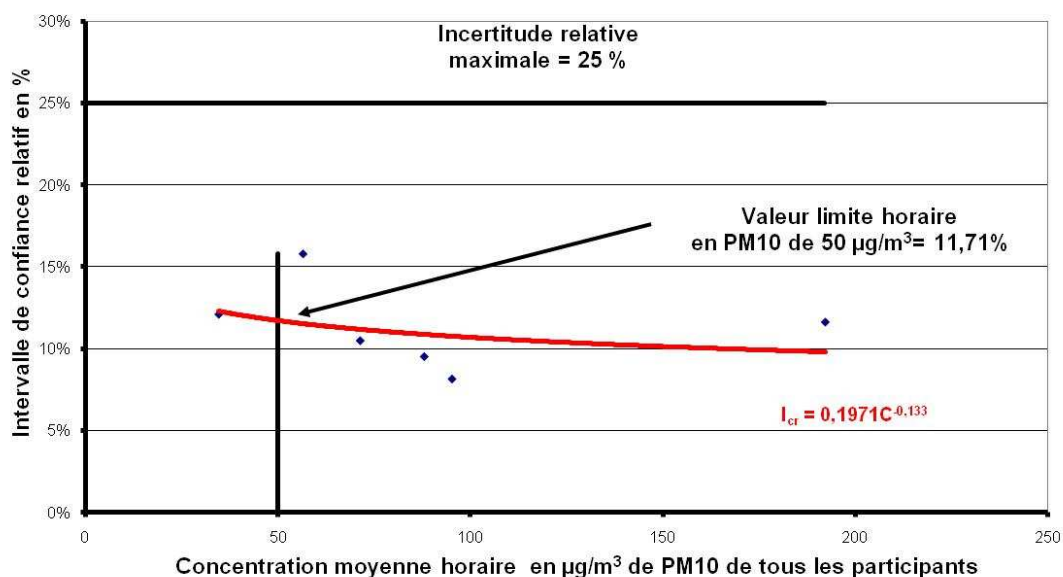


Figure 9 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données horaires moyennées par palier

Dopage avec isolation de la ligne d'échantillonnage

Les résultats sont présentés sous la même forme que précédemment (figures 10 et 11). On note là encore une forte dispersion de l'incertitude sur les données individuelles. Une fois moyennés, ces résultats conduisent à une incertitude moyenne de 16 % à la valeur de 50 µg/m³, du même ordre de grandeur que le cas de figure précédent.

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
avant tests de Cochran & Grubbs**

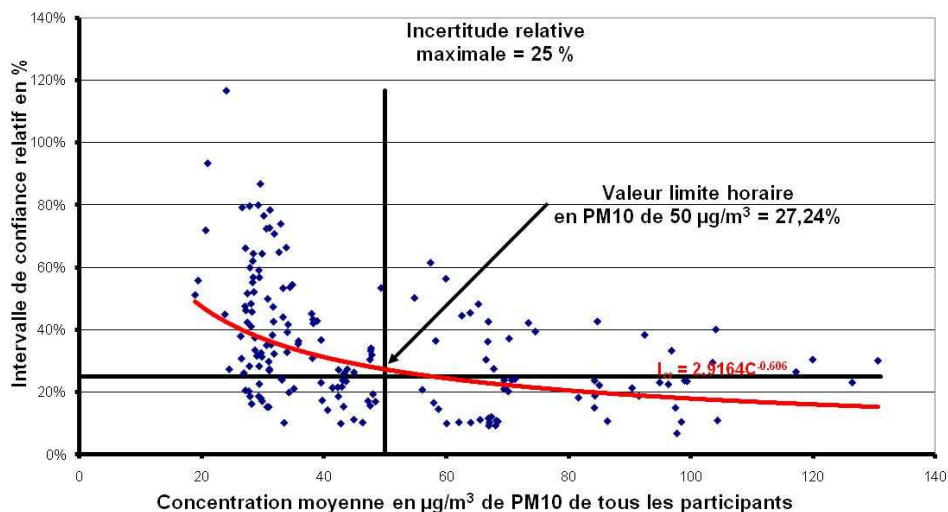


Figure 10 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données brutes (10 min.)

**Intercomparaison TEOM 1405F de mai 2010 - Polluant PM10
après tests de Cochran & Grubbs**

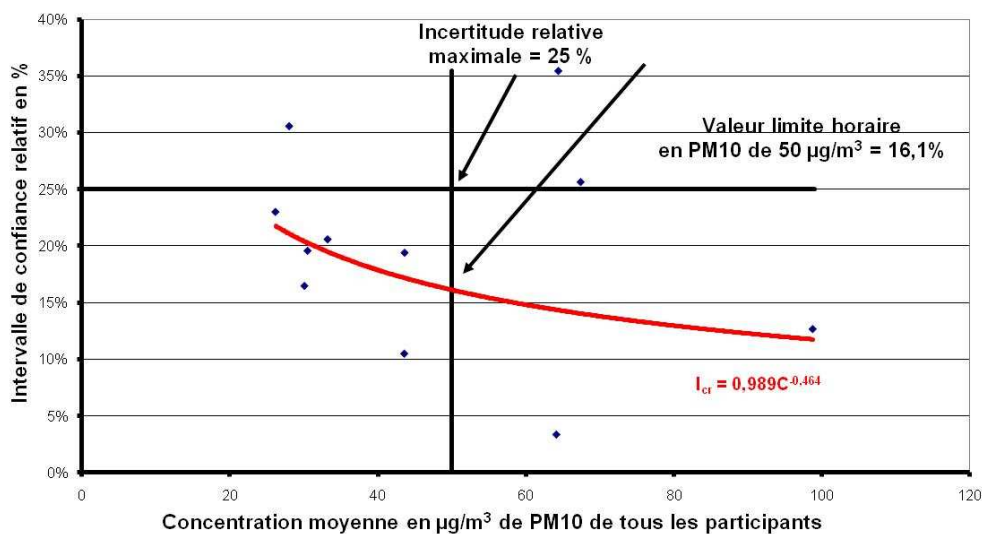


Figure 11 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données moyennées par palier

Là encore, un traitement a été effectué sur des données horaires (voir figure 12 et 13). On observe la diminution de la dispersion pour les mêmes raisons que le cas de figure précédent. L'incertitude globale diminue légèrement pour descendre sous les 15% à la concentration de 50 µg/m³.

**Intercomparaison TEOM 1405F Horaire de mai 2010 - Polluant PM10
avant tests de Cochran & Grubbs**

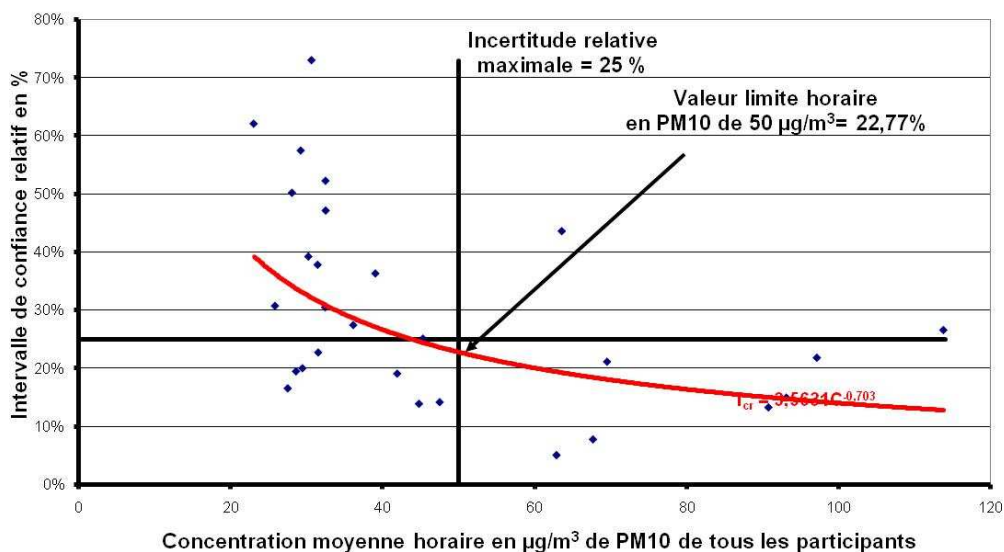


Figure 12 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données horaires

**Intercomparaison TEOM 1405F Horaire de mai 2010 - Polluant PM10
après tests de Cochran & Grubbs**

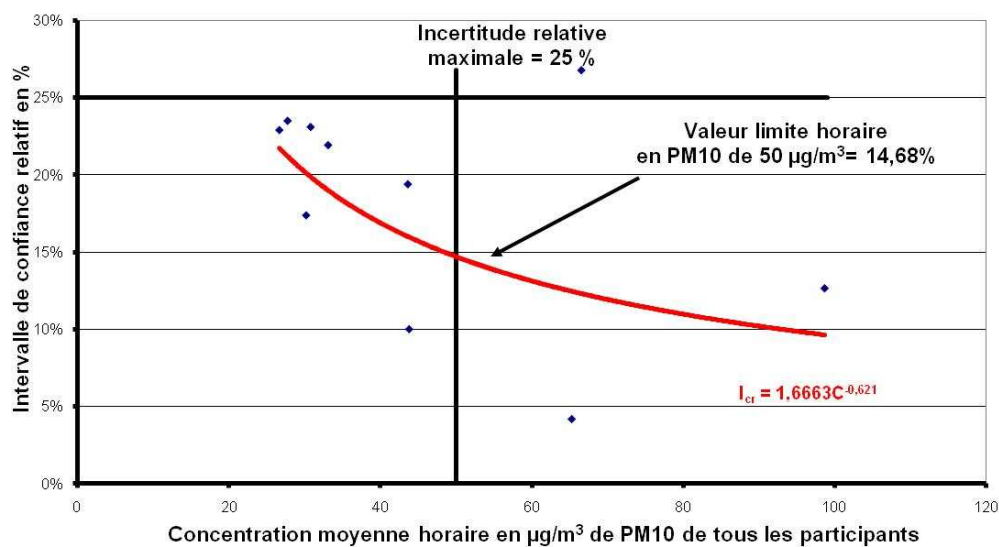


Figure 13 : Incertitudes de mesures issues du traitement des données horaires moyennées par palier

CONCLUSION

Dans les conditions de l'exercice, le traitement de données effectué sur les valeurs de moyenne glissante 10 minutes ne permet pas de distinguer un apport bénéfique de l'isolation des lignes d'échantillonnage sur la qualité de la mesure.

Dans les deux cas de figure (avec et sans manchon isolant) on aura noté une forte dispersion des incertitudes calculées individuellement (toutes les 10 minutes) reflétant la dispersion des données inter analyseurs.

Après traitement statistique des données lissées, ces résultats conduisent à une incertitude globale de 11 à 16 % à la valeur de $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$, ce qui reste inférieur à l'exigence de la Directive Européenne (25 %) et comparable aux incertitudes obtenues lors des démonstrations d'équivalence des TEOM-FDMS d'ancienne génération.

Toutefois ce test statistique ne peut être considéré comme totalement satisfaisant de par la dispersion déjà évoquée, le fait de procéder au traitement statistique sur un petit nombre d'analyseurs (faible poids statistique), et surtout d'exploiter les données 10 minutes alors qu'il est recommandé d'utiliser des données horaires.

Le traitement des données horaires conduit à une limitation de la dispersion des données mais ne repose que sur 2 à 3 points de données par instrument et par palier de dopage. L'incertitude de mesure globale, avec ou sans installation d'un manchon isolant autour de la ligne de prélèvement, est indifféremment de l'ordre d'une dizaine de pourcent.

Ces conditions d'essais sont donc à améliorer afin de tester les appareils et traiter les données de manière optimales. Il convient donc de programmer à court terme une évolution du dispositif de dopage permettant la génération de paliers de concentration d'une durée de l'ordre de 8 heures. D'autre part, l'augmentation de la capacité d'accueil de la station de mesure à 8 instruments est à envisager pour accroître le poids statistique du traitement de données. Cette réflexion sera menée avec Atmo Picardie.