



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Métrologie - Appareils de mesure

Etude des performances des appareils de mesure: Performances des analyseurs d'ozone utilisés pour la mesure fixe

Programme 2011

N.BOCQUET





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, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Energie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Ecologie, du Développement durable, des Transports et du Logement. Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au MEDDTL et aux AASQA.

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



Etude des performances des appareils de mesure: performances des analyseurs d'ozone utilisés pour la mesure fixe

Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

Métrologie – Etude des performances des appareils de mesure

Programme financé par la
Direction Générale de l'Energie et du Climat (DGEC)

2011

N.BOCQUET, O. FAVEZ

Ce document comporte 19 pages (hors couverture et annexes)

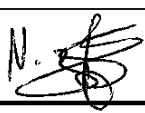
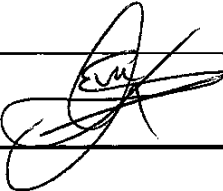
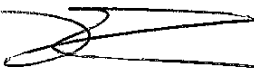
	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	N.BOCQUET	E. LEOZ	N. ALSAC
Qualité	Technicien Unité CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable Unité CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable du pôle Caractérisation de l'environnement Direction des Risques Chroniques
Visa			

TABLE DES MATIÈRES

RESUME	7
1. INTRODUCTION	8
2. ANALYSEURS TESTES	8
3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE L’AIR ENVIRONNANT	10
3.1 Rappel étude 2007	10
3.2 Etude 2011	11
3.3 Conditions opératoires	12
3.4 Résultats	12
4. INFLUENCE DE L’HUMIDITE SUR LA DERIVE A COURT TERME	14
4.1 Rappel étude 2007	14
4.2 Etude 2011	15
4.3 Conditions opératoires	16
4.4 Résultats	16
5. CONCLUSION	19
6. LISTE DES ANNEXES	19

RESUME

Une étude menée en 2007 sur des analyseurs d'ozone a permis de mettre en évidence des comportements non linéaires des appareils en fonction des concentrations et des facteurs d'influence (température, tension, dérive, interférents).

Il a été observé que l'influence de la température nécessiterait d'être mieux connue dans la plage des températures usuellement rencontrées dans les stations de mesure et que la dérive à court terme était soumise à l'influence d'un paramètre indéterminé qu'il conviendrait d'identifier (l'humidité relative étant suspectée comme un possible facteur explicatif).

La présente étude réalisée en 2011 a permis d'étudier le comportement d'analyseurs d'ozone sur une gamme de température allant de 18°C à 25°C et d'observer l'effet de l'humidité de l'air ambiant sur le test de la dérive à court terme.

Six analyseurs d'ozone ont été testés : 2 analyseurs TEI génération c, 2 analyseurs TEI génération i, 1 analyseur Environnement SA génération 1M et 1 analyseur API 400E.

Les résultats indiquent une influence de la température qui varie selon le gradient de température et les concentrations appliqués. Il apparaît que les analyseurs sont globalement plus sensibles à une légère chute de température (de 22°C à 18°C) qu'à une légère augmentation de température (de 22°C à 25°C). En effet, les analyseurs ne satisfont pas au critère de performance pour 18°C mais ils y répondent à 25°C. Ce phénomène est identique sur cinq des analyseurs testés. Ces résultats devront être présentés et discutés au sein du groupe de normalisation européen WG12 du CEN/TC 264.

L'étude a également mis en évidence que l'alimentation des analyseurs avec un air zéro contrôlé en humidité ne changeait pas la sensibilité des analyseurs à la dérive même si celle-ci varie différemment selon l'humidité de l'air. La dérive observée dans les 2 cas étudiés reste, malgré tout, conforme aux exigences de la réglementation en vigueur tout comme en 2007.

1. INTRODUCTION

En 2007 une étude a été menée sur des analyseurs d'ozone afin de déterminer si les caractéristiques de performance d'un analyseur peuvent être extrapolées lors de l'établissement d'un budget d'incertitudes et éventuellement de proposer des règles d'extrapolation.¹ Différents paramètres que ceux appliqués lors de l'évaluation de l'appareil avaient été testés :

- concentration en déterminant,
- concentration en interférents,
- niveaux de facteur d'influence (température, humidité).

Quatre analyseurs d'ozone avaient été mis en tests, deux O341M de la marque Environnement SA, et deux O349C de marque Thermo Environmental. Il était apparu que la plupart des caractéristiques de performance d'un analyseur ne peuvent pas être extrapolées lors de l'établissement du budget d'incertitudes. En particulier, il apparaissait que les ratios entre l'écart observé en concentration et la variation en mesurande du facteur d'influence testé ne sont pas invariants.

Ces tests avaient également mis en évidence que :

- les essais de dérive à court terme étaient soumis à l'influence d'un paramètre indéterminé, même si cette influence était faible et ne remettait pas en cause la conformité des analyseurs vis-à-vis de cet essai,
- l'influence de la température mise en évidence nécessiterait d'être mieux connue dans la plage des températures usuellement rencontrées dans une station de mesure.

Nous proposons donc dans le présent rapport de regarder l'influence de la température dans une gamme autour de 20°C et d'observer l'influence de l'humidité sur le retour à l'équilibre des analyseurs. Pour rappel, l'ensemble de la fiche descriptive des travaux LCSQA 2011 sur les performances des analyseurs automatiques est présentée en annexe 1.

2. ANALYSEURS TESTES

Les tests ont été réalisés sur six analyseurs d'ozone disponibles au laboratoire : deux analyseurs TEI 49c, deux analyseurs TEI 49i, un analyseur Environnement SA O3 41M et un analyseur API 400E. Les analyseurs TEI 49i et API 400E sont approuvés par type.

Ces types d'analyseurs sont très présents dans le parc d'analyseurs d'ozone des AASQA. Ils fonctionnent habituellement en continu dans des stations de surveillance de la qualité de l'air. Pour chaque analyseur, la gamme 0-500 ppb a été choisie, et le calibrage a été réalisé à 400 ppb.

Le fabricant, le type ainsi que l'année de mise en service de chaque analyseur sont détaillés dans le Tableau 1. Dans ce tableau figure également la désignation de chaque analyseur qui figurera dans les tableaux de résultats.

¹ Rapport LCSQA 2007 (N. Bocquet, G. Aymoz et C. Raventos), disponible à l'adresse suivante : <http://www.lcsqa.org/rapport/2007/ineris/etude-performance-appareils-mesure-automatiques>

Fabricant	Type	Année de mise en service	Désignation pour les résultats
TEI	49c	2002	49c MCE15113
TEI	49c	2002	49c MCE15114
TEI	49i	2007	49i MCE15115
TEI	49i	2008	49i MCE15118
API	400E	2009	400E MCE15123
Environnement SA	O341M	1996	O341M MCE15100

Tableau 1 : Caractéristiques des analyseurs étudiés

La Figure 1 représente le schéma du banc d'essai sans les matériels nécessaires à l'essai d'humidité.

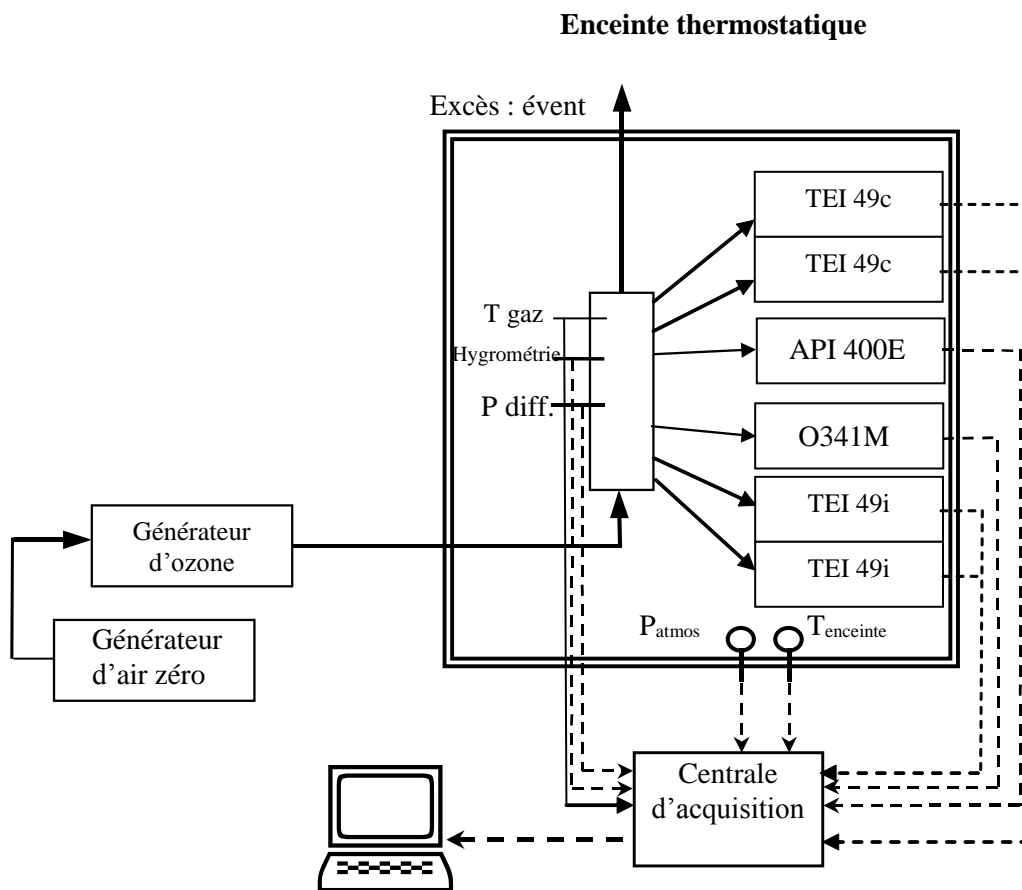


Figure 1 : Schéma du banc d'essai

3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE L'AIR ENVIRONNANT

3.1 RAPPEL ETUDE 2007

L'étude réalisée en 2007 sur 2 analyseurs 49c (Thermo1 et 2) et 2 analyseurs O341M (Enviro 1 et 2) avait mis en évidence que :

- les analyseurs Thermo 1, Enviro 1 et Enviro 2 n'étaient pas conformes au critère de performance pour les concentrations 125 ppb, 220 ppb et 435 ppb d'ozone mais étaient conformes pour 0 ppb et 85 ppb d'ozone. L'analyseur Thermo 2 était conforme pour les concentrations 0, 85, 125 ppb d'ozone (Tableau 2).

Niveau de concentration en ppb	Température	Coefficient de sensibilité à la température en ppb/°C			
		Thermo1	Enviro 1	Thermo2	Enviro2
0	10°C	0,07	0,12	0,18	0,03
	30°C	0,00	0,03	0,19	0,06
	40°C	0,01	0,06	0,11	0,07
85	10°C	0,80	0,73	0,51	0,80
	30°C	0,82	0,92	0,51	0,74
	40°C	0,42	0,55	0,29	0,34
125	10°C	1,05	1,09	0,82	1,13
	30°C	1,13	1,42	0,87	1,14
	40°C	0,58	0,78	0,48	0,52
220	10°C	2,15	1,99	1,65	2,01
	30°C	2,14	2,27	1,65	1,99
	40°C	1,15	1,34	1,01	1,01
435	10°C	4,01	4,09	3,39	3,91
	30°C	4,03	4,66	3,55	4,13
	40°C	2,08	2,54	1,88	1,99

Tableau 2 : Coefficient de sensibilité à la température (étude 2007)

- quelle que soit la concentration en ozone ou la température étudiée, la valeur mesurée par les 4 analyseurs était inférieure à la valeur mesurée à 20°C (figure 2).

Ces résultats de non-conformité aux tests d'approbation par type décrits par la norme NF EN 14625 ont été discutés dans le cadre du groupe européen de normalisation du CEN/TC 264. Les différences observées par différents laboratoires lors de la réalisation de ce type de tests peuvent s'expliquer par l'ambiguïté des conditions de leur réalisation, le contrôle de la température n'étant parfois appliqué qu'à l'air échantillonné.

En tout état de cause, ces résultats posaient question quant à l'influence réelle de la température ambiante pour des variations de températures plus proches de celles rencontrées habituellement en station (autour de 20°C).

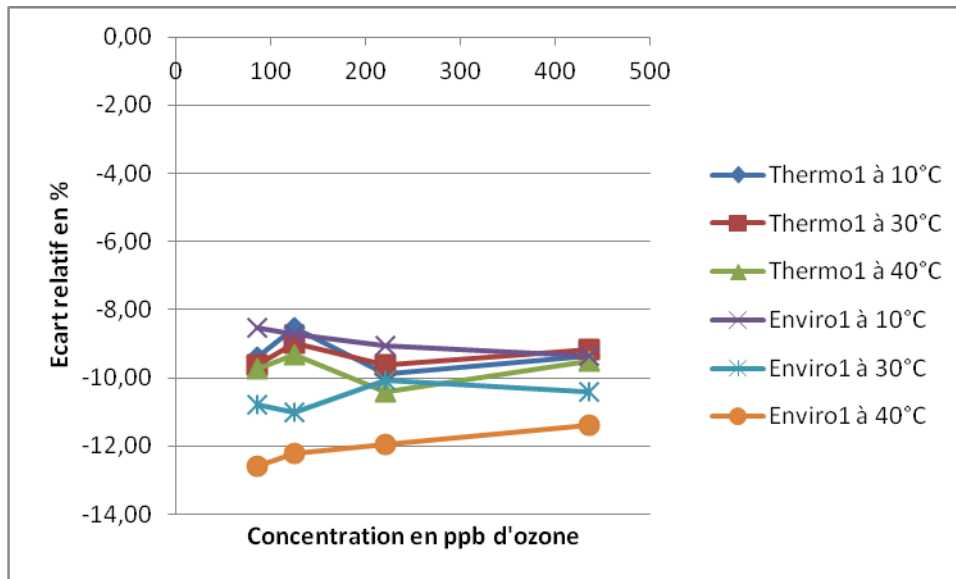


Figure 2 : Ecart relatif de la réponse des analyseurs à 10°C, 30°C et 40°C en fonction de la concentration (étude 2007)

3.2 ETUDE 2011

Les travaux réalisés en 2011 correspondent à des tests permettant d'étudier l'influence de la température sur une gamme de température resserrée autour de 20°C afin de connaître réellement l'influence de ce paramètre dans la gamme température d'utilisation en routine.

La norme NF EN 14625 préconise de réaliser les essais à 70-80% de la valeur maximale de l'étendue de mesure certifiée. Les essais ont ici été réalisés à plusieurs concentrations d'ozone.

Afin d'exclure toute dérive éventuelle due à des facteurs autres que la température, les mesurages à T_{enceinte} sont moyennés, ce qui conduit à la formule suivante pour le calcul de l'influence de la température de l'air environnant :

$$b_{\text{st}} = \left| \frac{\overline{Y}_T - \frac{\overline{Y}_1 + \overline{Y}_2}{2}}{T - T_{\text{enceinte}}} \right|, \text{ où :}$$

b_{st} est l'influence de la température de l'air environnant au zéro ou en concentration, et à la température de l'essai T (ppb/K) ;

\overline{Y}_T est la moyenne des mesurages à T (ppb) ;

\overline{Y}_1 est la première moyenne des mesurages à T_{enceinte} (ppb) ;

\overline{Y}_2 est la seconde moyenne des mesurages à T_{enceinte} (ppb) ;

T_{enceinte} est la température de l'air environnant dans le laboratoire (°C) ;

T est fixé ici à 22°C.

Selon la norme NF EN 14625, l'influence de la température retenue correspond à la plus grande des 2 valeurs issues des 2 calculs à T_{min} et T_{max} . Le critère de performance doit être ≤ 1 ppb/°C.

3.2.1 CONDITIONS OPERATOIRES

L'essai s'est déroulé en accord avec les préconisations de la norme NF EN 14625 et selon les conditions opératoires décrites dans le Tableau 3.

Paramètres d'essai	Valeurs
Températures testées (ordre chronologique)	22°C, 18°C, 22°C, 25°C et 22°C
Concentrations du gaz d'essai (ordre chronologique)	240 ; 95 ; 0 ; 140 ; 480 ppb
Nombre d'essais	1 à chaque température

Tableau 3 : Conditions opératoires pour la détermination de l'influence de la température

Les analyseurs sont placés dans une enceinte climatique régulée à 22°C. Les 5 concentrations d'ozone sont injectées pendant 1 heure sur chaque point. La température de l'enceinte est alors modifiée et les analyseurs sont laissés pour stabilisation durant la nuit. Après cette période de stabilisation, les 5 concentrations sont à nouveau injectées dans les analyseurs. Cette opération est répétée pour chaque température testée.

3.2.2 RESULTATS

Les résultats sont résumés dans le Tableau 4 et illustrés par les figures 3 et 4.

Niveau de concentration en ppb	Température en °C	Coefficient de sensibilité à la température en ppb/°C					
		MCE15100 O341M	MCE15113 49c	MCE15114 49c	MCE15118 49i	MCE15123 400E	MCE15115 49i
0	18°C	0,08	0,09	0,12	0,01	0,04	0,03
	25°C	0,07	0,03	0,04	0,00	0,04	0,07
95	18°C	0,98	1,21	1,14	1,05	1,02	0,96
	25°C	0,23	0,05	0,01	0,07	0,05	0,04
140	18°C	0,73	0,71	0,63	0,65	0,77	0,82
	25°C	0,66	0,21	0,21	0,19	0,40	0,32
240	18°C	1,74	2,34	1,78	1,86	1,75	2,28
	25°C	0,02	0,24	0,24	0,28	0,11	0,20
480	18°C	1,16	0,01	0,84	0,81	1,06	1,04
	25°C	0,07	0,03	0,12	0,26	0,21	0,03

Tableau 4: Coefficient de sensibilité des analyseurs pour chaque température et chaque concentration testées (température de référence : 22°C)

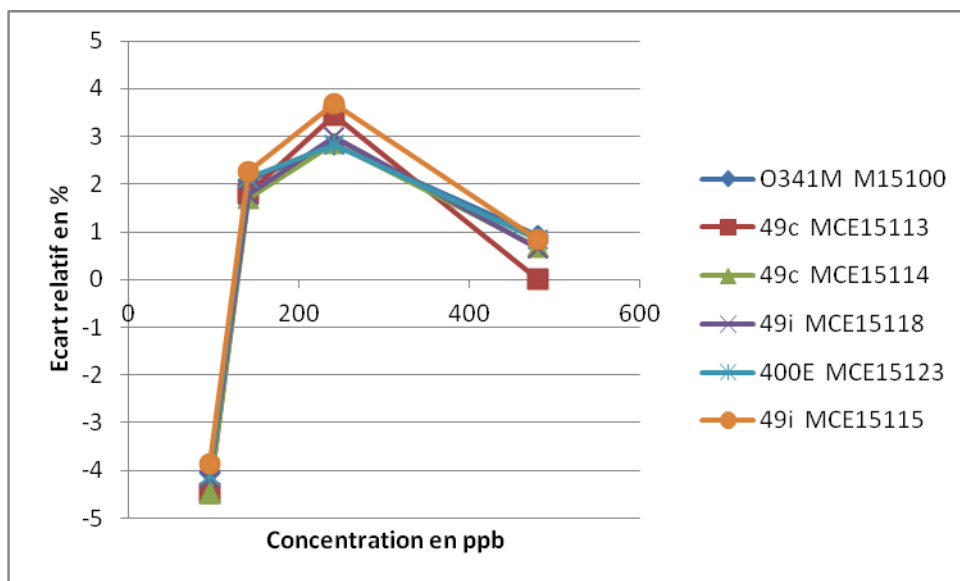


Figure 3 : Ecart relatif de la réponse des analyseurs à 18°C en fonction de la concentration (température de référence : 22°C)

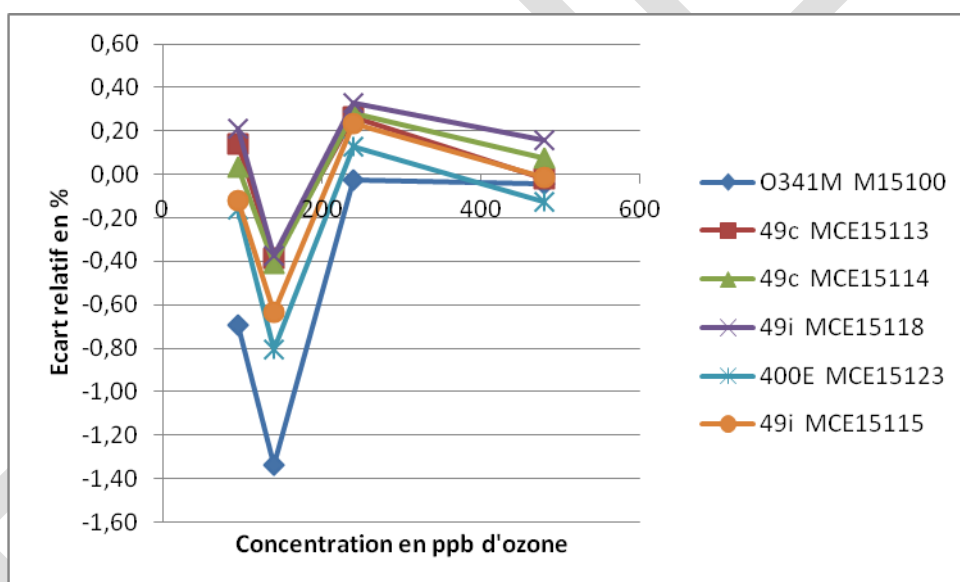


Figure 4 : Ecart relatif de la réponse des analyseurs à 25°C en fonction de la concentration (température de référence : 22°C)

Le détail de ces résultats est présenté en annexe 2. L'influence de la température semble globalement identique pour tous les analyseurs et varie selon le gradient de température appliqué et les concentrations testées. En effet:

- les analyseurs sont globalement plus sensibles à une légère chute de température (essai à 18°C) qu'à une légère augmentation de température. Il n'y a pas d'influence notable sur le coefficient de sensibilité à la température lorsque les essais sont réalisés à 25°C et ce, quelque soient les concentrations injectées dans les analyseurs: le coefficient de sensibilité calculé est systématiquement inférieur au critère de performance de la norme (1ppb/°C).

- A 0 ppb d'ozone et à 140 ppb d'ozone, il n'y a pas d'influence significative de la température sur les analyseurs.
- A 95 ppb d'ozone, seul l'O341M et un des 49i ont un coefficient de sensibilité à la température inférieur à 1; le coefficient du second 49i et celui du 400E n'étant que très légèrement supérieur à 1 (respectivement 1,05 et 1,02 ppb/°C).
- A 240 ppb d'ozone et 18°C, tous les analyseurs ont un coefficient de sensibilité à la température supérieur à 1.
- A 480 ppb d'ozone, L'O341M, le 400E et un des 49i ont un coefficient de sensibilité à la température supérieur à 1.

Ainsi, si l'étude menée en 2007 semblait mettre en évidence une règle de proportionnalité entre l'écart observé et la concentration aux températures étudiées (10, 20, 30 et 40°C) (cf. figure 2), à contrario, l'étude de 2011 ne permet pas d'établir ce type de relation pour des températures resserrées autour de 20°C. (cf. figures 3 et 4).

En revanche, comme en 2007, on peut constater que les analyseurs testés ne remplissent pas le critère de performance de la sensibilité à la température environnante, avec ici une plus grande sensibilité à 18°C qu'à 25°C. Ces résultats devront être présentés et discutés au sein du CEN/TC 264.

4. INFLUENCE DE L'HUMIDITE SUR LA DERIVE A COURT TERME

4.1 RAPPEL ETUDE 2007

L'étude de la dérive à court terme selon la norme NF EN 14625 (concentration en ozone égale à 0 ppb et 220 ppb) réalisée en 2007 mettaient en évidence que les 4 analyseurs testés étaient conformes au critère de performance sur 12 heures (Tableau 5). Par ailleurs, des essais supplémentaires réalisés à d'autres concentrations que celles préconisées par la norme faisaient apparaître les 4 analyseurs comme conformes au critère de performance. Néanmoins, pour la concentration de 435 ppb d'ozone, on observe une augmentation non-négligeable de la dérive à une valeur quasiment identique (-2,7 ppb en moyenne) pour les 4 analyseurs.

Concentrations (ppb)	Thermo 1	Thermo 2	Enviro 1	Enviro 2	Critère de performance
Zéro	0,223	0,034	-0,148	-0,231	≤2 ppb sur 12h
220	-1,204	0	0	0	≤6 ppb sur 12h
85	-0,363	0	0	0	
125	-0,845	-1,154	-1,154	-1,042	
435	-2,729	-2,900	-2,900	-2,394	

Tableau 5 : dérive à court terme (étude 2007)

La covariation observée pour l'ensemble des analyseurs aux différentes concentrations avait soulevé la question de l'influence d'un autre paramètre. Pendant les 12h séparant les injections de gaz de zéro et en concentrations, la norme prévoit que l'analyseur fonctionne en analysant l'air ambiant du laboratoire. Ainsi, durant cette période un air non contrôlé, notamment en humidité et composition (ozone et interférents) est analysé. De ce fait, il est tout à fait possible que l'un (ou une combinaison) de ces paramètres soit à l'origine du comportement observé. L'incertitude individuelle due à la dérive pourrait donc ne pas être liée uniquement à la dérive de l'appareil, et ainsi être surestimée.

4.2 ETUDE 2011

Les travaux réalisés en 2011 partent de l'hypothèse évoquée en 2007 et correspondent à des tests permettant d'étudier l'influence de l'humidité de l'air ambiant sur la dérive à court terme en faisant fonctionner les analyseurs à 2 humidités différentes durant les 12 heures d'attente entre les mesures.

Pour cet essai, 5 concentrations d'ozone sec ont successivement été introduites dans les analyseurs. Les analyseurs ont été mis, pendant 12 heures, sous alimentation par un air zéro humide, dont le taux d'humidité était connu, puis les mêmes concentrations d'ozone sec ont été de nouveau introduites. Un calcul de dérive a alors été réalisé de façon à connaître l'influence de l'humidité ambiante dans le test de dérive à court terme.

Les dérives à court terme au zéro et en concentration sont calculées comme suit :

$$D_{s,z} = (Y_{z,2} - Y_{z,1})$$

Où

$D_{s,z}$ est la dérive au zéro sur 12 heures (ppb) ;

$Y_{z,1}$ est la moyenne des mesures avec le gaz de zéro avant la période de dérive (ppb) ;

$Y_{z,2}$ est la moyenne des mesures avec le gaz de zéro à la fin de la période de dérive (12 heures) (ppb).

$$D_{s,s} = (Y_{s,2} - Y_{s,1}) - D_{s,z}$$

Où

$D_{s,s}$ est la dérive en concentration sur 12 heures (ppb) ;

$Y_{s,1}$ est la moyenne des mesurages en concentration avant la période de dérive (ppb) ;

$Y_{s,2}$ est la moyenne des mesurages en concentration à la fin de la période de dérive (12 heures) (ppb).

4.2.1 CONDITIONS OPERATOIRES

La configuration du banc d'essai qui a été utilisé est schématisée sur la Figure 5 :

- L'ozone est généré via un générateur MGC 101 à un débit de 8 litres par minute.
- L'air de zéro humide est généré par un générateur d'humidité Hovocal digital 411 puis introduit dans l'ampoule à la place de l'ozone.

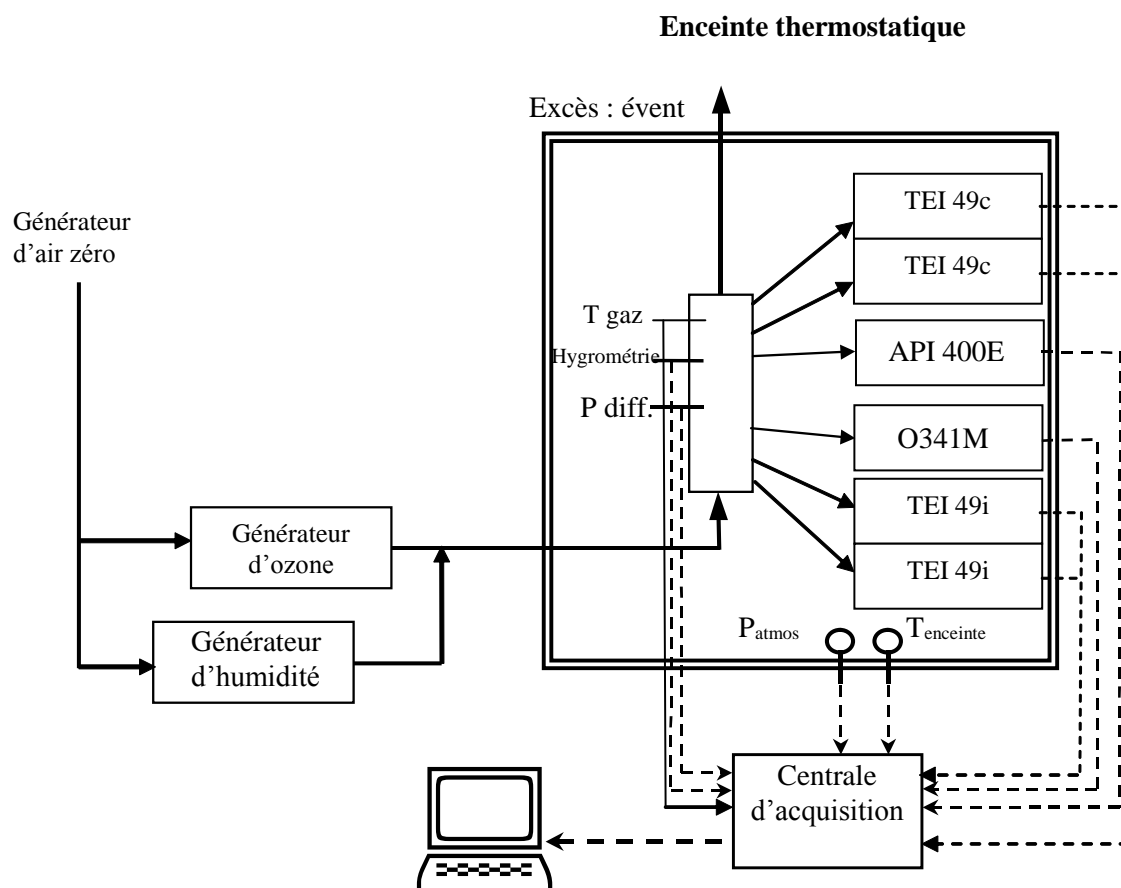


Figure 5 : schéma du banc d'essai lors de l'essai de dérive à court terme

L'essai s'est déroulé en accord avec les préconisations de la norme NF EN 14625 et selon les conditions opératoires décrites dans le Tableau 6.

Paramètres d'essai	Valeurs
Taux d'humidité testés (ordre chronologique)	43 et 75%
Concentrations du gaz d'essai (ordre chronologique)	240, 95, 0, 140, 480 ppb
Nombre d'essais	1 à chaque taux d'humidité

Tableau 6 : Conditions opératoires pour la détermination de l'influence de l'humidité sur la dérive à court terme

4.2.2 RESULTATS

Les résultats sont résumés dans les tableaux 7 et 8, et illustrés par les figures 6 et 7. Le détail de ces résultats est donné en annexe 3.

	Concentration générée en ppb	O341M MCE15100	49c MCE15113	49c MCE15114	49i MCE15118	400E MCE15123	49i MCE15115
Dérive en ppb	0	-0,1	-0,1	-0,2	0,1	0,0	0,3
	95	-0,5	-0,5	-0,2	-0,2	-0,3	-0,5
	140	-2,5	-2,5	-2,9	-2,9	-2,8	-3,3
	240	-3,0	-1,0	-1,5	-1,9	-2,1	-1,8
	480	-4,2	-4,2	-3,7	-3,7	-3,9	-4,5

Tableau 7 : Dérive des analyseurs lors du test à 43% d'humidité

	Concentration générée en ppb	O341M MCE15100	49c MCE15113	49c MCE15114	49i MCE15118	400E MCE15123	49i MCE15115
Dérive en ppb	0	0,1	-0,3	0,0	-0,4	0,0	-0,1
	95	-0,2	1,4	0,4	0,5	0,1	0,8
	140	-0,1	1,4	1,3	1,5	0,7	1,5
	240	1,5	3,8	2,7	2,9	1,9	3,0
	480	0,6	3,5	3,2	3,9	2,3	3,8

Tableau 8 : Dérive des analyseurs lors du test à 75% d'humidité

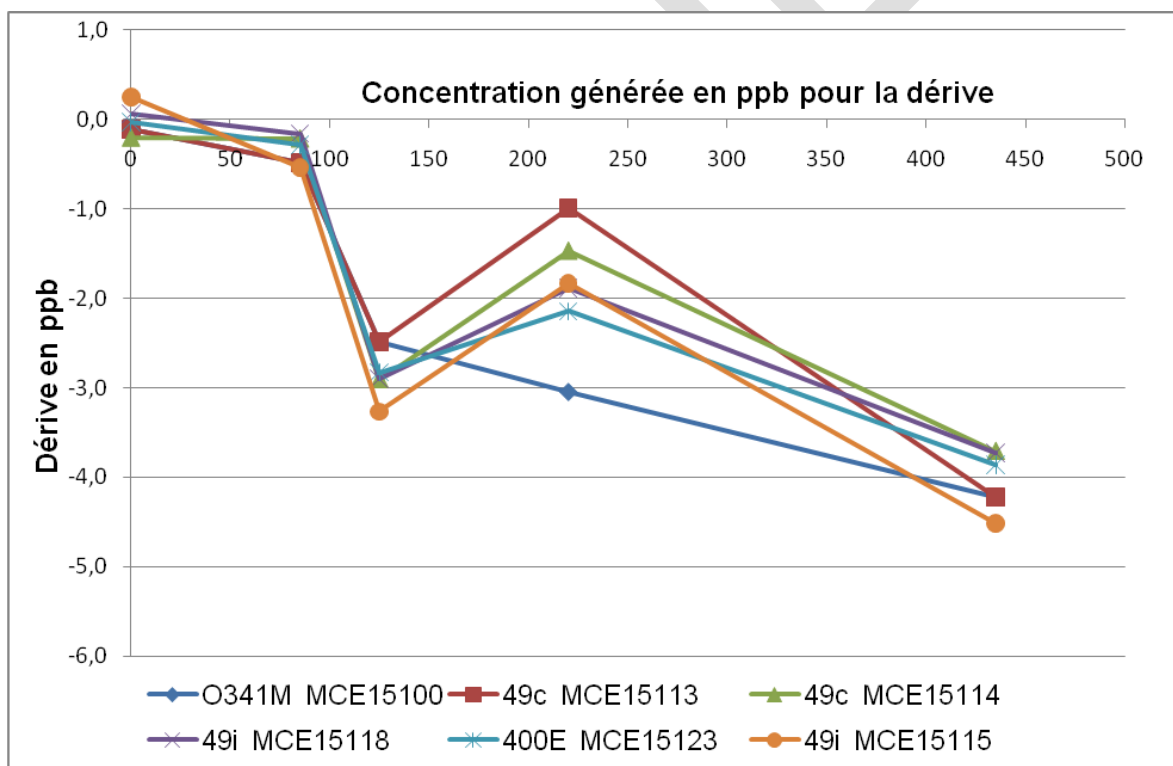


Figure 6 : Dérive des analyseurs lors du test à 43% d'humidité

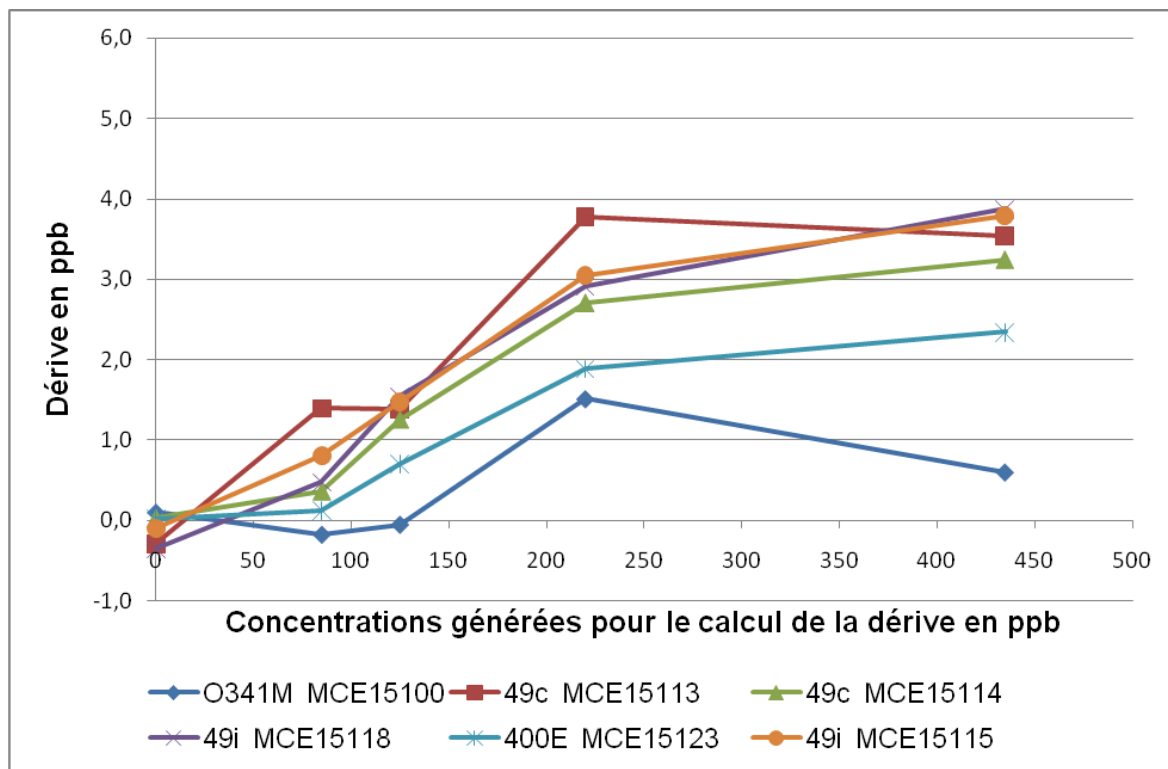


Figure 7 : Dérive des analyseurs lors du test à 75% d'humidité

Il apparaît tout d'abord que l'humidité a une influence négligeable sur la réponse des analyseurs au zéro et ce quelque soit l'humidité de l'air. En effet, la dérive à court terme au zéro est toujours inférieure à 2 ppb, seuil d'acceptabilité fixé par la norme NF EN 14625.

Le calcul de dérive appliqué à chaque concentration injectée dans les analyseurs nous montre une tendance à une dérive négative de tous les analyseurs testés lors de l'essai à 43% d'humidité et une dérive positive lors du test à 75% d'humidité. Mais malgré ces dérives enregistrées, les analyseurs testés sont conformes au critère de performance qui est de 6 ppb sur 12 heures pour des concentrations de points d'échelle.

Ainsi, la présente étude a mis en évidence que l'alimentation des analyseurs avec un air zéro contrôlé en humidité ne changeait pas la sensibilité des analyseurs à la dérive même si celle-ci varie différemment selon l'humidité de l'air. Par ailleurs, la dérive observée dans les 2 cas étudiés reste conforme aux exigences de la réglementation en vigueur.

5. CONCLUSION

Les essais réalisés sur l'influence de la température entre 18°C et 25°C ont permis de mettre en évidence qu'il n'était pas possible d'établir une règle de proportionnalité entre l'écart observé et la concentration mesurée, et que ces écarts ne sont pas du même ordre de grandeur pour chaque type de variation de température ambiante. Les analyseurs se montrent globalement plus sensibles à une baisse de température (de 22°C à 18°C).

Par ailleurs, l'hypothèse émise en 2007 sur l'influence de l'humidité de l'air prélevé par les analyseurs lors des essais de dérive à court terme ne s'est pas révélée probante. La dérive mesurée après une alimentation en air à 43% ou à 75% d'humidité est différente (négative pour 43% d'humidité et positive pour 75% d'humidité) mais reste conforme au critère de performance de la norme NF EN 14625.

6. LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 1	Fiche descriptive des travaux LCSQA 2011 relative à la présente étude	4
Annexe 2	Influence de la température	1
Annexe 3	Influence de l'humidité	1

ANNEXE 1

Fiche descriptive des travaux LCSQA 2011 relative à la
présente étude

ETUDE N° 2/1 : ETUDE DES PERFORMANCES DES APPAREILS DE MESURE

Responsable de l'étude : INERIS

Objectif

L'objectif de cette étude est de poursuivre les travaux relatifs à l'évaluation des instruments de mesure de polluants atmosphériques, afin de :

- permettre aux utilisateurs d'analyseurs automatiques ou de préleveurs de disposer des éléments nécessaires pour assurer et optimiser la qualité des mesures,
- s'assurer que les appareils répondent aux exigences des Directives en matière d'incertitude,
- proposer, le cas échéant, des améliorations des normes pour qu'elles soient en phase avec leur utilisation en routine.

Contexte et travaux antérieurs

Mesures réglementaires

Des évaluations d'analyseurs effectuées dans le cadre des travaux du LCSQA ont montré que certaines caractéristiques de performance des analyseurs de gaz utilisés pour la mesure réglementaire ont un impact significatif sur la justesse de la mesure et sur l'incertitude associée aux résultats de mesurage. C'est le cas de la sensibilité aux paramètres d'influence (en particulier température ambiante et interférents). Cette influence est déterminée lors de la mise en œuvre d'essais d'approbation de type, mais est susceptible de se dégrader dans le temps.

Ainsi, des tests d'approbation de type ont été effectués en 2007 et 2008 sur des analyseurs NO_x et O₃ utilisés en routine dans les AASQA afin d'évaluer les dérives des coefficients de sensibilité et leur impact sur les écarts et sur l'incertitude de mesure. Les résultats obtenus avaient permis de montrer que même si les caractéristiques de performances des analyseurs évoluent dans le temps, elles ne peuvent être reliées directement à l'âge des analyseurs, rendant très difficile l'observation d'une évolution de ces caractéristiques dans le temps. En revanche, des comportements non linéaires avaient été observés lors de l'étude des facteurs de sensibilité à des concentrations intermédiaires en mesurande. De ce fait des essais complémentaires concernant certains facteurs d'influence et l'amélioration des budgets d'incertitudes étaient prévus en 2010.

Mesures indicatives

La mise en œuvre de la mesure des polluants atmosphériques selon l'approche de la mesure fixe étant relativement contraignante et coûteuse, les AASQA expriment un besoin croissant d'évaluation de performances d'appareils de mesure plus maniables et moins coûteux. Ces méthodes alternatives peuvent s'avérer adéquates dans le cadre de réalisation de mesures indicatives, utilisées en particulier pour des campagnes de cartographie des polluants gazeux et particulaires. En 2010, une étude a par exemple été réalisée par le LCSQA sur les analyseurs d'ozone miniaturisés fabriqués par *2B Technologies*.

Concernant les particules, les études expérimentales et retours d'expérience effectués au cours des dernières années par le LCSQA ont permis l'évaluation de mini-préleveurs et indicateurs optiques permettant la mesure indicative des PM. Ces études mettent notamment en évidence la forte influence des conditions climatiques ambiantes sur le bon fonctionnement de ces instruments ainsi que sur la qualité des données obtenues.

Sur l'ensemble des indicateurs optiques testés, ceux de marques Grimm ont globalement fournis les résultats les plus satisfaisants. Des interrogations subsistent néanmoins sur leur capacité à bien prendre en compte les particules de carbone suie.

Par ailleurs, ces instruments étant deux à trois fois plus onéreux que la majorité des indicateurs optiques disponibles sur le marché, il apparaît nécessaire de poursuivre l'évaluation d'appareils moins coûteux, en vue notamment de leur utilisation éventuelle lors de campagnes de cartographie.

Travaux proposés en 2011

1. Etude des performances des analyseurs d'ozone utilisés pour la mesure fixe (dérive, température et humidité)

L'étude menée en 2007 et 2008 sur l'influence des niveaux de concentration et d'interférents sur les caractéristiques de performances des analyseurs d'ozone, a permis d'observer des comportements inattendus sur plusieurs points :

- Le test de dérive à 12h, tel que réalisé actuellement selon la norme, pourrait prendre en compte l'influence d'autres paramètres que la dérive seule. En effet, l'analyseur est testé au temps 0 et 12h, et fonctionne entre temps en analysant l'air du laboratoire. Les résultats de l'étude de 2007 montrent que le test à 12h prend probablement en compte l'influence du gaz analysé pendant ces 12h. Il est donc proposé d'étudier par des tests en laboratoire la dérive des analyseurs en contrôlant l'air analysé pendant les 12h du test, en faisant notamment varier l'humidité de cet air.
- Les tests d'influence de la température ont montré que la sensibilité à ce paramètre varie probablement le plus fortement sur les premiers degrés autour de 20°C, et non linéairement entre 20 et 30°C ou 20 et 10°C, par exemple. Or, c'est dans cette plage de température que les analyseurs sont généralement utilisés. Il est donc proposé des tests similaires sur une gamme de température resserrée autour de 20°C afin de connaître l'influence réelle de ce paramètre sur la mesure, dans la gamme de température d'utilisation en routine.

- L'influence de l'humidité augmente de manière plus importante vers les fortes humidités, avec des temps de retour à l'équilibre très mal connus. Il est donc proposé ici de réaliser des tests d'influence de l'humidité, et de quantifier les temps de retour à l'équilibre en fonction de l'humidité.

Cette étude, initiée en 2010 par la réalisation des tests d'influence de la température, sera poursuivie en 2011 par la réalisation des tests d'influence de l'humidité. En fonction des résultats, des améliorations des procédures d'approbation de type pourront être envisagées, pouvant conduire à une amélioration des budgets d'incertitude. De même des préconisations pour l'utilisation de ces analyseurs pourront également être données.

2. Estimation des caractéristiques de performance des analyseurs de NO_x miniaturisés fabriqués par 2B Technologies

En continuité de ce qui a été fait en 2010 pour les mesures d'ozone, il est proposé d'évaluer les performances des analyseurs de NO_x miniaturisés fabriqués aux USA par l'entreprise 2B Technologies. Ces analyseurs ne bénéficient pas d'une approbation par type conforme aux normes en vigueur pour la mesure fixe dans le cadre de l'application de la directive européenne. Toutefois, ces analyseurs présentent un certain nombre d'avantages : bas prix, fonctionnement sur batterie 12V, légers et peu encombrants.... Ces analyseurs semblent donc pouvoir répondre a minima à des besoins en mesure indicative.

Il est proposé de réaliser une série de tests en laboratoire sur ce type d'appareils. Cette étude est basée sur les tests d'approbation de type, en se limitant toutefois, aux paramètres d'influence a priori les plus sensibles en cas d'utilisation des appareils pour des mesures indicatives : température, humidité relative, tension d'entrée, et redémarrages intempestifs. Ces tests permettront :

- de caractériser le fonctionnement et les performances générales de ces analyseurs,
- d'apporter des informations sur l'interfaçage (analogique et numérique) et les possibilités de communication avec l'outil,
- d'estimer le budget d'incertitude de ces analyseurs par rapport aux besoins réglementaires pour ce type de mesure.

Au final, des recommandations concernant l'utilisation et les champs d'application de ces nouveaux types d'analyseurs pourront être émises.

3. Méthodes alternatives à la méthode de référence pour la mesure des particules et des polluants gazeux.

Il est proposé de réaliser une évaluation des performances de nouveaux appareils de mesure disponibles auprès de distributeurs français depuis 2010. Cette étude concernera en particulier la mesure indicative des concentrations massiques en particules (compteurs optiques fabriqués par FAI et Palas par exemple) ou encore à l'état de prototypes (indicateur optique actuellement en développement par Environnement SA par exemple), en fonction des besoins exprimés par les AASQA en cours d'année.

Une démarche similaire pourra également être mise en œuvre pour de nouveaux analyseurs de polluants gazeux (par exemple analyseur Teledyne T200UP « Blue light converter »).

4. Tests et validation de bon fonctionnement d'instrument à long trajet optique

Consécutivement à d'importants travaux de maintenance réalisés sur leur DOAS (Sanoa – Env. SA), AIRAQ a souhaité que le LCSQA réalise au premier semestre 2011 un test de bon fonctionnement de l'instrument, ceci afin de valider son opérationnalité avant remise en fonctionnement sur le site d'Arcachon au sein du réseau d'AIRAQ.

Ce travail sera réalisé par l'INERIS au niveau du banc de tests dédié aux instruments à long trajet optique. L'instrument sera livré par AIRAQ à l'INERIS (Verneuil). L'intervention consistera à :

- installer, aligner et mettre en œuvre le DOAS au niveau du banc (trajet optique de 100 m),
- suivre son fonctionnement sur 4 semaines consécutives, notamment l'évolution du paramètre "LightVIS" au cours du temps,
- conclure quant à la possibilité de le réinstaller sur Arcachon.

Aucun travail de calibration ou d'étalonnage de l'instrument ne sera réalisé par l'INERIS dans le cadre de cette action. Cette opération peut être réalisée courant avril 2011.

Si l'instrument peut être réinstallé sur Arcachon, AIRAQ le fera rapatrier à ses frais depuis les locaux de l'INERIS (Verneuil). L'INERIS apportera un appui technique à AIRAQ lors de la réinstallation de l'instrument (alignement). Cet appui sera réalisé sur trois journées maximum sur Arcachon (incluant le déplacement).

5. Travaux de synthèse

Comme demandé par le CPT, une synthèse des travaux réalisés dans le passé par le LCSQA ou par d'autres organismes sur H₂S et NH₃ a été initiée en 2010.

Cette synthèse sera finalisée en 2011 en la complétant par une recherche bibliographique faisant état des avantages/inconvénients des différentes techniques de mesure utilisées.

Renseignements synthétiques 2011

Titre de l'étude	<i>Etude des performances des appareils de mesure</i>		
Personne responsable de l'étude	O. Favez - N. Bocquet		
Travaux	Pérennes		
Durée des travaux pluriannuels			
Collaboration AASQA	OUI		
Heures d'ingénieur	EMD :	INERIS : 300	LNE : -
Heures de technicien	EMD :	INERIS : 700	LNE : -
Document de sortie attendu	1 Rapport d'étude		
Lien avec le tableau de suivi CPT			
Matériel acquis pour l'étude	Petits matériels, sècheurs pour analyseurs de NO _x , 2 indicateurs optiques		

ANNEXE 2

Coefficient de sensibilité à la température ambiante

$b_{st,Ta-Tb}$: coefficient de sensibilité entre T_a et T_b

Si T_a à T_b : 1 palier de température : $b_{st,Ta-Tb}=(x_b-x_a)/(T_b-T_a)$

Si T_a à T_b : amplitude max de température (par exemple 20 à -10°C) : $b_{st,Ta-Tb}=(x_b-(x_{a,1}+x_{a,2})/2)/(T_b-T_a)$

Niveau de concentration en ppb	Température (°C)		Paramètre	O341M M15100	49c MCE15113	49c MCE15114	49i MCE15118	400E MCE15123	49i MCE15115
	T	x							
240	T1	22,22	xT1	241,00	263,12	243,70	243,70	243,73	239,57
	T2	18,25	xT2	252,25	278,58	255,06	255,63	254,23	254,73
			bst,T1-T2	1,7	2,3	1,8	1,9	1,8	2,3
	T3	22,24	xT3	249,66	275,43	252,28	252,74	250,80	251,74
	T4	25,23	xT4	248,79	276,69	253,30	253,82	251,35	252,79
			bst,T3-T4	0,0	0,2	0,2	0,3	0,1	0,2
95	T1	22,18	xT1	94,00	104,62	98,73	97,65	97,16	96,05
	T2	18,25	xT2	91,69	101,30	95,58	94,94	94,18	93,96
			bst,T1-T2	1,0	1,2	1,1	1,1	1,0	1,0
	T3	22,24	xT3	97,10	107,47	101,40	100,51	99,26	99,40
	T4	25,22	xT4	96,32	107,79	101,40	100,70	99,05	99,36
			bst,T3-T4	0,2	0,1	0,0	0,1	0,1	0,0
0	T1	22,22	xT1	-1,32	-0,82	3,38	1,74	1,02	0,10
	T2	18,26	xT2	-0,86	-1,42	3,94	1,85	1,07	0,30
			bst,T1-T2	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0
	T3	22,21	xT3	-1,04	-1,27	3,56	1,92	0,78	0,24
	T4	25,20	xT4	-1,24	-1,10	3,40	1,92	0,51	0,05
			bst,T3-T4	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1
140	T1	22,21	xT1	138,11	153,12	142,34	141,80	140,65	139,95
	T2	18,27	xT2	142,89	158,04	146,70	146,22	145,39	145,44
			bst,T1-T2	0,7	0,7	0,6	0,7	0,8	0,8
	T3	22,27	xT3	141,90	157,38	146,12	145,49	144,05	144,50
	T4	25,17	xT4	140,98	157,48	146,10	145,61	143,74	144,30
			bst,T3-T4	0,7	0,2	0,2	0,2	0,4	0,3
480	T1	22,17	xT1	481,45	500,34	484,24	486,43	484,81	485,65
	T2	18,28	xT2	488,82	500,25	490,54	492,53	491,63	493,23
			bst,T1-T2	1,2	0,0	0,8	0,8	1,1	1,0
	T3	22,29	xT3	487,18	500,22	490,30	492,34	490,16	492,68
	T4	25,27	xT4	487,04	500,11	491,45	493,80	490,49	493,49
			bst,T3-T4	0,1	0,0	0,1	0,3	0,2	0,0
	T5	22,21	xT5	487,33	500,20	491,86	493,68	492,06	494,45

ANNEXE 3

Test de l'influence de l'humidité sur la dérive à court terme

Essai à 43% d'humidité

	Concentration générée en ppb	O341M MCE15100	49c MCE15113	49c MCE15114	49i MCE15118	400E MCE15123	49i MCE15115
Moyenne en ppb des concentrations mesurées en début d'essai	0	-1,3	-1,3	-1,1	1,7	3,5	1,0
	95	96,3	96,3	95,7	97,6	98,9	97,9
	140	143,9	143,9	142,3	144,3	145,5	144,9
	240	247,4	245,5	245,6	246,3	246,9	245,9
	480	491,5	491,5	484,4	484,6	484,2	488,6
Moyenne en ppb des concentrations mesurées en fin d'essai	0	-1,4	-1,4	-1,3	1,8	3,5	1,3
	95	95,7	95,7	95,3	97,5	98,6	97,6
	140	141,3	141,3	139,2	141,5	142,6	141,9
	240	244,2	244,4	243,9	244,5	244,7	244,3
	480	487,2	487,2	480,5	481,0	480,3	484,3
Dérive en ppb	0	-0,1	-0,1	-0,2	0,1	0,0	0,3
	95	-0,5	-0,5	-0,2	-0,2	-0,3	-0,5
	140	-2,5	-2,5	-2,9	-2,9	-2,8	-3,3
	240	-3,0	-1,0	-1,5	-1,9	-2,1	-1,8
	480	-4,2	-4,2	-3,7	-3,7	-3,9	-4,5

Essai à 75% d'humidité

	Concentration générée en ppb	O341M MCE15100	49c MCE15113	49c MCE15114	49i MCE15118	400E MCE15123	49i MCE15115
Moyenne en ppb des concentrations mesurées en début d'essai	0	-1,4	-1,0	1,6	3,5	1,5	0,4
	95	95,7	95,3	97,1	98,5	97,2	96,7
	140	141,3	139,7	141,5	142,8	141,9	141,0
	240	244,2	243,7	243,9	244,6	243,6	244,3
	480	487,2	481,5	481,6	480,9	484,1	481,6
Moyenne en ppb des concentrations mesurées en fin d'essai	0	-1,3	-1,3	1,6	3,2	1,6	0,3
	95	95,6	96,4	97,5	98,6	97,3	97,5
	140	141,4	140,8	142,8	144,0	142,6	142,4
	240	245,8	247,2	246,6	247,2	245,5	247,3
	480	487,9	484,7	484,8	484,4	486,5	485,3
Dérive en ppb	0	0,1	-0,3	0,0	-0,4	0,0	-0,1
	95	-0,2	1,4	0,4	0,5	0,1	0,8
	140	-0,1	1,4	1,3	1,5	0,7	1,5
	240	1,5	3,8	2,7	2,9	1,9	3,0
	480	0,6	3,5	3,2	3,9	2,3	3,8