



PREAMBULE

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

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

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

**LABORATOIRE NATIONAL DE METROLOGIE
ET D'ESSAIS**

DIVISION Métrologie chimique et biomédical

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

**Béatrice LALERE
Tatiana MACE**

Convention : 0000652

Novembre 2007

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

**Nadine LOCOGE
Hervé PLAISANCE
François MATHE**

Convention : 000653

Novembre 2007

**INSTITUT NATIONAL DE L'ENVIRONNEMENT INDUSTRIEL
ET DES RISQUES**

**DIRECTION DES RISQUES CHRONIQUES
Unité Qualité de l'Air**

**Rédaction de guides pratiques de
calcul d'incertitudes**

Programme 2007

**Cécile RAVENTOS
Laura CHIAPPINI**

Novembre 2007

RESUME

Au niveau réglementaire, les directives européennes relatives à la surveillance de la qualité de l'air fixent des seuils d'incertitude sur les concentrations mesurées par les réseaux de surveillance de la qualité de l'air « au voisinage de la valeur limite appropriée ».

En marge de ces directives, plusieurs normes décrivant des procédures d'estimation des incertitudes associées aux mesurages ont été répertoriées dans le domaine spécifique de la qualité de l'air. Une lecture attentive de ces normes montre qu'elles ne sont pas très faciles d'application et qu'elles peuvent être interprétées de diverses façons, ce qui peut conduire à des résultats très différents.

Par conséquent, pour répondre aux exigences des directives et pour permettre d'harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes au sein des AASQA, le LCSQA a proposé de rédiger un guide pratique pour estimer l'incertitude sur les mesures effectuées à l'air ambiant. L'approche est basée sur les normes et documents existants, et en particulier sur les méthodes de calcul proposées dans les normes européennes rédigées par les groupes de normalisation CEN TC 264/WG12 et CEN TC 264/WG13.

L'objectif est donc de rédiger un guide pratique pour l'estimation des incertitudes associées aux différents types de mesures effectuées dans l'air ambiant.

Ce guide est structuré en six parties, correspondant chacune à une technique de mesure particulière applicable à un ou plusieurs composés, qui font l'objet des rapports 2/5 à 5/5 intitulés « Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitudes ».

L'avancement des travaux est résumé ci-après :

- ✓ Les **partie 1** « Généralités sur les incertitudes » et **partie 2** « Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site » **ont été diffusées sous forme de fascicules de documentation AFNOR en avril 2007.**
- ✓ La **partie 3** « Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse » **est complètement rédigée et avalisée par les AASQA membres du GT « Incertitudes ».**
Toutefois, cette partie est susceptible d'évoluer en fonction de la rédaction de la partie 6 sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage : en effet, les parties 3 et 6 du guide comportent des parties communes concernant notamment l'analyse chromatographique en phase gazeuse et il convient de les harmoniser.
- ✓ La **partie 4** « Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire » **est complètement rédigée et avalisée par les AASQA membres du GT « Incertitudes ».**
Cette partie a été envoyée à l'AFNOR mi-octobre 2007. Elle est soumise à enquête. Les remarques seront examinées lors d'une réunion de la commission X43D au début de l'année 2008.
- ✓ La **partie 5** « Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique » **a été complétée par un nouveau chapitre sur l'estimation des incertitudes sur le TEOM-FDMS.**
- ✓ Une **partie 6** « Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse » **est en cours de rédaction.**

SOMMAIRE

1. CONTEXTE	1
2. OBJECTIF	1
3. COMPOSITION DU GT « INCERTITUDES »	2
4. ORGANISATION DU TRAVAIL	2
5. STRUCTURE DU GUIDE	3
6. POINT SUR LES REUNIONS ORGANISEES	3
7. ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX	4
7.1. ETAT D'AVANCEMENT DE LA REDACTION DU GUIDE	4
7.2. ETAT DES LIEUX POUR LES MESURES AUTOMATIQUES DE BENZENE	6
8. PERSPECTIVES	12
9. ANNEXES	12
9.1. ANNEXE 1 : PROGRAMME DE TRAVAIL 2007	13
9.2. ANNEXE 2 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 08/03/2007 (REUNION INTERNE « LCSQA »)	15
9.3. ANNEXE 3 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 03/07/2007 (REUNION INTERNE « LCSQA »)	21
9.4. ANNEXE 4 : RELEVÉ DE DECISIONS DE LA REUNION DU 20/09/2007 DU GT "INCERTITUDES"	26
9.5. ANNEXE 5 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 11/10/2007 DU GT "INCERTITUDES"	40

1. CONTEXTE

Au niveau réglementaire, les directives européennes relatives à la surveillance de la qualité de l'air fixent des seuils d'incertitude sur les concentrations mesurées par les réseaux de surveillance de la qualité de l'air « au voisinage de la valeur limite appropriée ».

En marge de ces directives, plusieurs normes décrivant les procédures d'estimation des incertitudes associées aux mesurages ont été répertoriées dans le domaine spécifique de la qualité de l'air. Une lecture attentive de ces normes montre qu'elles ne sont pas toujours très faciles d'application et qu'elles peuvent être interprétées de diverses façons, ce qui peut conduire à des résultats très différents.

Par conséquent, pour répondre aux exigences des directives et pour permettre d'harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes au sein des AASQA, le LCSQA a proposé de rédiger un guide pratique pour estimer l'incertitude sur les mesures effectuées à l'air ambiant. L'approche est basée sur les normes et documents existants, et en particulier sur les méthodes de calcul proposées dans les normes européennes rédigées par les groupes de normalisation CEN TC 264/WG12 et CEN TC 264/WG13.

2. OBJECTIF

L'objectif est donc de rédiger un guide pratique en plusieurs parties pour l'estimation des incertitudes sur :

- ✓ Les mesures « automatiques » de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO,
- ✓ Les mesures « manuelles » de benzène et de NO₂ réalisées avec des tubes passifs,
- ✓ Les mesures « manuelles » de benzène réalisées avec des tubes actifs,
- ✓ Les mesures « automatiques » de particules effectuées par TEOM ou par jauge β.

Les travaux de définition des processus d'évaluation des incertitudes et de rédaction des guides ont été menés par le LNE, l'INERIS et l'EMD.

Les documents élaborés par le LNE, l'INERIS et l'EMD ont été soumis régulièrement à un groupe de travail GT « Incertitudes » animé par le LNE et composé de l'INERIS, de l'EMD et d'AASQA (Associations Agréées pour la Surveillance de la Qualité de l'Air), qui avait pour objectif de les examiner et de les valider.

NOTE Le programme de travail défini initialement pour l'année 2007 est fourni en annexe 1.

3. COMPOSITION DU GT « INCERTITUDES »

Le groupe de travail GT « Incertitudes » a été constitué par l'intermédiaire de l'ADER dès janvier 2005 et est composé des membres suivants.

Animation : T. Macé (LNE)
Secrétariat : T. Macé (LNE)

Organisme	Nom du participant
AIR LR	A. Fromage-Mariette/ C. Marzolf
ESPOL	D. Durant
GIERSA	D. Loré
AIRPARIF	C. Debert
ATMO PC	S. Lucas
ASQAB	A. Bouchain
AIR NORMAND	M. Bobbia
AIRFOBEP	F. Marty
AIR PL	M. Charuel
ASPA	M. Garofalo /Y. Sander
AIR APS	M. Duval
INERIS	L. Chiappini C. Raventos
EMD	F. Mathé H. Plaisance N. Locoge
LNE	B. Lalère

Tableau 1 : Composition du GT « Incertitudes »

4. ORGANISATION DU TRAVAIL

Le travail a été organisé de la façon suivante :

1. Rédaction par chaque entité du LCSQA d'une partie des projets de guides.
2. Examen de ces projets de guides lors de réunions internes (LCSQA) et modifications le cas échéant.
3. Envoi des projets de guides aux AASQA membres du GT « Incertitudes ».
4. Transmission par les AASQA membres du GT « Incertitudes » de leurs commentaires par écrit au LCSQA qui les compile.
5. Examen de ces commentaires lors des réunions du GT « Incertitudes ».
6. Intégration des commentaires et poursuite de la rédaction des guides, (cf. point 1.).

5. STRUCTURE DU GUIDE

Le guide pratique pour l'estimation des incertitudes est composé des parties ci-après :

- ✓ 1^{ère} partie : Généralités sur les incertitudes,
- ✓ 2^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NOx, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site,
- ✓ 3^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse,
- ✓ 4^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire,
- ✓ 5^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique,
- ✓ 6^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse.

6. POINT SUR LES REUNIONS ORGANISEES

En 2007, le LCSQA et le GT « Incertitudes » ont poursuivi l'élaboration des différentes parties du guide d'estimation des incertitudes.

Les réunions internes LCSQA et celles organisées dans le cadre du GT « Incertitudes » en 2007 sont récapitulées dans le tableau 2.

Nature de la réunion	Date	Thème	Travaux réalisés
Interne LCSQA	08-mars-07	Planification des travaux 2007	Rédaction du compte-rendu de la réunion du 8 mars 2007 (cf. Annexe 2)
Interne LCSQA	01-juin-07	Examen de la partie 3 (tubes passifs Perkin-Elmer)	Modification de la partie 3 avec prise en compte des commentaires
Interne LCSQA	12-juin-07	Examen des parties 3 et 4	Modification des parties 3 et 4 avec prise en compte des commentaires

Tableau 2 : Liste des réunions organisées en 2007

Nature de la réunion	Date	Thème	Travaux réalisés
Interne LCSQA	03-juillet-07	Examen de la partie 6	- Modification de la partie 6 avec prise en compte des commentaires - Rédaction du compte-rendu de la réunion du 3 juillet 2007 (cf. Annexe 3)
Interne LCSQA	06-sept-07	Examen de la partie 5	Modification de la partie 5 avec prise en compte des commentaires
GT "Incertitudes"	20-sept-07	Examen des parties 3, 4 et 6	- Examen des commentaires des membres du GT « Incertitudes » - Rédaction du relevé de décisions de la réunion du 20 septembre 2007 (cf. Annexe 4)
GT "Incertitudes"	11-oct-07	Examen de la partie 5	- Examen des commentaires des membres du GT « Incertitudes » - Rédaction du compte-rendu de la réunion du 11 octobre 2007 (cf. Annexe 5)

Tableau 2 (suite) : Liste des réunions organisées en 2007

7. ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

7.1. ETAT D'AVANCEMENT DE LA REDACTION DU GUIDE

L'état d'avancement des travaux menés sur chaque partie du guide est explicité dans les paragraphes ci-après.

Les différentes parties du guide d'estimation des incertitudes pour les mesures effectuées dans l'air ambiant font l'objet des rapports 2/5 à 5/5 intitulés « Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitudes ».

7.1.1. Parties 1 et 2

Concernant la partie 1 « Généralités sur les incertitudes » et la partie 2 « Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site », elles ont été reprises en tant que fascicules de documentation par l'AFNOR sous les références suivantes en Avril 2007 :

- ✓ Partie 1 : FD X43-070-1 ;
- ✓ Partie 2 : FD X43-070-2.

7.1.2. Partie 3

Le GT « Incertitudes » a finalisé la partie 3 du guide concernant "l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse" lors de la réunion du 20 septembre 2007.

Toutefois, cette partie est susceptible d'évoluer en fonction de la rédaction de la partie 6 sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage : en effet, les parties 3 et 6 du guide comportent des parties communes concernant notamment l'analyse chromatographique en phase gazeuse et il convient qu'elles soient harmonisées.

7.1.3. Partie 4

Le GT « Incertitudes » a terminé de rédiger la partie 4 concernant "l'estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire" lors de la réunion du 20 septembre 2007.

Cette partie a été ensuite envoyée à l'AFNOR mi-octobre 2007. Elle est actuellement soumise à enquête. Les remarques seront examinées lors d'une réunion de la commission X43D au début de l'année 2008.

7.1.4. Partie 5

Le GT « Incertitudes » a poursuivi la rédaction de la partie 5 concernant "l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique".

Un chapitre sur l'estimation des incertitudes sur le TEOM-FDMS a été rajouté et validé lors de la réunion du 11 octobre 2007.

7.1.5. Partie 6

Le GT « Incertitudes » a entrepris la rédaction d'une nouvelle partie du guide (Partie 6) concernant "l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse".

Cette partie a fait l'objet de commentaires qui ont été examinés lors de la réunion du 20 septembre 2007.

Ces commentaires ont été pris en compte et le document sera à nouveau examiné lors d'une prochaine réunion du GT "Incertitude" fixée au 8 janvier 2008.

7.2. ETAT DES LIEUX POUR LES MESURES AUTOMATIQUES DE BENZENE

Plusieurs évaluations ont été réalisées sur les analyseurs automatiques de BTEX.

Dans un premier temps, les évaluations des analyseurs automatiques de BTEX ont été effectuées en se basant sur un référentiel normatif (NF X 20-300) antérieur à la norme européenne NF EN 14662-3 « Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en benzène – Prélèvement par pompage automatique avec analyse chromatographique en phase gazeuse sur site ».

Dans un deuxième temps, le LCSQA/EMD a participé au premier exercice d'intercomparaison organisé par ERLAP en octobre 2005. Cet exercice avait pour but, outre la comparaison des résultats des différentes équipes participantes, de réaliser une grande partie des tests décrits dans les tests d'approbation de type de la norme NF EN 14662-3 (linéarité jusqu'à une concentration d'environ $30\mu\text{g}/\text{m}^3$; influence de l'humidité - trois niveaux d'humidité testés ; influence de l'ozone - trois niveaux de concentration en O_3 testés ; influence de COV potentiellement interférents avec les BTEX - deux niveaux de concentration en COV interférents). Pour participer à cet exercice, il a été jugé opportun d'effectuer les essais sur deux analyseurs, en l'occurrence les deux analyseurs les plus utilisés à cette période dans les AASQA à savoir l'analyseur VOC 71M Environnement SA qui représente 43% du parc français d'analyseurs automatiques de BTEX et l'analyseur Syntech qui représente 28% du parc français d'analyseurs automatiques de BTEX.

De plus, au cours de l'année 2007, le LCSQA/EMD a réalisé une évaluation des performances de l'ensemble des analyseurs de BTEX en place dans les AASQA en France (VOC 71M Environnement SA/FID, VOC 71M Environnement SA/PID, GC 955 Synspech/PID, AirmoBTX Chromatotec/FID). Cette évaluation a porté sur un certain nombre de performances de ces analyseurs spécifiées dans la norme NF EN 14662-3 (linéarité jusqu'à une concentration d'environ $45\mu\text{g}/\text{m}^3$, effet mémoire, répétabilité à 5 et $0,5\mu\text{g}/\text{m}^3$, dérive à court terme...)

Avant de procéder à toute estimation des incertitudes, il a été décidé de réaliser un état des lieux des données nécessaires (disponibles ou manquantes) à l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de benzène.

Le tableau 3 résume les résultats obtenus lors des essais conduits en 2000 par le LCSQA/INERIS pour 2 types d'analyseurs BTEX.

Le tableau 4 résume les résultats des essais effectués en 2005 lors de l'exercice d'intercomparaison européen par le LCSQA/EMD et les résultats des essais effectués en 2007 selon la norme NF EN 14662-3 par le LCSQA/EMD.

Les tableaux 3 et 4 montrent que l'on ne dispose de résultats complets pour aucun analyseur.

Par conséquent, dans ces conditions, il paraît difficile de mener un calcul d'incertitude de manière satisfaisante.

De plus, compte tenu des résultats obtenus pour certains analyseurs et pour certaines exigences testées, il apparaît que ces analyseurs obtiendront difficilement l'approbation de type selon les exigences minimales requises dans la norme 14662-3.

Tableau 3 : Résultats obtenus à partir des essais réalisés en 2000 par le LCSQA/INERIS selon le référentiel NF X 20-300

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Critère de performance selon la norme 14662-3	Organisme apte à quantifier la caractéristique métrologique ou disposant de l'information	Informations obtenues lors des essais effectués	
			VOC 71M – FID (Env SA)	VOC 71M – PID (Env SA)
Gamme	0-15 nmol/mol (0-50 µg/m ³)			
Ecart de linéarité	< ± 5 % de C _{test}	AASQA / Laboratoire évaluateur	-2,3 % à C _{test} à 45,9 µg/m ³⁽²⁾	-0,7% C _{test} à 45,9 µg/m ^{3 (2)}
Répétabilité à 0,5 µg/m ³	< ± 0,3 µg/m ³	AASQA / Laboratoire évaluateur	À réaliser	À réaliser
Répétabilité à la valeur limite (5 µg/m ³)	< ± 5 % de C _{test}	AASQA / Laboratoire évaluateur	4,1% C _{test} à 4,7 µg/m ^{3 (2)}	1,8% C _{test} à 4,7 µg/m ^{3 (2)}
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur		
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point échelle	< ± 5 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur		
Influence de l'interférence à l'humidité relative	< ± 4 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur	-1,84% C _{test} /ΔHr=74,1% à 37,5 µg/ m ^{3 (2)}	-0,8% C _{test} /ΔHr=74,1% à 37,5 µg/ m ^{3 (2)}
Sensibilité à la température environnante à la valeur au point échelle	< ± 0,2 % de C _{test} /K	Laboratoire évaluateur	-0,07% C _{test} /K à 37,5 µg/m ^{3 (2)}	-0,3% C _{test} /K à 37,5 µg/m ^{3 (2)}
Sensibilité à la pression ambiante à la valeur au point échelle	< ± 1 % de C _{test} /kPa	Laboratoire évaluateur	0,8 % C _{test} /kPa à 34 µg/ m ^{3 (2)}	2,0 % C _{test} /kPa à 34 µg/ m ^{3 (2)}
Sensibilité à la tension électrique d'alimentation à la valeur au point échelle	< ± 0,2 % de C _{test} /V	Laboratoire évaluateur	-0,02% C _{test} /V à 38,3 µg/m ^{3 (2)}	0,02% C _{test} /V à 38,3 µg/m ^{3 (2)}
Dérive à court terme (24 h) en concentration	< ± 5 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur	-0,3% C _{test} /24h à 36 µg/m ^{3 (2)}	0,7% C _{test} /24h à 36 µg/m ^{3 (2)}
Effet mémoire	< ± 0,5µg/m ³	AASQA / Laboratoire évaluateur		
Dérive à long terme à la valeur au point échelle (14 j)	< ± 10 % de C _{test}	AASQA		
Reproductibilité	< ± 0,25 µg/m ³ de C _{test}	Laboratoire évaluateur		
Gaz d'étalonnage	< ± 5 % de C _{test} ⁽¹⁾	AASQA		

(1) C_{test} : concentration en benzène appliquée pendant le test

(2) Résultats issus d'évaluations réalisées par le LCSQA/INERIS dans le cadre des travaux du LCSQA, en 2000.

Rapports :

- Pour l'analyseur VOC71M-FID « Evaluation d'un analyseur de BTX par chromatographie associée à un détecteur FID – Appareil ENVIRONNEMENT S.A VOC71M n°14», n° INERIS-DRC-00-23445-AIRE-n°0134B-DGu/DR.
- Pour l'analyseur VOC71M-PID : « Evaluation d'un analyseur de BTX par chromatographie associée à un détecteur PID – Appareil ENVIRONNEMENT S.A VOC71M n°15», n° INERIS-DRC-00-23445-AIRE-n°0135A-Dgu/DR.

Note : Les essais ont été réalisés sur une gamme 0-200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ alors que la norme NF EN 14662-3 prévoit une évaluation sur la gamme 0-50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Les résultats relatifs à la linéarité ont été retraités pour calculer le résidu maximum selon les spécifications de la norme EN 14662-3 (écart maximum par rapport à la régression linéaire), et en ne prenant en compte que les premiers points d'essais : 0 – 4,7 – 11,7 – 45,9 – 52,2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour se rapprocher de la plage de certification prévue par la norme européenne.

Tableau 4 : Résultats des essais effectués en 2005 lors de l'exercice d'intercomparaison européen et de ceux de 2007 selon le référentiel 14662-3 (essais LCSQA/EMD)

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Critère de performance selon la norme 14662-3	Organisme apte à quantifier la caractéristique métrologique ou disposant de l'information	Informations obtenues lors des essais effectués			
			VOC 71M – FID (Env SA)	VOC 71M – PID (Env SA)	Synspech (PID)	Chromatotec (FID)
Gamme	0-15 nmol/mol (0-50 µg/m ³)					
Ecart de linéarité	< ± 5 % de C _{test}	AASQA / Laboratoire évaluateur	0,53% à C _{test} = 45,9µg/ m ³ (2) 4,2% à C _{test} = 5,8µg/ m ³ (2)	2,5% à C _{test} = 45,9µg/ m ³ (2) 2,5% à C _{test} = 5,8µg/ m ³ (2)	2,9% à C _{test} = 45,9µg/ m ³ (2) 10,5% à C _{test} = 5,8µg/ m ³ (2)	1,2% à C _{test} = 45,9µg/ m ³ (2) 5,2% à C _{test} = 5,8µg/ m ³ (2)
Répétabilité à 0,5 µg/m ³	< ± 0,3 µg/m ³	AASQA / Laboratoire évaluateur	0,06µg/m ³ (2)	0,02µg/m ³ (2)	0,02µg/m ³ (2)	0,02µg/m ³ (2)
Répétabilité à la valeur limite (5 µg/m ³)	< ± 5 % de C _{test}	AASQA / Laboratoire évaluateur	2,4% (2)	1,7% (2)	2,1% (2)	3,1% (2)
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur		1,6% à C _{test} = 3µg/ m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1) 1,4% à C _{test} = 5µg/ m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1) 0,2% à C _{test} = 10µg/m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1)	6,6% à C _{test} = 3µg/ m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1) 1,6% à C _{test} = 5µg/ m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1) 0,3% à C _{test} = 10µg/m ³ pour 120ppp d'O ₃ (1)	
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point échelle	< ± 5 % de C _{test}	Laboratoire évaluateur		3,3% à C _{test} =0,5µg/ m ³ pour [COV] fort (1) 7,1% à C _{test} = 3µg/ m ³ pour [COV] fort (1) 2,4% à C _{test} = 5µg/m ³ pour [COV] fort (1) 1,0% à C _{test} = 10µg/m ³ pour [COV] fort (1)	182% à C _{test} =0,5µg/ m ³ pour [COV] fort (1) 35% à C _{test} = 3µg/ m ³ pour [COV] fort (1) 59% à C _{test} = 5µg/m ³ pour [COV] fort (1) 74% à C _{test} = 10µg/m ³ pour [COV] fort (1)	

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Critère de performance selon la norme 14662-3	Organisme apte à quantifier la caractéristique métrologique ou disposant de l'information	Informations obtenues lors des essais effectués			
			VOC 71M – FID (Env SA)	VOC 71M – PID (Env SA)	Synspech (PID)	Chromatotec (FID)
Influence de l'interférence à l'humidité relative	$< \pm 4 \% \text{ de } C_{\text{test}}$	Laboratoire évaluateur		4,1% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 3\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾ 0,2% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 5\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾ 0,2% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 10\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾	6,4% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 3\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾ 4,2% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 5\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾ 1,7% $C_{\text{test}}/\Delta\text{Hr}= 10\mu\text{g}/\text{m}^3$ à 70% ⁽¹⁾	
Sensibilité à la température environnante à la valeur au point échelle	$< \pm 0,2 \% \text{ de } C_{\text{test}} /\text{K}$	Laboratoire évaluateur				
Sensibilité à la pression ambiante à la valeur au point échelle	$< \pm 1 \% \text{ de } C_{\text{test}} /\text{kPa}$	Laboratoire évaluateur				
Sensibilité à la tension électrique d'alimentation à la valeur au point échelle	$< \pm 0,2 \% \text{ de } C_{\text{test}} /\text{V}$	Laboratoire évaluateur				
Dérive à court terme (24 h) en concentration	$< \pm 5 \% \text{ de } C_{\text{test}} \text{ sur } 24\text{h}$	Laboratoire évaluateur	0,44% $C_{\text{test}}/24\text{h}$ à $17,2\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	0,45% $C_{\text{test}}/24\text{h}$ à $17,2\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	Variable selon la période et le détecteur/24h à $17,2\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	1,5% $C_{\text{test}}/24\text{h}$ à $17,2\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾
Effet mémoire	$< \pm 0,5\mu\text{g}/\text{m}^3$	AASQA / Laboratoire évaluateur	$1,02\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	$0,88\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	$0,08\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾	$0,27\mu\text{g}/\text{m}^3$ ⁽²⁾
Dérive à long terme à la valeur au point échelle (14 j)	$< \pm 10 \% \text{ de } C_{\text{test}}$	AASQA				
Reproductibilité	$< \pm 0,25 \mu\text{g}/\text{m}^3 \text{ de } C_{\text{test}}$	Laboratoire évaluateur				
Gaz d'étalonnage	$< \pm 5 \% \text{ de } C_{\text{test}}$ ⁽¹⁾	AASQA	-	-	-	-

C_{test} : concentration en benzène appliquée pendant le test

⁽¹⁾ Résultats issus des résultats obtenus lors de l'exercice d'intercomparaison européen portant sur les analyseurs automatiques de BTEX réalisées par le LCSQA/EMD dans le cadre des travaux du LCSQA, en 2005.

Rapport : « Surveillance du benzène et des COV », rapport LCSQA/EMD, Novembre 2005.

Note : Les essais ont été réalisés sur un analyseur VOC 71M Environnement SA/PID datant de 2002 et sur un analyseur Synspech GC 855 datant de 1998

⁽²⁾ Résultats issus des résultats obtenus lors des essais d'évaluations réalisées par le LCSQA/EMD dans le cadre des travaux du LCSQA, en 2007.

Rapport : « Mesure du benzène. 3/3 : Evaluation des analyseurs automatiques de BTEX », rapport LCSQA/EMD, Novembre 2007.

Note : Les essais ont été réalisés sur un analyseur VOC 71M Environnement SA/PID datant de 2007, un analyseur VOC 71M Environnement SA/FID datant de 2007, un analyseur Synspech GC 955 datant de 2007 et un analyseur Chromatotec prêté par le réseau ESPOL

Note : Concernant la linéarité, les essais ont été réalisés sur une gamme 0-50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ comme le prévoit la norme NF EN 14662-3. Les résultats relatifs à la linéarité ont été traités pour calculer le résidu maximum selon les spécifications de la norme NF EN 14662-3 (écart maximum par rapport à la régression linéaire) en prenant en compte l'ensemble des points d'essais. Seuls les résultats obtenus pour deux points de concentration (45,9 et 5,8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) ont été rapportés pour permettre la comparaison par rapport aux résultats précédents mais la totalité des résultats sont disponibles dans le rapport LCSQA relatif à cette étude.

8. PERSPECTIVES

En 2008, le LCSQA propose de :

- ✓ **Compléter la 5^{ème} partie du guide** portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique en ajoutant un chapitre sur ***l'ajustement des données PM par rapport aux données fournies par les stations de référence***,
- ✓ **Finaliser la 6^{ème} partie du guide** portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage,
- ✓ Rédiger une ***nouvelle partie*** qui portera sur l'estimation des incertitudes pour ***les mesurages de HAP et de métaux lourds***,
- ✓ Organiser des sessions de formation des AASQA à l'estimation des incertitudes (aide à la mise en application des différentes parties du guide).

9. ANNEXES

9.1. ANNEXE 1 : PROGRAMME DE TRAVAIL 2007

Assurance qualité

Programme pluriannuel

REDACTION DE GUIDES PRATIQUES DE CALCUL D'INCERTITUDE

Responsable de l'étude : LNE
en collaboration avec : EMD – INERIS

1. OBJECTIF

L'objectif de cette étude est de rédiger des guides pratiques de calcul d'incertitude afin d'harmoniser les différentes pratiques d'estimation des incertitudes mises en œuvre par les AASQA.

2. CONTEXTE ET TRAVAUX ANTERIEURS

En 2005 et 2006, le LCSQA a rédigé un "guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant".

Ce guide est composé de 5 parties :

- ✓ 1^{ère} partie : Généralités sur les incertitudes et description des étapes pour établir le budget d'incertitude dans le cas des systèmes de mesure automatiques et manuels de composés gazeux ⇒ *Partie finalisée en 2006* ;
- ✓ 2^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesures automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site ⇒ *Partie finalisée en 2006* ;
- ✓ 3^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesures de benzène réalisées sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une désorption thermique en laboratoire ⇒ *Partie finalisée en 2006 comprenant un exemple numérique pour les tubes à diffusion type Radiello uniquement* ;
- ✓ 4^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesures de dioxyde d'azote réalisé sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire ⇒ *Partie finalisée en 2006* ;
- ✓ 5^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique ⇒ *Partie finalisée en 2006 pour les analyseurs de particules type TEOM (sans le module FDMS) et jauge β*.

Les travaux de définition des processus d'évaluation des incertitudes et de rédaction des guides ont été menés par le LNE et l'INERIS pour les méthodes de mesures automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO, et par le LNE et l'EMD en ce qui concerne l'incertitude associée à la mesure du benzène et du NO₂ par la méthode manuelle.

Un groupe de travail GT "Incertitudes" animé par le LNE et composé de l'INERIS, de l'EMD et d'AASQA a été mis en place en février 2005 afin d'examiner et de valider les documents élaborés par le LCSQA.

3. TRAVAUX PROPOSES POUR 2007

En 2007, le LCSQA propose de :

- ✓ **Compléter la 3^{ème} partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesures de benzène** réalisées sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une désorption thermique en laboratoire en effectuant une *application numérique pour les tubes à diffusion Perkin-Elmer* ;
- ✓ **Compléter la 5^{ème} partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules** mesurées en automatique en ajoutant un chapitre sur *l'estimation de l'incertitude de mesure pour les TEOM – FDMS* ;
- ✓ **Réaliser un état des lieux des données nécessaires pour l'estimation des incertitudes pour les mesures automatiques de benzène** ;
- ✓ **Rédiger une nouvelle partie** qui portera sur l'estimation des incertitudes pour les **mesures de benzène réalisées sur site par la méthode manuelle des tubes actifs** suivie d'une désorption thermique en laboratoire ;
- ✓ Poursuivre l'animation du groupe de travail GT "Incertitudes".

4. COLLABORATION

- AASQA
- MEDAD, ADEME

5. DUREE DES TRAVAUX

Ces travaux seront effectués sur un an.

6. PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX

- Tatiana Macé (coordinateur)
- Béatrice Lalère, Christophe Sutour, Jacques Lachenal

9.2. ANNEXE 2 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 08/03/2007 (REUNION INTERNE « LCSQA »)



COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 08 MARS 2007

REUNION INTERNE « LCSQA » SUR L'ELABORATION DES GUIDES DE CALCUL D'INCERTITUDE

Participants : C. Raventos, L. Chiappini (INERIS)
F. Mathé (EMD)
J. Lachenal, T. Macé (LNE)

Date : Jeudi 8 mars 2007

Destinataires : C. Raventos, L. Chiappini, J. Poulleau (INERIS)
F. Mathé, H. Plaisance, N. Locoge (EMD)
J. Lachenal, B. Lalère, G. Hervouët, T. Macé (LNE)
R. Stroebel, C. Phillips (ADEME)
M. Rico, N. Herbelot (MEDAD)
E. Chambon (LCSQA)

Rédacteur : T. Macé / C. Raventos

Ordre du jour :

Dans le cadre de l'élaboration des guides de calcul d'incertitude, l'objectif de la réunion du 8 mars 2007 est de définir et de planifier les travaux LCSQA 2007.

Compte-rendu de la réunion :

Le guide d'estimation des incertitudes pour les mesures effectuées dans l'air ambiant commencé en 2005 est constitué de 5 parties :

- ✓ PARTIE 1 : Généralités sur les incertitudes.
- ✓ PARTIE 2 : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site.
- ✓ PARTIE 3 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une désorption thermique en laboratoire.
- ✓ PARTIE 4 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire.
- ✓ PARTIE 5 : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique.

□ Travaux à effectuer dans le cadre des parties 1 et 2

Il est rappelé que **les parties 1 et 2 du guide sont avalisées par les AASQA membres du GT « Incertitudes »**.

Fin 2006, l'AFNOR a fait parvenir ces documents aux membres des commissions X43D et X43E pour enquête.

Les remarques faites par les 2 commissions ont été prises en compte par le LCSQA et les 2 documents devraient être édités sous forme de **fascicules de documentation** par l'AFNOR courant 2^{ème} trimestre 2007.

□ Travaux à effectuer dans le cadre de la partie 3

La partie 3 du guide est rédigée (Cf. rapport LCSQA 2006) : toutefois, des modifications doivent être apportées à cette 3^{ème} partie, de façon à prendre en compte le débit d'échantillonnage **modélisé** des tubes passifs « Radiello ». De plus, cette 3^{ème} partie devra être **complétée par une application numérique pour les tubes passifs Perkin-Elmer**.

Concernant les tubes Radiello, un travail non précisé dans la fiche LCSQA 2007 compte-tenu de la prise tardive de décisions en fin d'année 2006 est à réaliser.

En effet, fin 2006, il a été demandé lors des dernières réunions des GT « Benzène » et « Incertitudes » d'intégrer le cas du calcul d'incertitude avec le débit d'échantillonnage modélisé, alors qu'initialement en 2005, le GT « Incertitudes » avait convenu de travailler sur le calcul d'incertitude avec un débit d'échantillonnage fixe (donc non modélisé).

Or, courant 2006, il s'est avéré que certaines AASQA utilisaient l'expression du débit modélisé déterminée antérieurement sur la base d'essais effectués par l'EMD, soit $D=31,5-0,018xT-0,01xC$ pour calculer les concentrations massiques de benzène dans l'air ambiant.

Lors de la dernière réunion du GT « Incertitudes » du 9 octobre 2006; il avait été décidé d'utiliser un débit modélisé simplifié ($D=31,5-0,018xT$), mais au cours de la réunion du GT « Benzène » du 19 octobre 2006, il a été demandé de justifier le fait que le terme incluant la

concentration dans l'expression du débit d'échantillonnage non simplifié ($0,01 \times C$) soit considéré comme négligeable dans le calcul d'incertitude.

Par conséquent, le LCSQA s'est engagé à effectuer le calcul d'incertitude d'une part, avec le débit modélisé non simplifié et d'autre part, avec le débit modélisé simplifié afin de montrer que ce paramètre a une influence négligeable sur l'incertitude du débit d'échantillonnage.

Les résultats obtenus seront présentés lors du GT « Benzène » de fin juin 2007 pour qu'une décision puisse être prise de façon collégiale sur l'expression du débit d'échantillonnage à utiliser (soit le débit modélisé non simplifié soit le débit modélisé simplifié).

Toutefois, il conviendra de noter que se posent en outre les questions de la durée d'échantillonnage et du domaine d'application : en effet, la formule du débit d'échantillonnage ne peut s'appliquer que sur une durée de prélèvement de 7 jours de prélèvement, alors que dans les AASQA, les tubes Radiello peuvent être utilisés sur des durées de prélèvement de 14 jours et n'a été validée que sur la gamme de mesure 2 à $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène alors que la norme européenne NF EN 14662-4 prévoit un domaine d'application de 0,5 à $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Programmation des travaux :

- ✓ Début mai 2007 : Envoi du traitement des données par le LNE à l'EMD (débits d'échantillonnage modélisé simplifié et non simplifié) (\Rightarrow **LNE**) ;
- ✓ 12 juin 2007 : Réunion LNE-EMD pour valider les différents calculs d'incertitude (\Rightarrow **LNE/EMD**) ;
- ✓ 25 juin 2007 : Présentation des résultats au GT « Benzène » (\Rightarrow **LNE/EMD**).

Concernant les tubes Perkin-Elmer, il a été décidé de compléter la 3^{ème} partie du guide par une application numérique applicable pour ces tubes passifs.

Actuellement, des essais avec des tubes Radiello et des tubes Perkin-Elmer sont menés en chambre d'exposition par l'INERIS : ils devraient être terminés en fin de semaine 11.

Pour pouvoir comparer les valeurs d'incertitudes avec celles obtenues pour les tubes Radiello, il faudrait que l'application numérique soit réalisée pour une concentration de benzène de l'ordre de $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

De plus, il faudrait étudier l'influence des conditions environnementales extrêmes sur le débit d'échantillonnage des tubes passifs Perkin-Elmer (vitesse d'air de 0,5 m/s, 10°C , 20% d'humidité et $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ / vitesse d'air de 0,5 m/s, 30°C , 80% d'humidité et $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$). L'INERIS vérifiera si des essais ont déjà été effectués sur ce sujet et dans le cas où il manquerait des données si le plan d'expérience mis en oeuvre par l'EMD (test répété 2 fois avec 7 tubes pour chaque condition extrême) peut être mis en oeuvre, compte tenu de la durée des essais (14 jours) et du plan de charge du laboratoire.

Programmation des travaux :

- ✓ Fin mai 2007 : Envoi de l'application numérique par l'INERIS au LNE (\Rightarrow **INERIS**) ;
- ✓ 7 juin 2007 : Réunion LNE-INERIS pour valider les calculs d'incertitude (\Rightarrow **LNE/INERIS**) ;
- ✓ 25 juin 2007 : Présentation des résultats au GT « Benzène » (\Rightarrow **LNE/INERIS**).

□ Travaux à effectuer dans le cadre d'une nouvelle partie 6

Une nouvelle partie portant sur l'estimation des incertitudes pour les mesures de benzène réalisées sur site par la méthode manuelle des **tubes actifs** suivie d'une désorption thermique en laboratoire doit être rajoutée.

Cette nouvelle partie (partie 6) sera basée sur la partie 3, la différence essentielle entre les 2 parties 3 et 6 résidant sur l'expression du débit d'échantillonnage et sur l'incertitude de mesure associée (débit de la pompe).

Actuellement, l'INERIS réalise des essais comparatifs entre différents appareils de prélèvement (NPL, TERA et AIRPARIF). Ces essais seront exploités pour déterminer l'incertitude associée au débit de prélèvement (influence des conditions environnementales, perte de charge, répétabilité...).

De même que précédemment, pour pouvoir comparer les valeurs d'incertitudes avec celles obtenues pour les tubes passifs Radiello et Perkin-Elmer, il faudrait que l'application numérique soit effectuée à un niveau de concentration de benzène de $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Programmation des travaux :

- ✓ Mi-juin 2007 : Envoi d'un projet de partie 6 sur la base de la partie 3 pour les tubes actifs par le LNE à l'INERIS (⇒ **LNE**) ;
- ✓ Mi-juin 2007 : Envoi de l'application numérique par l'INERIS (Partie prélèvement) et l'EMD (Partie analytique) au LNE (⇒ **INERIS/EMD**) ;
- ✓ 3 juillet 2007 : Réunion LNE-INERIS-EMD pour examiner le projet de partie 6 et valider les calculs d'incertitude (⇒ **LNE/INERIS/EMD**).

- Travaux à effectuer dans le cadre du calcul d'incertitude pour les mesures automatiques de benzène

Un état des lieux des données nécessaires pour l'estimation des incertitudes pour les mesures automatiques de benzène doit être réalisé.

Programmation des travaux :

- ✓ 12 juin 2007 : Réunion LNE-EMD pour examiner la norme européenne NF EN 14662-3 et déterminer les données manquantes pour réaliser les calculs d'incertitude (⇒ **LNE/EMD**).

- Travaux à effectuer dans le cadre de la partie 5

La partie 5 est complètement rédigée et avalisée par les AASQA membres du GT « Incertitudes » (Cf. rapport LCSQA 2006) : toutefois, un chapitre portant sur l'estimation de l'incertitude de mesure pour les dispositifs de mesure TEOM – FDMS est à rajouter.

Programmation des travaux :

- ✓ Mi-juin 2007 : Envoi de la description du principe de mesure du TEOM-FDMS et de sa configuration d'utilisation en station par l'EMD au LNE (⇒ **EMD**) ;
- ✓ Mi-juin/août 2007 : Intégration du principe de mesure dans le calcul d'incertitudes par le LNE (⇒ **LNE**) ;
- ✓ Mi-juin/août 2007 : Intégration des données issues des comparaisons menées à Marseille et à Gennevilliers + autres pays européens (si possible) (⇒ **LNE/INERIS**) ;
- ✓ Début septembre 2007 : Echange des travaux (⇒ **LNE/INERIS/EMD**) ;
- ✓ 13 septembre 2007 : Réunion pour valider les calculs d'incertitude (⇒ **LNE/INERIS/EMD**).

- Planning provisoire des travaux à réaliser dans le cadre de l'élaboration des guides de calcul d'incertitude pour 2007 :

Ce planning est résumé dans les tableaux en annexe.

De plus, deux réunions seront fixées pour l'examen des travaux par le GT « Incertitudes » :

- ✓ Le 20 septembre 2007 : Travaux sur les tubes passifs et actifs (parties 3 et 6 du guide) ;
- ✓ Le 11 octobre 2007 : Travaux sur les particules (partie 5 du guide).

- Point divers :

Une assistance aux AASQA pour l'application des différentes parties du guide telle qu'elle avait pu être envisagée en 2004-2005 n'a pas été prévue pour 2007.

En fonction des besoins qui pourront être exprimés par les AASQA en 2007, une telle assistance technique pourra être envisagée pour 2008 par le LCSQA dans le cadre de ses missions permanentes.

Date	Travaux à réaliser	Rédaction	Examen
Mars 2007	Planification des travaux 2007	-	Réunion interne « LCSQA » (LNE/EMD/INERIS) le jeudi 8 mars 2007 T. Macé, J. Lachenal, C. Raventos, L. Chiappini, F. Mathé
Juin 2007	Réalisation de l'application numérique par l'INERIS pour les tubes passifs Perkin-Elmer	L. Chiappini (Envoi au LNE fin mai 2007)	Réunion interne « LCSQA » (LNE/INERIS) le jeudi 7 juin 2007 C. Raventos, L. Chiappini, T. Macé, B. Lalère
Juin 2007	Révision de la partie 3 du guide d'incertitude sur les mesures de BTX réalisées avec les tubes passifs Radiello (Débits d'échantillonnage modélisé non simplifié et simplifié) Lecture de la norme européenne NF EN 14662-3 sur les mesures automatiques de benzène sur site pour déterminer les données manquantes nécessaires à la réalisation du calcul d'incertitude	T. Macé (Envoi à l'EMD début juin 2007)	Réunion interne « LCSQA » (LNE/EMD) le 12 juin 2007 T. Macé, B. Lalère, H. Plaisance, N. Locoge
Début Juillet 2007	Présentation des résultats obtenus au GT « Benzène » (Tubes passifs Radiello et Perkin-Elmer)	T. Macé / H. Plaisance / L. Chiappini	Réunion du GT « Benzène » le lundi 25 juin 2007 T. Macé, B. Lalère, J. Lachenal, H. Plaisance, N. Locoge, L. Chiappini, C. Raventos
Juin/juillet 2007	Préparation d'un projet pour les tubes actifs sur la base de la partie 3 (Nouvelle partie 6) Réalisation de l'application numérique par l'INERIS/EMD pour les tubes actifs	T. Macé (Envoi à l'INERIS/EMD mi-juin 2007) L. Chiappini/N. Locoge (Envoi au LNE mi-juin 2007)	Réunion interne « LCSQA » (LNE/INERIS) le 3 juillet 2007 C. Raventos, L. Chiappini, N. Locoge, T. Macé, B. Lalère



Travaux à réaliser dans le cadre de la partie 3 du guide



Travaux à réaliser dans le cadre de la partie 6 du guide

Date	Travaux à réaliser	Rédaction	Examen
Juin/Septembre 2007	<p>Description du principe de mesure du TEOM-FDMS et de sa configuration d'utilisation en station</p> <p>Intégration du principe de mesure dans le calcul d'incertitudes</p> <p>Intégration des données issues des comparaisons menées à Marseille et à Gennevilliers + autres pays européens (si possible)</p>	<p>F. Mathé (Envoi au LNE mi-juin 2007)</p> <p>T. Macé (Envoi à l'INERIS et à l'EMD fin juillet 2007)</p> <p>C. Raventos (Envoi au LNE et à l'EMD début septembre 2007)</p>	<p>Réunion interne « LCSQA » (LNE/INERIS/EMD) le 13 septembre 2007</p> <p>C. Raventos, F. Mathé, T. Macé, J. Lachenal</p>
Septembre 2007	<p>Examen avec les AASQA :</p> <ul style="list-style-type: none"> • De la partie 3 portant sur les mesures de BTX réalisées avec des tubes passifs Radiello et Perkin-Elmer • De la partie 6 portant sur les mesures de BTX réalisées avec des tubes actifs 	<p>Réunion du GT « Incertitudes » le 20 septembre 2007</p> <p>T. Macé, B. Lalère, J. Lachenal, C. Raventos, L. Chiappini, H. Plaisance + AASQA</p>	
Octobre 2007	<p>Examen avec les AASQA :</p> <ul style="list-style-type: none"> • De la partie 5 portant sur les mesures de particules par TEOM-FDMS 	<p>Réunion du GT « Incertitudes » le 11 octobre 2007</p> <p>T. Macé, J. Lachenal, C. Raventos, F. Mathé + AASQA</p>	

- Travaux à réaliser dans le cadre de la partie 3 du guide
- Travaux à réaliser dans le cadre de la partie 5 du guide
- Travaux à réaliser dans le cadre de la partie 6 du guide

**9.3. ANNEXE 3 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 03/07/2007 (REUNION INTERNE
« LCSQA »)**



**COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 03 JUILLET 2007
REUNION INTERNE « LCSQA » SUR L'ELABORATION DES GUIDES DE
CALCUL D'INCERTITUDE**

Participants : C. Raventos, L. Chiappini (INERIS)
N. Locoge, C. Bandol (EMD)
T. Macé, B. Lalère (LNE)

Date : Mardi 3 juillet 2007

Destinataires : C. Raventos, L. Chiappini, J. Poulleau (INERIS)
F. Mathé, H. Plaisance, N. Locoge, C. Bandol (EMD)
J. Lachenal, B. Lalère, G. Hervouët, M.C. Schbath, T. Macé (LNE)
R. Stroebel, C. Phillips (ADEME)
M. Rico, N. Herbelot (MEDAD)
E. Chambon (LCSQA)

Rédacteur : C. Bandol (EMD)
T. Macé (LNE)

Ordre du jour :

Dans le cadre du GT "Incertitudes", l'objectif de la réunion interne « LCSQA » du 3 juillet 2007 est de poursuivre l'élaboration des guides d'estimation des incertitudes pour les mesures manuelles de benzène par tubes passifs et actifs.

Compte-rendu de la réunion :

Le guide d'estimation des incertitudes pour les mesures effectuées dans l'air ambiant commencé en 2005 est constitué de 6 parties :

- ✓ PARTIE 1 : Généralités sur les incertitudes.
- ✓ PARTIE 2 : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site.
- ✓ PARTIE 3 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une désorption thermique en laboratoire.
- ✓ PARTIE 4 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire.
- ✓ PARTIE 5 : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique.
- ✓ PARTIE 6 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par la méthode manuelle du tube actif suivie d'une désorption thermique en laboratoire.

□ Partie 3 sur les tubes passifs

Conformément à ce qui avait été discuté lors du GT "Benzène" du 25 juin 2007, il est rappelé que des applications numériques seront effectuées dans le cas des échantillonneurs Radiello et Perkin-Elmer.

Il est décidé de rajouter un avertissement au début du guide visant à mettre en évidence 2 points importants :

- ✓ L'objectif des applications numériques est de montrer de façon concrète comment mener le calcul et appliquer les différentes équations énoncées dans le guide : les résultats des calculs ne doivent par conséquent pas être considérés comme une évaluation de la méthode de mesure pour les deux supports de prélèvements faisant l'objet des exemples numériques.
- ✓ Le calcul tel qu'il est réalisé dans le document conduit à l'estimation de l'incertitude sur la mesure de benzène par tubes passifs uniquement et non à une incertitude de mesure sur la concentration en benzène par tubes passifs par rapport à une méthode de référence.

Enfin, il est convenu de proposer dans le cadre du programme LCSQA 2008 que des essais soient réitérés par l'INERIS pour déterminer de façon plus précise l'influence des conditions extrêmes sur la valeur du débit d'échantillonnage des tubes passifs Perkin-Elmer. En effet, les AASQA utilisant ce type de tube ont besoin de connaître l'influence de ces paramètres sur la valeur du débit d'échantillonnage pour pouvoir estimer leurs incertitudes de mesure : et seul un laboratoire disposant d'une chambre d'exposition peut réaliser ce type d'essais.

□ Partie 6 sur les tubes actifs

✓ **Efficacité de désorption (D)**

L'intégration de l'efficacité de désorption (D) dans la formule de calcul de la concentration finale de benzène n'est pas prévue dans la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005. Par contre, la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005 pour l'échantillonnage passif indique que ce paramètre doit être pris en compte pour le calcul de la concentration finale de benzène. Toutefois, il est rappelé que lors du dernier GT "Benzène" du 25 juillet 2007, il a été décidé de l'intégrer tout de même afin d'être homogène avec les préconisations de la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005 pour l'échantillonnage passif. Des modifications sur la formule d'estimation de l'incertitude pour l'efficacité de désorption ont été faites lors de la présente réunion. L'équation G.16 (p 26) de la norme :

$$\frac{u^2(D)}{D^2} = \frac{u^2(m_{MRC}) + \frac{s^2(m_D)}{n}}{m_{MRC}^2}$$

Devient :

$$\frac{u^2(D)}{D^2} = \frac{u^2(m_{MRC}) + s^2(m_D) + \frac{|m_{MRC} - m_D|^2}{(\sqrt{3})^2}}{m_{MRC}^2}$$

Dans laquelle :

- Le deuxième terme n'est plus divisé par n, car les tubes analysés ne sont pas indépendants (même étalonnage, même opérateur, même appareillage).
- Le troisième terme a été rajouté au numérateur par rapport à l'équation G.16, afin de tenir compte d'un biais éventuel dû à un écart entre la valeur mesurée et la valeur de référence.

✓ **Calcul de l'incertitude sur le volume prélevé $u(V_{sam})$**

Après une nouvelle lecture de la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005, il apparaît que lorsqu'on utilise l'équation G.2 pour calculer V_{sam} , soit :

$$V_{sam} = \frac{(\Phi_{start} + \Phi_{end})}{2} t$$

Il faut ensuite utiliser l'équation G.4 pour calculer $u(V_{sam})$ et non l'équation G.3., comme présenté lors du GT "Benzène".

Des modifications sur l'équation G.4 ont été faites, d'une part sur le 3^{ème} terme car il y avait une erreur dans la norme et d'autre part, au premier terme car l'incertitude sur le débit (Φ) est la même que le débit soit mesuré à la fin ou au début de l'échantillonnage.

Dans ces conditions, l'équation G.4 devient :

$$\frac{u^2(V_{sam})}{V_{sam}^2} = \frac{2 u^2(\Phi_{max})}{(2 \Phi_{moy})^2} + \frac{u^2(t)}{t} + \frac{\Delta^2 \Phi}{12 (\Phi_{moy})^2}$$

Avec

$u(\Phi_{max})$ l'incertitude maximale évaluée sur une série de mesures du débit (en début ou en fin de prélèvement),

Φ_{moy} la moyenne des débits mesurés sur toutes les séries de mesure ;

$\Delta\Phi$ l'écart des moyennes.

✓ **Calcul de l'incertitude $u(\Phi)$**

Après discussion, le "n" qui apparaît dans l'équation G.6 (p 24) est conservé.

✓ **Calcul de l'incertitude $w(F)$**

Un problème d'homogénéité est relevé dans l'équation G.19 (p 28), puisque le δ est exprimé en pourcentage d'un étalon au lieu d'être exprimé en % d'une valeur mesurée. Cependant, il est décidé de ne pas faire de corrections.

✓ **Calcul de l'incertitude $w(d)$**

Le LNE a proposé 2 méthodes pour calculer cette incertitude qui seront exposées dans le guide de calcul de l'incertitude.

✓ **Calcul de l'incertitude $u(m_{CS})$**

Dans la formule G.23, le 1^{er} terme relatif à l'incertitude des solutions étalons est à tort divisé par "n".

Il est donc décidé de ne pas le diviser par n, ce qui conduit à la formule ci-après :

$$\frac{u^2(m_{sam})}{(m_{sam})^2} = \frac{u^2(m_{CS})}{(m_{CS})^2} + w_{anal}^2 + w_F^2 + w_d^2$$

✓ **Incertitude obtenue lors des essais interlaboratoires**

L'incertitude estimée en suivant la procédure décrite dans la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005 doit être cohérente avec l'incertitude obtenue lors des essais interlaboratoires.

✓ **Examen du calcul de $u_{(prélèvement)}$ à partir de la campagne sur Auteuil présenté par l'INERIS**

L'INERIS a présenté les essais réalisés lors de la campagne d'Auteuil.

Les résultats obtenus sont résumés ci-après.

- Les résultats satisfont les exigences minimales de la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005.
- Le calcul doit être repris en prenant l'équation G.4 au lieu de l'équation G.3 (remarque identique pour les calculs de l'EMD).
- Φ_{max} est choisi parmi toutes les séries disponibles pour 1 RDM (2 « lignes » pour certains préleveurs, 1 seule pour d'autres).
- $\Delta\Phi$ est l'écart max des moyennes de 2 séries « début-fin » consécutives, toujours pour 1 RDM.
- La valeur de l'incertitude d'étalonnage $u(cal)$ sur le débitmètre est faible, surtout dans le calcul de l'EMD. Des vérifications devront être effectuées.

✓ **Incertitudes sur P et T**

Dans le calcul présenté par l'EMD, l'incertitude-type sur la température T est de 0,03°C à 22,8°C ce qui conduit à un $u^2(T)/T^2$ de $2,2 \cdot 10^{-6}$. Cette valeur paraît très faible au LNE qui propose de mettre 4% ($1,6 \cdot 10^{-3}$) pour être en accord avec la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005. En effet, p 23, la formule E.4 est comparable à la formule G.14 de la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005. Cependant, pour la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005, la formule G.14 s'applique exclusivement aux dispositifs de prélèvement à régulation

volumique (§ G.2.4.2). Or, tous les préleveurs en test sont des dispositifs de prélèvement à régulation de débit massique (§ G.2.4.1) et dans ce cas, il faut utiliser la formule G.10.

Dans le cas de l'échantillonnage actif, la pression et la température servent uniquement à ramener le débit aux conditions standard. En effet, ces paramètres n'interviennent qu'au moment des mesurages de débits, en début et en fin de prélèvement, alors que dans le cas de l'échantillonnage passif, ils influencent le débit d'échantillonnage tout au long du prélèvement.

Après réflexion, il semble donc normal à l'EMD que ce poids ne soit pas le même.

Par ailleurs, si on met une incertitude de 4% pour la mesure de T et P, l'incertitude globale augmente de 8,7 à 14,3%, avec une part de 63% pour l'incertitude sur le débit due aux incertitudes sur la température et la pression.

Ce débat sera repris lors de la prochaine réunion du 6 septembre 2007.

□ Analyseurs automatiques

Fin septembre 2007, N. Locoge fournira au LNE un tableau récapitulatif des différentes sources d'incertitude intervenant sur la mesure automatique du benzène en se basant sur la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005.

Ce tableau comprendra :

- Les incertitudes pouvant être estimées par les AASQA (ex : linéarité, répétabilité...);
- Les incertitudes ne pouvant être déterminées qu'à partir d'une certification de type (ex: influence des interférents ...).

Suite à donner

- ✓ Une réunion interne "LCSQA" est fixée au jeudi 6 septembre 2007 réunissant uniquement les membres du "LCSQA".
- ✓ C. Bandol transmet à T. Macé un document de travail sur les tubes actifs ⇒ mi-juillet 2007.
- ✓ L. Chippani transmet à T. Macé des informations complémentaires pour les tubes passifs Perkin -Elmer ⇒ mi-juillet 2007.
- ✓ T. Macé rédige un projet de guide sur les tubes actifs ⇒ fin-juillet 2007.
- ✓ N. Locoge transmet à T. Macé le tableau récapitulatif des différentes sources d'incertitude intervenant sur la mesure automatique du benzène ⇒ fin septembre 2007.
- ✓ L'INERIS présentera les calculs corrigés et finalisés pour chaque préleveur au prochain GT "Benzène" ⇒ 23 octobre 2007.
- ✓ Le calcul d'incertitude finalisé pour les tubes actifs sera présenté au prochain GT "Benzène" ⇒ 23 octobre 2007.

**9.4. ANNEXE 4 : RELEVÉ DE DÉCISIONS DE LA RÉUNION DU 20/09/2007 DU GT
"INCERTITUDES"**



**RELEVÉ DE DÉCISIONS DE LA RÉUNION DU 20/09/2007
DU GT "INCERTITUDES"**

Participants :

D Durant (ESPOL)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ASQAB)
Y. Sander (ASPA)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
M. Duval (AIR APS)
A. Fromage-Mariette (AIR LR)
M. Charuel (AIR PL)
N. Locoge, H. Plaisance (EMD)
C. Raventos, L. Chiappini (INERIS)
T. Macé (LNE)

Date :

20 septembre 2007

Destinataires :

A. Fromage-Mariette, C. Marzolf (AIR LR)
D. Durant (ESPOL)
D. Loré (ATMO Rhône-Alpes)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ASQAB)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
F. Marty (AIRFOBEP)
M. Charuel (AIR PL)
Y. Sander (ASPA)
M. Duval (AIR APS)
J. Poulleau, C. Raventos, L. Chiappini (INERIS)
F. Mathé, N. Locoge, H. Plaisance (EMD)
T. Macé, J. Lachenal, B. Lalère, G. Hervouet (LNE)
E. Chambon (LCSQA)
Rémy Stroebel, C. Phillips (ADEME)
Marc Rico, Nadia Herbelot (MEDAD)

Rédacteur :

Tatiana Macé

Ordre du jour :

Dans le cadre de l'élaboration de guides pour l'estimation des incertitudes, l'objectif de la réunion du 20 septembre 2007 du GT « Incertitudes » était :

- ✓ D'examiner la version 9 de la partie 3 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse ;
- ✓ D'examiner la version 7 de la partie 4 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire ;
- ✓ D'examiner la version 3 de la partie 6 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse.

Relevé de décisions :

□ Points divers

- ✓ D. Loré (GIERSA) et F. Marty (Airfobep), membres du GT "Incertitudes", se sont excusés de ne pouvoir participer à la présente réunion.
- ✓ En réalisant une veille normative sur le site de l'AFNOR, M. Charuel a pris connaissance de la norme NF EN ISO 20988 - Qualité de l'air - Lignes directrices pour estimer l'incertitude de mesure (août 2007). Comme cette norme traite de l'incertitude de mesure pour les mesures de qualité de l'air, M. Charuel a souhaité connaître les liens existant entre les méthodes d'estimation des incertitudes traitées dans cette norme et les travaux effectués dans le cadre du GT "Incertitudes".
Cette demande ayant été faite par mail, une première réponse a été apportée par J. Poulleau indiquant que la commission X43E de l'AFNOR avait voté contre ce texte, car il proposait un certain nombre de voies de calcul d'incertitude sans les hiérarchiser. Ces diverses voies de calcul apparaissent avec des exemples et en annexe informative, car elles sont loin de conduire aux mêmes résultats d'une part, entre elles et d'autre part, en les comparant à l'approche préconisée par le GUM où théoriquement tous les facteurs influents sont pris en compte. En résumé, ces méthodes ne peuvent donc se substituer à l'approche GUM mais peuvent apporter des informations complémentaires sur l'hétérogénéité d'un parc d'appareils, de reproductibilité...
T. Macé complète ces éléments de réponse en indiquant que cette norme peut donc être utilisée comme "boîte à outils statistiques". Toutefois, il est rappelé que la démarche d'estimation de l'ensemble des incertitudes est décrite dans les différentes normes européennes ayant servi de bases au guide d'incertitude présentement élaboré au sein du GT "Incertitudes".
- ✓ T. Macé rappelle que la 1^{ère} et la 2^{ème} partie du guide (Généralités sur les incertitudes/ Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NOx, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site) ont été publiées sous la forme de 2 fascicules de documentation par l'AFNOR en avril 2007.
A la lecture de la partie 2 du guide, T. Macé a constaté qu'il y avait des erreurs (par exemple, erreurs sur les unités). Par conséquent, les remarques qui avaient été faites par T. Macé lors de la relecture de l'épreuve demandée par l'AFNOR n'ont pas été toutes prises en compte.
T. Macé en a informé l'AFNOR ; il sera effectué une nouvelle lecture de la 1^{ère} et de la 2^{ème} partie du guide par T. Macé, les corrections seront envoyées à l'AFNOR qui les prendra en compte et émettra de nouvelles versions.
L'achat d'exemplaires par le LCSQA pour les AASQA est donc différé.

- ✓ Pour information, A. Fromage-Mariette indique avoir réalisé une enquête en septembre 2007 auprès des AASQA dans le cadre du TC146/WG11 sur les types de tubes NO₂ employés et les laboratoires d'analyse : à ce jour, toutes les AASQA sauf 2 ont répondu. Cette enquête montre que :
 - 8 AASQA analysent elles-mêmes leurs tubes NO₂ et, pour certaines d'entre elles, en analysent également pour d'autres AASQA ;
 - 4 autres laboratoires (universitaires ou autres) analysent des tubes NO₂ de Palmes pour les AASQA ;
 - 12 organismes sont potentiellement concernés par l'ensemble des calculs d'incertitude pour les tubes NO₂...Il est à noter que ce nombre est bien supérieur à celui des organismes réalisant l'analyse des tubes benzène.

- ✓ Dans ce contexte, A. Fromage-Mariette avait proposé avant la présente réunion que le GT envoie aux AASQA, en même temps que la version finalisée de la partie 4 du guide (tubes NO₂), une feuille de calcul Excel reprenant toutes les formules de cette partie, afin de faciliter le travail des AASQA effectuant les analyses de ces tubes (gain de temps, économies d'échelle, diminution du risque d'erreurs).

T. Macé rappelle que la mission initiale du GT "Incertitudes" était de fournir un "mode d'emploi" (démarche théorique) pour le calcul d'incertitudes en s'appuyant sur les référentiels existants. Toutefois, le LCSQA a rajouté des applications numériques dans un format Excel en annexe de chaque partie du guide, le but n'étant pas de fournir un tableur Excel, mais seulement un exemple numérique de calcul d'incertitudes appliqué à un cas concret (AASQA, EMD, INERIS).

Après discussion, il est convenu qu'une fois cette partie 4 du guide finalisée, A. Fromage-Mariette fera circuler aux AASQA intéressées et membres du GT (ESPOL, ATMO PC et Airparif) un projet de feuille de calcul, qui sera ensuite validé par le LNE. Ce classeur Excel sera alors transmis à toutes les AASQA, qui auront la possibilité de l'utiliser ou non, de le modifier... Ce classeur Excel, informel, ne fera pas partie du document AFNOR.

- Examen de la version 7 de la partie 4 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire

Les commentaires émis par les membres du GT « Incertitudes » sont donnés en annexe 1 et ont été examinés dans leur totalité.

- Examen de la version 9 de la partie 3 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse

Les commentaires émis par les membres du GT « Incertitudes » sont donnés en annexe 2 et ont été examinés dans leur totalité.

- Examen de la version 3 de la partie 6 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse

Les commentaires émis par les membres du GT « Incertitudes » sont donnés en annexe 3 et ont été examinés dans leur totalité.

□ Poursuite des travaux

De nouvelles versions des parties 3 et 4 seront renvoyées au GT « Incertitudes », après intégration des commentaires émis lors de la présente réunion, pour une dernière relecture avant finalisation du document.

Une nouvelle version de la partie 6 sera renvoyée au GT « Incertitudes », après intégration des commentaires émis lors de la présente réunion : elle sera de nouveau examinée lors d'une **prochaine réunion fixée le mercredi 9 janvier 2008**.

Il est rappelé qu'une réunion est fixée au **jeudi 11 octobre 2007** dont l'ordre du jour est le suivant :

- ✓ Examen de la partie 5 portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique ;
- ✓ Problèmes concrets rencontrés par les AASQA lors de l'application des guides pour l'estimation de leurs incertitudes.

L'ordre du jour ayant été traité dans sa totalité, la séance est levée.

Formulaire pour commentaires

Organisme :	Date : 20/09/2007	ANNEXE 1 : Partie 4 (Tubes passifs NO2)
-------------	-------------------	------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
1	Version	-	Ed	Ma dernière version (avant la V7) était la V3 du 13/10/06. Les V4/V5/V6 sont elles des versions n'ayant circulé qu'au niveau du LCSQA ?		
2	Paragraphe 2.2		ge	Dans le document en général, d est défini comme l'efficacité de désorption, peut-on plutôt parler d'efficacité d'extraction ?	Efficacité d'extraction	
3	Paragraphe 4 mesurande		ge	Peut-on citer 7 jours ?	« 7 et 14 jours »	
4	Paragraphe 6.3	Formule (4)	Te	N'est ce pas là une définition différente de celle présentée en RD du 9/10/06 (« D remplacée par 1/Déch ») ?		
5	Paragraphe 7.1.5	-	Te	Pas de référence en annexe à une biblio d'Hervé Plaisance comme évoqué en RD du 9/10/06 ?		
6	7.3		ge	m _D de l'équation 17 n'est pas défini		
7	Paragraphe 8.2		ge	C modélisé = linéarité ?		
8	Annexe B	Tableau 3	ge	58.2 et 89.7 ? Une explication ?		
9	Annexe C		ge	Pour que ce soit une annexe "pratique", il faudrait faire un lien plus évident entre les numéros de formules utilisées dans le guide et dans cette annexe. Voir également les propositions (jointes) de feuille de calcul.		

Formulaire pour commentaires

Organisme :	Date : 20/09/2007	ANNEXE 2 : Partie 3 (Tubes passifs Benzène)
-------------	-------------------	----------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires

1	Version	-	Ed	Ma dernière version (avant la V9) était la V5 du 13/10/06. Les V6/V7/V8 sont-elles des versions n'ayant circulé qu'au niveau du LCSQA ?		
2	Avertissement	4è paragraphe	ge	<i>"certains paramètres sont spécifiques aux procédures mise en place par chaque labo"</i>	Peut-on envisager, au moins pour les "plus grands labo" faisant l'analyse de ces tubes pour les AASQA (je songe à F. Maugeri, LIC,), de mettre une annexe avec, pour chacun, un tableau des paramètres qu'ils doivent transmettre à l'utilisateur (et, éventuellement pour certains paramètres d'incertitude, des valeurs "constantes"). Ce tableau pourrait, par exemple, ressembler à celui de la page 22. Pour d'autres labo, mettre en annexe un tableau de ce que l'AASQA utilisatrice doit concrètement demander à "son" labo.	
3	p 4 §1			<p>— <i>Pour la vérification de l'étalonnage, un point de contrôle doit être réalisé tous les dix échantillons. L'écart entre la valeur mesurée et la valeur théorique doit être inférieure à ± 5%; sinon il convient de réaliser un nouvel étalonnage.</i></p> <p>— <i>FAUX : erreur de traduction du premier « should be »</i></p> <p><i>Version UK : A full calibration using each standard should be performed at the start of the analysis and the calibration curve generated. A single point calibration should be performed at every tenth sample in the batch and at the end of</i></p> <p><i>If the drift in these single point calibration standards is = ± 5% of value then a full calibration should be undertaken.</i></p> <p>C'est la version UK qui est la version de référence</p>		

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

Formulaire pour commentaires

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
4	1		ed	Dans le dernier paragraphe, erreur dans référence de la norme : NF EN 14662-4 et non NF EN 14662-1		
5	p.4 §1			Par ailleurs, la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005	Par ailleurs, la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005	
6	3 description de la méthode		ge	Nous pourrions cité Perkin Elmer aussi		
7	3 description de la méthode		te	Préciser a q température a été définit le débit d'échantillonnage sur 14 j	20°C ?	
8	4 définition Mesurande		te	Préciser les limites du mesurande définit aux GT Benzène Et préciser en note la limite entre le débit 7j et 14j	Plage de température et de concentration Nous avons utilisé 8,5 J	
9	6 modèle Math		ge	Si les blancs sont supérieurs a 10 ng QUID ?	Soustraction ?	
10	p.8			$C = \frac{m_{mesurée} - m_{blanc}}{D_{éch} \times t \times d} \times \frac{101,3}{P_{atm}} \times \frac{T}{293} \times 10^6$	$Cm = \frac{m_{meas} - m_{blc}}{U \times t \times D} \times \frac{101,3}{P_{atm}} \times \frac{T}{293} \times 10^6$ Cohérence norme 14662-4	
11	p.9			$C = \frac{m_{mesurée} - m_{blanc}}{D_{éch} \times t \times d} \times \frac{101,3}{P_{atm}} \times \frac{T}{293} \times 10^6$	- D n'est pas utilisé pour calculer la concentration. - Ne pourrait-on pas indiquer que si D > 98% l'équation devient : $Cm = \frac{m_{meas}}{U \times t} \times \frac{101,3}{P_{atm}} \times \frac{T}{293} \times 10^6$	
12	p.10			$m_{mesurée} = m_{mod\ élisée} \times X_{sélectivité} \times X_{répétabilité} \times X_{étalons} \times X_{dérive} \times X_{stabilité}$	$m_{meas} = W_F \times W_{sélectivité} \times W_{anal} \times W_{mc\ s} \times W_d \times W_{stabilité}$	
13	p.10			Correction idem pour explication des composantes		

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
14	p.10			Modification mreg -> W _F pour cohérence		
15	p.10			Idem N°13		
16	p.10			Idem N°13		
17	p.10			Idem N°13		
18	6.4		ge	Définir les choix sur ce débit 7J, si température et masse diffère du mesurande (si la température est inf a 5°C ou si la concentration est sup à 10 µg/m3)	Soustraction ?	
19	p.11	Equation 4		Avec : — $D_{éch}$ le débit d'échantillonnage constant (ml/min),	Avec : — U le débit d'échantillonnage (ml/min),	
20	p.11	Equation 5		$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T} - 273)$ \overline{T} la température moyenne lors du prélèvement (K).	$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T})$ La température n'est-elle pas en °C ??? Cf. Guide de recommandation GT benzène	
21	7.1.1			$w_f = \frac{u(m_{mod\ élisée})}{m_{mod\ élisée}} \times 100 = \left \frac{m_{mod\ élisée} - m_{Etalon}}{m_{Etalon}} \right _{MAX} \times \frac{100}{6}$	M modélisé → mreg M étalon → mcs Cohérence norme 14662-4	
22	7.1.3			$w_{Anal} = \frac{u(X_{Répétabilité})}{X_{Répétabilité}} \times 100 = \frac{1}{X_{Répétabilité}} \times \frac{s(m_d)}{m_d} \times 100 = \frac{s(m_d)}{m_d} \times 100$	S(md) → S(mD) Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6	
23	7.1.6 p.14	-	Ed	(...) qu'il y ait de modification (...)	(...) qu'il n'y ait de modification (...) (rq n°6 du RD du 9/10/06)	
24	7.3 p.15	-	Ge	Pas de définition de m _d	Le définir comme les autres paramètres (pas toujours les mêmes définitions d'une formule à l'autre)	

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
25	7.3			$w_d = \frac{u(d) \times 100}{d} = \frac{\sqrt{u^2(m_{cm}) + s^2(m_d) + \frac{ m_{cm} - m_d ^2}{3}}}{m^2_{cm}} \times 100$	$w_D = \frac{u(D) \times 100}{D} = \frac{\sqrt{u^2(m_{cm}) + s^2(m_D) + \frac{ m_{cm} - m_D ^2}{3}}}{m^2_{cm}} \times 100$ <p>d. → D md → mD Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6</p>	
26	7.3		ed	m _d de l'équation 12 n'est pas défini		
27	7.4		ge	Le guide du GT benzène ne corrige plus en Pression !!!!		
28	7.6.1 et 7.6.1.1			Uniformisation des unites 23.7 cm3.min-1 et 1.0 ml/min		
29	7.6.2		ge	Pour les perkin elmer préciser le type de charbon et le débit ne correspond pas a celui de la norme	0.63 au lieu de 0.60 ml/min	
30	7.6.2 et 7.6.2.4			Corps diffusif et tubes actifs !!!	7.6.2.4 à enlever	
31	8.1				Déch → U d. → D Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6	
32	8.1	Équation 15		Dénomination : Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6		
33	8.2	Équation 17		Dénomination : Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6		
34	8.4			$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T} - 273)$ <p>\overline{T} la température moyenne lors du prélèvement (K).</p>	$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T})$ <p>La température n'est-elle pas en °C ??? Cf. Guide de recommandations GT benzène</p>	

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
35	9	Équation 21 /22		Dénomination : Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6	C → Cm	
36	Annexe A	Dernière colonne du tableau	ed	Titre et mentions dans les cases à éclaircir : que signifie, par exemple, "AASQA analyse" ??? "Organisme évaluateur (de quoi ?)"	Titre : Organisme devant calculer cette incertitude Dans les cases, par ex : soit : - labo d'analyse - AASQA - Autre (à préciser)	
37	Annexe C.2	Paragraphe sous tableau 6	ed	"pour que les valeurs soient considérées comme significativement différentes, le "t " de Student doit être INFÉRIEUR à 2,571"	"le t de Student doit être SUPERIEUR à 2,571"	
38	p.26			Pour que les valeurs soient considérées comme significativement différentes à un degré de confiance de 95 %, le t de Student doit être inférieur à 2,571.	Remplacer par "supérieur"	
39	Annexe D		ge	Est il judicieux de garder les données 1 j alors que nous savons que le débit d'échantillonnage est très différent pour de faible durée d'exposition Dans le guide nous parlons d'un mesurande entre 5 et 30°C et je ne vois que des températures supérieures a 10°C ?	Retirer 1 J	
40	p.27			$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (T - 273)$ T la température moyenne lors du prélèvement (K).	$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (T)$ La température n'est-elle pas en °C ??? Cf. Guide de recommandation GT benzène	
41	Annexe D2		ge	Les débits du tableau 7 ont jusqu'à 17 % de différence avec le débit modélisé : est ce intégré dans le 9 % d'incertitude type annoncé?		

Formulaire pour commentaires

Organisme :	Date : 20/09/2007	ANNEXE 2 : Partie 3 (Tubes passifs Benzène)
-------------	-------------------	----------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
42	Annexe D.3	Avant-dernier paragraphe	ed	"le graphique ci-dessus montre que les intervalles de confiance déterminés au paragraphe D.1 englobe l'ensemble des valeurs".	"le graphique ci-dessus montre que les intervalles de confiance déterminés au paragraphe D.1 ENGLOBENT l'ensemble des valeurs".	
43	E.2.2	Equation 24			m → mcs Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6	
44	E.2.2	Equation 25		y la masse de benzène recueillie sur l'échantillonneur (µg),	y. NON présent dans l'équation	
45	E.2.3.2	Equation 27		$u^2(D) = u_{cal}^2 + \frac{S_{mes}^2}{n}$	Smes → Smeas Cohérence norme 14662-4 et guide partie 6	
46	E.2.3.2	Equation 27		$u^2(D) = u_{cal}^2 + \frac{S_{mes}^2}{n}$	D -> Ddébit qui peut correspondre à De Dz ou Dactif	
47	F.2.2		ed	Dans le dernier paragraphe : équation 47 et non 45		
48	F.2.6		ed	Un "est" de trop	... est lié à la répétabilité de d, donné par ...	
49	Annexe G1.1		ge	Compte tenu des résultats du tableau 14, peut-on parler de débit fixe a 23,7 ?		
50	Annexe G2.1		ge	Tube perkin : Préciser le type de charbon		
51	Annexe H2		ge	Les interférents cités ne sont pas eux de la norme, il faudrait rédiger une note afin d'expliquer ce choix		
52	Annexe I		ge	Malgré l'avertissement en gras, peut-on savoir (et préciser ici) si (toutes) les données EMD présentées dans les tableaux de cette annexe peuvent –ou ne peuvent pas – être utilisées (soit telles quelles, soit comme valeurs par défaut) pour les AASQA. Cela rejoint aussi la 1 ^{ère} remarque.		

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

Formulaire pour commentaires

Organisme : _____ Date : 20/09/2007 **ANNEXE 2 : Partie 3 (Tubes passifs Benzène)**

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
53	Annexe I			$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T} - 273)$ <p>\overline{T} la température moyenne lors du prélèvement (K).</p>	$D_{éch} = 31,424 - 0,178 \times (\overline{T})$ <p>La température n'est-elle pas en °C ??? Cf. Guide de recommandation GT benzène</p>	
54	Annexe J		ge	Malgré l'avertissement en gras, peut-on savoir (et préciser ici) si (toutes) les données EMD présentées dans les tableaux de cette annexe peuvent –ou ne peuvent pas – être utilisées (soit telles quelles, soit comme valeurs par défaut) pour les AASQA. Cela rejoint aussi la 1 ^{ère} remarque.		
55	p.84			Pourquoi intégration répétabilité dans le cas 14 j et pas de prise en compte p.81 (7j)		
56	Annexe page 87		ed	Erreur dans le charbon cité : carbopack X	Carbopack B	

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
1	Version	-	Ed	Les V1/V2 sont-elles des versions n'ayant circulé qu'au niveau du LCSQA ?		
2			ge	Pour les calculs de standardisation des volumes, bien préciser les différences entre un massique et un volumique Les massiques ont déjà une courbe d'étalonnage standardisé		
3	Ensemble du guide		Ge	Remplacer les debit noté "std" par "STP" → cohérence avec la norme et dans le guide lui même (car utilisation de std et STP)		
4	p.7			$C = \frac{m_{meas} - m_{blanc}}{V_{sam, std} \times D \times E \times A} \times 10^6$ Pour plus de cohérence avec la norme...	$C_m = \frac{m_{sam}}{V_{sam, std}} \times 10^6 \text{ avec } m_{sam} = \frac{m_{meas}}{E.A.D}$ puis on peut passer à la formule initiale	
5	p.8			Suite logique par rapport N°1 si prise en compte de la modif N°1		
6	p.9	Equation (3)		$m_{meas} = m_{reg} \times X_{sélectivité} \times X_{répétabilité} \times X_{étalons} \times X_{dérive}$	$m_{meas} = WF \times W_{sélectivité} \times W_{anal} \times W_{mcs} \times W_d$	
7	p.9 - 10			Correction idem pour explication des composantes		
8	7.1.1			Modification mreg -> WF pour cohérence		
9	7.1.3			Idem N°5		
10	7.1.4			Idem N°5		
11	7.1.5			Idem N°5		
12	7.2.5			Copier coller du fond du texte du guide v3. Les termes de ramassage et pose ne sont pas du tout adaptés à cette norme		
13	7.3			Définition manquante de mD		

Formulaire pour commentaires

Organisme :	Date : 20/09/2007	ANNEXE 3 : Partie 6 (Tubes actifs Benzène)
-------------	-------------------	---------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
14	7.3 note 3			Source et emplacement de cette note dans la norme ??		
15	8.1			“Cette relation est similaire à celle formulée dans la norme européenne NF EN 14662-1 : 2005”. → NON		
16	8.2	équation 20		Remplacer $u_2(mcs)/m_2cs$ par W_2mcs → cohérence		
17	8.3			Préciser dans le texte que cette partie est pour les régulateurs massique comme précisé dans la norme		
18	8.4			Préciser dans le texte que cette partie est pour les régulateurs volumique comme précisé dans la norme		
19	Annexe A		ed	Ce n'est pas pour le critère de performance de 4% : « température et pression moyenne lors du prélèvement » mais « conversion aux conditions normales »	« conversion aux conditions normales »	
20	Annexe B p.26	$u(\varphi_{start})$	Te	Quel type de débitmètre est utilisé sur le terrain pour ces mesures (10ml/min) ?		
21	Annexe B p.27	$u(\varphi_{end})$	Te	Quel type de débitmètre est utilisé sur le terrain pour ces mesures (10ml/min) ?		
22	Annexe B p.29	Contribution vsam,std	Te	Nous sommes surpris par la faible contribution du débit (2.3%) compte tenu des difficultés rencontrées lors de la première campagne réalisée (pb de mesure de débit (moyens de mesure + tps de résidence inadaptés ?), fuites)		

(1) Type de commentaire : ge = général te = technique ed = éditorial (rédactionnel)

9.5. ANNEXE 5 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 11/10/2007 DU GT "INCERTITUDES"



**COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 11/10/2007
DU GT "INCERTITUDES"**

Participants :

D Durant (ESPOL)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ASQAB)
M. Garofalo (ASPA)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
M. Duval (AIR APS)
C. Marzolf (AIR LR)
M. Charuel (AIR PL)
D. Loré (ATMO Rhône-Alpes)
F. Marty (AIRFOBEP)
F. Mathé (EMD)
C. Raventos (INERIS)
T. Macé (LNE)

Date :

11 octobre 2007

Destinataires :

C. Marzolf (AIR LR)
D. Durant (ESPOL)
D. Loré (ATMO Rhône-Alpes)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ASQAB)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
F. Marty (AIRFOBEP)
M. Charuel (AIR PL)
M. Garofalo (ASPA)
M. Duval (AIR APS)
J. Poulleau, C. Raventos (INERIS)
F. Mathé (EMD)
T. Macé, J. Lachenal, G. Hervouet (LNE)
E. Chambon (LCSQA)
R. Stroebel, C. Phillips (ADEME)
M. Rico, N. Herbelot (MEDAD)

Rédacteur :

T. Macé
C. Raventos

Ordre du jour :

Dans le cadre de l'élaboration de guides pour l'estimation des incertitudes, l'objectif de la réunion du 11 octobre 2007 du GT « Incertitudes » était :

- ✓ D'examiner la version 4 de la partie 5 portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique ;
- ✓ De faire un retour d'expérience de l'application de la partie 2 du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NOx, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site dans les AASQA.

Compte-rendu :

□ Points divers

- ✓ ***Guides d'incertitudes diffusés par l'AFNOR sous forme de fascicules de documentation***

T. Macé rappelle que la 1^{ère} et la 2^{ème} partie du guide (Généralités sur les incertitudes/ Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NOx, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site) ont été publiées sous la forme de 2 fascicules de documentation par l'AFNOR en avril 2007.

A la lecture de la partie 2 du guide, T. Macé a constaté qu'il y avait des erreurs (par exemple, erreurs sur les unités). Par conséquent, les remarques qui avaient été faites par T. Macé lors de la relecture de l'épreuve demandée par l'AFNOR n'ont pas été toutes prises en compte.

T. Macé en a informé l'AFNOR, qui a préconisé de faire une nouvelle lecture de la partie 2 du guide et de lui faire parvenir les erreurs afin de pouvoir les corriger dans le fascicule de documentation.

T. Macé indique que cette relecture a été effectuée (les erreurs trouvées ont été envoyées à l'AFNOR le 12 octobre 2007).

- ✓ ***Rapports d'approbation de type des analyseurs***

Il est constaté que tous les analyseurs évalués n'ont pas été testés sur le paramètre « Influence de la pression ».

F. Mathé a questionné Environnement SA sur ce sujet : ces derniers ont indiqué que la décision de ne pas tester la pression a été prise par le TUV qui juge le test non pertinent d'un point de vue technique. De plus, l'UBA qui certifie les analyseurs accepte les évaluations en l'état.

Concernant l'analyseur de NO/NOx du constructeur API, il a été pris en considération les concentrations mesurées lors de jours d'essais sur site pendant lesquels la pression atmosphérique a varié.

Par contre, sur les analyseurs de NO/NOx du constructeur TEI, ce test a été effectivement réalisé.

C. Debert indique que sur l'analyseur de NO/NOx de type AC32M, une nouvelle EPROM (D245) prend en compte l'effet de la pression atmosphérique. Il est toutefois important de souligner qu'actuellement, tous les analyseurs AC32M ne sont pas équipés de cette nouvelle EPROM.

Pour ce problème de pression, des échanges de point de vue ont eu lieu entre R. Stroebel (ADEME) et J. Poulleau (INERIS), ainsi qu'entre R. Stroebel et Environnement SA.

- ✓ ***Manque de réactivité du constructeur Environnement SA***

M. Duval fait part de son sentiment sur la non-prise en compte des réclamations des clients par Environnement SA et se demande quelle procédure pourrait être mise en

œuvre face à ce manque de réponses et de solutions techniques de la part d'Environnement SA.

C. Marzolf souligne que même des actions « officielles » (courriers...) de réclamation ne sont suivies d'aucun effet.

F. Mathé compte faire remonter les doléances des utilisateurs aux fabricants suite aux journées techniques AASQA d'octobre 2007. De plus, il indique qu'une réunion AASQA/LCSQA-EMD sera prochainement organisée chez Environnement SA concernant les problèmes rencontrés sur l'analyseur VOC 71M.

✓ **Service après vente des analyseurs série 1M de marque Environnement SA**

Les AASQA disposent encore d'un nombre conséquent d'analyseurs série 1M de marque Environnement SA : ces derniers ont indiqué pouvoir assurer le service après-vente de ces appareils pendant 10 ans après l'arrêt de leur fabrication. Toutefois, Environnement SA se trouve tributaire de ses propres fournisseurs, qui peuvent à tout moment décider de ne plus fabriquer telle ou telle pièce de rechange : dans ce cas, il ne sera plus possible à Environnement SA de fournir ces pièces de rechange à leurs clients, donc aux AASQA.

□ Examen de la version 4 de la partie 5 portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique

Les commentaires émis par les membres du GT « Incertitudes » sont donnés en annexe 1 et ont été examinés dans leur totalité.

Quelques points particuliers abordés lors de la présente réunions sont résumés ci-après.

✓ De manière générale, certaines contributions d'incertitude peuvent être amenées à être négligées ce qui simplifie les calculs d'incertitude. En effet, selon la norme internationale ISO 14956, une composante d'incertitude ayant une contribution inférieure à 20% de la contribution la plus forte peut être négligée, ce qui est le cas par exemple de l'influence de la fréquence d'oscillation.
Ce point sera abordé en 2008 lors des formations organisées auprès des AASQA sur l'application des guides.

✓ Certaines contributions d'incertitude sont difficiles à évaluer. Par conséquent, une solution est de déterminer cette composante un certain nombre de fois et sur la base des résultats obtenus de fixer une erreur maximale tolérée (EMT) plutôt que de recalculer systématiquement la valeur.
Ce point sera abordé en 2008 lors des formations organisées auprès des AASQA sur l'application des guides.

✓ Concernant la reproductibilité du TEOM, C. Raventos voit avec C. Debert, s'il est possible de diffuser officiellement les valeurs de reproductibilité qui ont été calculées à partir de données issues de mesures effectuées par AIRPARIF avec 2 TEOM en parallèle.
Note : lors de ces essais, les moyennes n'étaient pas des moyennes horaires ; elles ont été calculées sur la base de périodes de moyennage plus courtes, ce qui peut augmenter la valeur de la reproductibilité.
De plus, T. Macé contactera B. Rocq pour voir s'il ne dispose pas de données avec 2 TEOM en parallèle.

✓ Au § 3.5.2, une question est posée : est-ce qu'il a été constaté des différences de répétabilité selon la phase du cycle (« base » et « référence ») ?
T. Macé rédigera un protocole de test et l'enverra aux participants afin de disposer de données pour alimenter l'application numérique du guide.

✓ Au § 3.5.3, une question est posée : est-ce que l'écart de linéarité est le même quelque soit la phase du cycle considérée ?
T. Macé rédigera un protocole de test et l'enverra aux participants afin de disposer de données pour alimenter l'application numérique du guide.

- ✓ C. Debert fournira à T. Macé des valeurs de $C_{Rm,H}$ et $C_{m,H}$.
- ✓ F. Mathé complètera la NOTE 2 du paragraphe 4.1 et se renseignera sur l'incertitude à considérer pour le temps auprès des constructeurs dans le cas de la jauge radiométrique.

Poursuite des travaux :

Une nouvelle version de la partie 5 sera envoyée au GT « Incertitudes », après intégration des commentaires émis lors de la présente réunion.

Il n'a pas pu être réalisé le retour d'expérience de l'application de la partie 2 du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site dans les AASQA, vu le temps imparti.

Par conséquent, une ***prochaine réunion est fixée au lundi 17 décembre 2007, pour aborder ce sujet.***

Formulaire pour commentaires

Organisme : Annexe 1	Date : 11/10/07	Document : Partie 5 du guide incertitudes de mesures polluants dans l'air ambiant
----------------------	-----------------	-----------------------------------------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type comme ntaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
1	Intro p 5		ge	Pourquoi ne pas présenter le calcul comme pour la partie 2 (« quart horaire » puis moyenne temporelle) → homogénéisation des guides.		
2			ge	On ne transmet plus depuis le 1 ^{er} janvier 2007 de mesures non corrigées mais soit des mesures corrigées directement (appareils équipés de modules de correction) soit des mesures corrigées à partir d'un écart calculé sur une station de référence. La partie sur les données corrigées à partir d'une station dite de référence n'est pas traitée.		
3	Page 10 2.2		ed	Alerte sur moyenne glissante sur 24h et non « moyenne journalière »		
4	Paragraphe 2.3.2 page 10	Note sur étalons	ed	Proprement parler	Proprement parlé	
5	Paragraphe 2.4.1 page 13		ge	Normalement depuis le 1 ^{er} janvier 2007 l'ensemble des TEOM 50°C fournissent des données moyenne horaire glissante (réactualisée tous les 1/4h), (même paramétrage que TEOM FDMS)	Cela mérite d'être précisé quelque part soit en intro soit à ce niveau	
6	Page 14 2.4.1		ge	Correction constructeur: $1,03 * X + 3$ non-appliquée dans le tableau de calcul annexe	Ajouter cette correction en annexe A	
7	Page 14 2.4.2		ge	Expression de la concentration journalière non exprimée dans les tableaux de calcul		
8	Page 15 2.5.2		ge	Il apparaît un /2 dans le tableau de calcul pour l'expression de l'incertitude-type liée à la fréquence d'oscillation f1 et f2	Supprimer /2 dans annexe A Formule texte OK	
9	Page 16 2.5.3		ge	Il apparaît un *0.000001 dans le tableau de calcul pour l'expression de l'incertitude-type liée à la linéarité	Supprimer *0.000001 dans annexe A (m exprimée en µg et U linéarité en %) Formule texte OK	

Formulaire pour commentaires

Organisme : Annexe 1

Date : 11/10/07

Document : Partie 5 du guide incertitudes de mesures polluants dans l'air ambiant

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type comme ntaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
10	Page 17 2.5.4		ge	Incertitude liée au temps de prélèvement : Unité : sec et non min Dans tableau de calcul, Xi=282min - Pour ¼ d'heure, Xi = 15min=900sec, Donnée constructeur : 2sec -> pour quelle base de temps ?	Dans annexe A, T = 900 sec	
11	Paragraphe 2.5.5 page 17		te	En général l'unité de débit utilisée sur les TEOM est le l/min et pas le m3/min		
12	Page 17 2.5.5		ge	Incertitude liée au débit de prélèvement : Dans doc constructeur, correction du débit en fonction de la température et pression -> non traité en annexe A	Dans annexe A, Ajouter incertitude-type liée à la température et incertitude type liée à la pression	
13	Page 17 2.5.5		ge	Incertitude liée au débit de prélèvement :	Dans annexe A, Xi =2 l/min soit 0,12 m ³ /sec ou Xi = 3 l/min soit 0,18 m ³ /sec selon que les appareils soient équipés de restricteurs de débit ou non.	
14	Page 17 2.5.5		ge	Incertitude liée au débit de prélèvement : Sur le principe, le débit doit être à la valeur 2 ou 3 l/min ➔ prendre en compte l'écart entre la valeur de consigne et la valeur ref au lieu d'écart entre valeur mesurée par TEOM et valeur Réf	Ecart entre valeur de consigne et la valeur ref	
15	Page 19 2.5.7		ge	Incertitude liée à la reproductibilité sur site : D'après annexe A, 92% de contribution à l'incertitude finale !	/	

Formulaire pour commentaires

Organisme : Annexe 1

Date : 11/10/07

Document : Partie 5 du guide incertitudes de mesures polluants dans l'air ambiant

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type comme ntaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
16	Paragraphe 2.6.1	Equation 18	ge	Δm_{QH} n'est pas défini		
17	Tableau 1 page 21		te	Unité de débit l/min		
18	Paragraphe 3.3.1 page 27	Note étalons	ed	Proprement parler	Proprement parlé	
19	3.4.1+ exemple numérique (et 2.4.1)		ge	Etant donné que la composante d'incertitude la plus influente est la reproductibilité des TEOM et que le modèle mathématique reste complexe à alimenter (récupération des fréquences d'oscillation pour les différentes concentrations), n'est – il pas envisageable de proposer un modèle "dégradé" de l'incertitude reposant par exemple sur le rapport masse/débit qui donnerait des résultats comparables et surtout plus simple à déterminer.		
20	Paragraphe 3.5.5 page 37		te	En général l'unité de débit utilisée sur les TEOM est le l/min et pas le m3/min		
21	3.5.9 (et 2.5.9)	Tableau2 (et tableau 1)	Ge	N'existe-t'il pas quelques données techniques sur le poids du dispositif de prélèvement (études faites par le constructeur, laboratoires,...) qui pourraient être exploitées (pouvoir de coupure à 10 μ m, performance du filtre,...)?		
22	3.6		ge	Incertitude FDMS Cas d'une correction d'un PM10 par FDMS non évoqué	Comparaison Mesure FDMS/Mesure PM10 corrigée -> à intégrer dans reproductibilité	
23	Tableau 2 page 41			Unité de débit l/min		
24	Paragraphe 3.6.1 page 43		ge	Question : ne peut-on pas gérer la mesure des PS comme la mesure d'ozone par exemple car sur le principe c'est la même chose (mesure cyclique) ?		

Formulaire pour commentaires

Organisme : Annexe 1	Date : 11/10/07	Document : Partie 5 du guide incertitudes de mesures polluants dans l'air ambiant
----------------------	-----------------	-----------------------------------------------------------------------------------

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type comme ntaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
25	Page 43 3.6.1		ge	Incertitude FDMS Coefficient de corrélation à 0	Essai de calcul d'incertitude pour mesure FDMS en annexe B	
26	Paragraphe 3.6.2 et 3.6.4	Equations 46 et 50	ge	Les $\Delta m_{Bm,H}$ et $\Delta m_{Rm,H}$ ne sont pas définis		
27	Paragraphe 4.1 page 50	Note 1	ge	Pourquoi « à priori »		
28	Paragraphe 4.1 page 51	Note 2	Ge	Il faudrait au moins ajouter sur quel pas de temps l'équivalence a été démontrée		
29	Paragraphe 4.4.1	Equation 56	ed	Δm_j : masse journalière ... dont l'expression figure en (58) et non (28)		
30	Paragraphe 4.5.4 page 57	Dernier paragraphe	Ed	N'est ce pas un copier coller du 2.5.4		
31	Paragraphe 4.5.5		Ed	Sr, Qjauge beta en m3/min	m3/h	
32	Paragraphe 4.5.5	Equation 63	ed	$S_{r,Qjauge\beta}$ en m ³ /h et non m ³ /min		
33	Paragraphe 4.5.9 page 61	Tableau 3	ed	Débit en m3/min	m3/h	
34	Paragraphe 4.6.1	Equation 71	ge	Δm_j n'est pas défini		
35	Paragraphe 5.3.1	Equation 78	ed	u(xj) incertitude type ... dont l'expression figure en (79) et non (81)		
36	Annexes		te	Pourquoi le calcul est fait pour TEOM sur valeur 1/4h et pour jauge bêta sur valeur journalière ?		