





MINISTÈRE DE L'ÉCOLOGIE,  
DU DÉVELOPPEMENT  
ET DE L'AMÉNAGEMENT  
DURABLES

## 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**

**Tatiana MACE**

*Convention : 0000652*

*Novembre 2007*

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

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

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**

**Cécile RAVENTOS**

*Programme LCSQA 2007*

*Novembre 2007*



# **GUIDE PRATIQUE D'UTILISATION**

**POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE  
DES CONCENTRATIONS EN POLLUANTS DANS L'AIR AMBIANT**

**Partie 5 : Estimation des incertitudes sur les concentrations  
massiques de particules mesurées en automatique**

Projet de Novembre 2007

Version 5

Ce document comporte 82 pages (hors couverture).

**NOVEMBRE 2007**



# Table des matières

<b>Table des matières.....</b>	<b>1</b>	
<b>1</b>	<b>Définitions .....</b>	<b>4</b>
1.1	Conditions de référence.....	4
1.2	Dérive.....	4
1.3	Dispositif de prélèvement .....	4
1.4	Erreur de moyennage.....	5
1.5	Erreur maximale tolérée (d'un instrument de mesure).....	5
1.6	Etalonnage.....	5
1.7	Facteur d'élargissement .....	5
1.8	Indication d'un instrument de mesure .....	5
1.9	Interférent .....	5
1.10	Justesse .....	6
1.11	Linéarité.....	6
1.12	Matière particulaire en suspension .....	6
1.13	PM <sub>x</sub> .....	6
1.14	Rayonnement $\beta$ .....	6
1.15	Réglage.....	6
1.16	Répétabilité.....	6
1.17	Reproductibilité.....	7
1.18	Résolution (d'un dispositif afficheur).....	7
<b>2</b>	<b>Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence .....</b>	<b>7</b>
2.1	Description de la méthode de mesure.....	7
2.2	Définition du mesurande.....	8
2.3	Analyse du processus de mesure .....	8
2.4	Modèle mathématique .....	11
2.5	Evaluation des incertitudes-types .....	12
2.6	Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).....	22
2.7	Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).....	24
2.8	Expression finale du résultat.....	25
<b>3</b>	<b>Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence avec module pour la fraction volatile de l'aérosol .....</b>	<b>25</b>
3.1	Description de la méthode de mesure.....	25
3.2	Définition du mesurande.....	27
3.3	Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M » .....	28
3.4	Modèle mathématique .....	31
3.5	Evaluation des incertitudes-types .....	32
3.6	Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).....	42
3.7	Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).....	48
3.8	Expression finale du résultat.....	49
<b>4</b>	<b>Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement <math>\beta</math> .....</b>	<b>50</b>
4.1	Description de la méthode de mesure.....	50
4.2	Définition du mesurande.....	51
4.3	Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M » .....	51
4.4	Modèle mathématique.....	54

4.5	Evaluation des incertitudes-types .....	55
4.6	Calcul de l'incertitude-type composée .....	63
4.7	Expression finale du résultat .....	65
5	Exploitation des données sur site .....	66
5.1	Introduction .....	66
5.2	Représentativité des essais sur site .....	66
5.3	Méthode d'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats des essais d'intercomparaison à la méthode de référence .....	66
5.4	Exemples d'application du guide pour la détermination de l'incertitude de méthodes automatiques par comparaison à la méthode de référence .....	69
	Annexe A Application numérique (TEOM) .....	75
	Annexe B Application numérique (TEOM-FDMS) .....	78
	Annexe C Application numérique (Jauge $\beta$ ) .....	79
	Annexe D Bibliographie .....	82

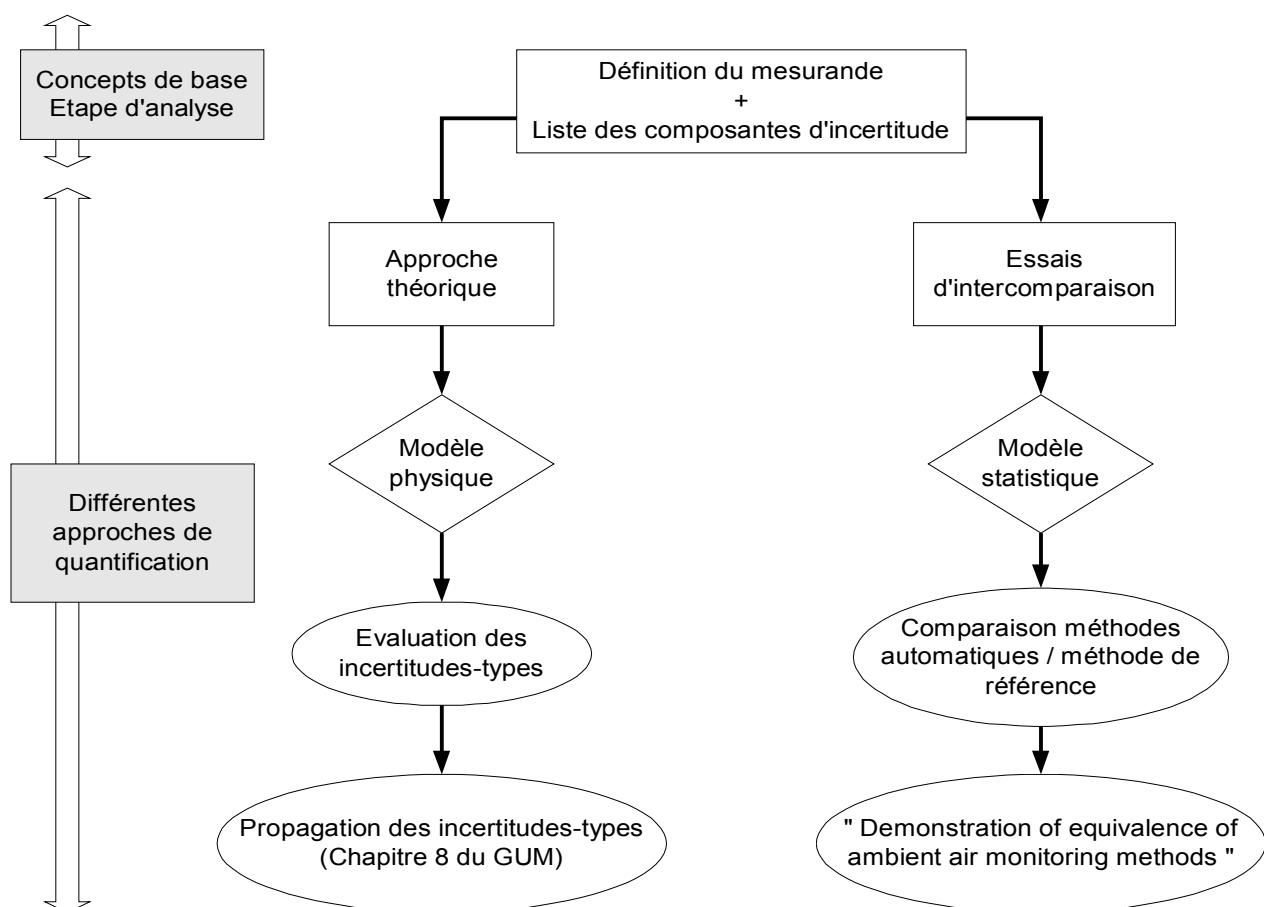
## Introduction

La partie 5 de ce guide pratique d'utilisation présente les approches retenues pour établir le budget d'incertitude associé à un résultat de mesure journalier<sup>1</sup> d'un appareil de mesure automatique de particules en suspension dans l'air ambiant (ex : PM<sub>10</sub>, PM<sub>2,5</sub>, ..) obtenu sur un site donné (urbain dense, proximité, rural...).

Les incertitudes sur les mesures automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant sont estimées selon deux approches :

- à l'aide d'un budget d'incertitude établi en suivant la méthode décrite au chapitre 8 du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005:1999 (GUM) (approche traitée au paragraphe 2 pour les mesures effectuées par microbalance à variation de fréquence (TEOM), au paragraphe 3 pour celles effectuées par microbalance à variation de fréquence avec module pour la fraction volatile de l'aérosol (TEOM-FDMS) et au paragraphe 4 pour celles effectuées avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement  $\beta$  équipée d'un module RST,
- à l'aide d'exercices d'intercomparaison menés sur site (approche traitée au paragraphe 5).

Le logigramme ci-après résume le déroulement des deux approches.



<sup>1</sup> La réglementation fixe des valeurs limites journalière et annuelle

L'estimation des incertitudes selon la méthode décrite au chapitre 8 du GUM est basée :

- sur la connaissance du principe de fonctionnement de l'appareil de mesure et sur ses caractéristiques de performance (linéarité, répétabilité...),
- sur les mesures simultanées effectuées par 2 appareils automatiques prélevant dans des conditions identiques et sur le même site (ou sur 2 sites jugés équivalents), ce qui conduit à déterminer un écart-type de reproductibilité du processus de mesure ; cet écart-type de reproductibilité permet d'estimer la variabilité de fabrication du modèle de l'appareil considéré.

Cette première approche permet d'estimer l'incertitude sous la forme d'une variance, basée sur les variances associées aux variables d'entrée du modèle mathématique, correspondant aux paramètres d'influence de la méthode de mesure. Il est à noter que certaines composantes du modèle mathématique ne sont actuellement pas quantifiables comme, par exemple, les incertitudes liées au dispositif de prélèvement en amont du filtre, à l'humidité de l'air prélevé..., car cela nécessiterait de disposer d'un générateur de particules à des niveaux de concentrations connus et stables : ce type de matériel n'est à ce jour pas disponible. Il convient aussi de souligner que le mode d'utilisation des dispositifs de mesure conduit à une estimation incomplète de la justesse et donc de l'incertitude : par exemple, dans le cas de la microbalance, le raccordement en masse est effectué avec des filtres de masse connue sans tenir compte du dispositif de prélèvement.

La seconde approche basée sur l'exploitation d'essais d'intercomparaison prend en compte certains paramètres qui ne sont pas quantifiables par la méthode GUM (effets liés à l'opérateur, à la mise en oeuvre de la méthode...). Elle est basée sur la comparaison de la méthode automatique avec la méthode de mesure ayant le statut de méthode de référence : les essais consistent alors à effectuer des mesures simultanées avec deux appareils automatiques et deux systèmes de mesure de référence (méthode gravimétrique), prélevant dans des conditions identiques et sur le même site pour évaluer l'incertitude. Elle est donc complémentaire à la 1<sup>ière</sup> approche, car elle permet de vérifier la cohérence des calculs en les confrontant aux résultats d'essais sur site. Cependant, elle peut conduire elle-aussi à une estimation par défaut, tous les facteurs d'influence n'étant pas nécessairement présents sur le site choisi pour les essais d'intercomparaison, ou leur variation étant limitée (concentration en particules, fraction volatile, température ambiante, humidité de l'air prélevé...). Les conditions environnementales lors des essais sont donc d'une extrême importance.

## 1 Définitions

Les définitions générales sont explicitées dans la partie 1 du guide.

Ci-après sont uniquement citées les définitions spécifiques au domaine traité dans la présente partie du guide.

### 1.1 Conditions de référence

Conditions d'utilisation prescrites pour les essais de fonctionnement d'un instrument de mesure ou pour l'intercomparaison de résultats de mesures.

NOTE Les conditions de référence comprennent généralement des valeurs de référence ou des étendues de référence pour les grandeurs d'influence affectant l'instrument de mesure.

### 1.2 Dérive

Variation lente d'une caractéristique métrologique d'un instrument de mesure.

### 1.3 Dispositif de prélèvement

Dans le cas des particules en suspension dans l'air ambiant, tête de prélèvement (cf. 1.13) couplée à un tube d'adduction (plus ou moins long) à travers lesquels l'air ambiant est prélevé.

## **1.4 Erreur de moyennage**

Ecart entre la réponse moyenne fournie par l'appareil de mesure pour des variations à court terme de la concentration de l'air prélevé, plus rapides que le processus de mesure, et la réponse fournie par l'appareil de mesure pour une concentration constante de l'air prélevé, de niveau équivalent à la moyenne des variations.

## **1.5 Erreur maximale tolérée (d'un instrument de mesure)**

Valeurs extrêmes d'une erreur tolérées par les spécifications, règlements, etc... pour un instrument de mesure donné.

## **1.6 Étalonnage**

Ensemble des opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs de la grandeur indiquées par un appareil de mesure ou un système de mesure, ou les valeurs représentées par une mesure matérialisée ou par un matériau de référence, et les valeurs correspondantes de la grandeur réalisées par des étalons.

NOTE 1 Le résultat d'un étalonnage permet soit d'attribuer aux indications les valeurs correspondantes du mesurande, soit de déterminer les corrections à appliquer aux indications.

NOTE 2 Un étalonnage peut aussi servir à déterminer d'autres propriétés métrologiques telles que les effets de grandeurs d'influence.

NOTE 3 Le résultat d'un étalonnage peut être consigné dans un document appelé certificat d'étalonnage ou rapport d'étalonnage.

## **1.7 Facteur d'élargissement**

Facteur numérique utilisé comme multiplicateur de l'incertitude-type composée pour obtenir l'incertitude élargie.

NOTE Un facteur d'élargissement  $k$  a sa valeur typiquement comprise entre 2 et 3.

## **1.8 Indication d'un instrument de mesure**

Valeur d'une grandeur fournie par un instrument de mesure.

NOTE 1 La valeur lue sur le dispositif d'affichage peut être appelée indication directe : elle doit être multipliée par la constante de l'instrument pour obtenir l'indication.

NOTE 2 La grandeur peut être le mesurande, un signal de mesure ou une autre grandeur utilisée pour calculer la valeur du mesurande.

NOTE 3 Pour une mesure matérialisée, l'indication est la valeur qui lui est assignée.

## **1.9 Interférent**

Composant de l'air prélevé, à l'exclusion du constituant mesuré, qui affecte le signal de sortie.

NOTE Dans le cas des particules, les composés volatils ou semi-volatils (eau, nitrate d'ammonium, composés organiques, etc...) présents dans l'aérosol peuvent affecter la mesure, impliquant la mise en place de dispositif de correction (module RST sur la jauge radiométrique MP101M, module FDMS pour la microbalance TEOM). Dans le cas du TEOM, l'utilisation du module FDMS permet d'obtenir la fraction de ces composés dans la masse totale. Dans le cas de la jauge radiométrique MP101M-RST, seule la masse totale est obtenue.

## 1.10 Justesse

Aptitude d'un instrument de mesure à donner des indications exemptes d'erreur systématique.

## 1.11 Linéarité

Capacité d'une méthode à donner une réponse proportionnelle à la concentration mesurée, ou plus généralement à la quantité de polluant à doser.

## 1.12 Matière particulaire en suspension

Notion englobant toutes les particules entourées d'air dans un volume d'air ambiant donné non perturbé.

## 1.13 $PM_x$

Fraction de matière particulaire en suspension traversant un système de sélection de fraction granulométrique, avec une coupure efficace de 50 % pour un diamètre aérodynamique de  $x \mu\text{m}$  (ex : 10  $\mu\text{m}$ , 2,5  $\mu\text{m}$ ...).

NOTE 1 Par extension, le terme «  $PM_x$  » désigne les particules en suspension dans l'air ambiant d'un diamètre aérodynamique inférieur ou égal à  $x$  micromètres.

NOTE 2 Le système de sélection de la fraction granulométrique est communément appelé « tête de prélèvement ».

## 1.14 Rayonnement $\beta$

Rayonnement électromagnétique émis lors de la transformation nucléaire d'éléments radioactifs (tels que le  $^{147}\text{Pm}$ , le  $^{14}\text{C}$  ou le  $^{85}\text{Kr}$ ).

NOTE La dénomination « rayonnement  $\beta$  » désigne ici implicitement un rayonnement  $\beta^-$  (consistant en l'émission d'un électron).

## 1.15 Réglage

Ajustage utilisant uniquement les moyens mis à la disposition de l'utilisateur.

## 1.16 Répétabilité

Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure

NOTE Ces conditions sont appelées **conditions de répétabilité**.

Les conditions de répétabilité comprennent :

- même mode opératoire
- même observateur
- même instrument de mesure utilisé dans les mêmes conditions
- même lieu
- répétition durant une courte période de temps (hors exigences spécifiées par le constructeur).

La répétabilité peut s'exprimer quantitativement à l'aide des caractéristiques de dispersion des résultats.

## 1.17 Reproductibilité

Etroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages du même mesurande, mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesure.

NOTE 1 Pour qu'une expression de la reproductibilité soit valable, il est nécessaire de spécifier les conditions que l'on fait varier.

NOTE 2 Les conditions que l'on fait varier peuvent comprendre :

- principe de mesure
- méthode de mesure
- observateur
- instrument de mesure
- étalon de référence
- lieu
- conditions d'utilisation
- temps

NOTE 3 La reproductibilité peut s'exprimer quantitativement à l'aide des caractéristiques de dispersion des résultats

## 1.18 Résolution (d'un dispositif afficheur)

La plus petite différence d'indication d'un dispositif afficheur qui peut être perçue de manière significative.

NOTE 1 Pour un dispositif afficheur numérique, différence d'indication qui correspond au changement d'une unité du chiffre le moins significatif.

NOTE 2 Ce concept s'applique aussi à un dispositif enregistreur.

# 2 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence

## 2.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant est basée sur la pesée des particules prélevées à l'aide d'une microbalance constituée d'un élément conique oscillant à sa fréquence propre naturelle.

Seule une fraction du débit d'air aspiré au niveau de la tête de prélèvement passe au travers du filtre. Le débit total prélevé et celui passant au travers du filtre sont régulés.

La masse déposée sur le filtre engendre une diminution de la fréquence d'oscillation de la microbalance. Cette variation de fréquence permet de déterminer la masse de matière déposée.

Le volume d'air prélevé au travers du filtre est déterminé à partir du débit passant au travers du filtre et du temps de prélèvement. La concentration est calculée en divisant la masse mesurée par ce volume.

NOTE 1 L'appareil commercialisé sous le nom "TEOM" (Tapered Element Oscillating Microbalance) met en œuvre cette technique de mesure.

NOTE 2 Cette méthode de mesure est donnée comme valable pour tout type de prélèvement (PM<sub>10</sub>, PM<sub>2.5</sub>...) [1],[2].

## 2.2 Définition du mesurande

Le mesurande est la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant de type  $PM_x$  (ex :  $PM_{10}$ ), en amont de la tête de prélèvement et intégrée sur un pas de temps choisi par l'utilisateur, transmise au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute est une donnée obtenue sur un pas de temps **de 24 heures** par moyennage des valeurs horaires ; dans la suite du document, le budget d'incertitudes est établi sur la base de ce pas de temps. Pour l'utilisation de tout autre pas de temps, il convient d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station couvre les concentrations comprises entre 0 et 1000  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ .

Le mesurande correspond donc à une concentration massique journalière de particules (au niveau du poste central) exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  aux conditions ambiantes de température et de pression au moment des mesures.

Il est à noter que le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché ( $PM_{2,5}$ ,  $PM_{10}$ ).

## 2.3 Analyse du processus de mesure

### 2.3.1 Méthode des « 5 M » - recherche des causes d'erreurs

Cette méthode décrite dans la partie 1 permet, à partir d'une très bonne connaissance du processus de mesurage, de répertorier toutes les causes possibles d'incertitude.

Les grandeurs ayant une influence sur la mesure des concentrations massiques journalières de particules sont détaillées dans les paragraphes ci-après, puis résumées dans un diagramme des « 5M ».

### 2.3.2 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

- Le dispositif de prélèvement

Des pertes peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

NOTE Pour limiter cette influence, il convient de respecter les procédures d'entretien préconisées par le fournisseur.

- L'appareil de mesure

Les caractéristiques métrologiques de l'appareil de mesure utilisé (linéarité, dérive, répétabilité de la mesure...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

- Les étalons

L'incertitude liée aux étalons doit être prise en compte lors du réglage de l'appareil de mesure.

NOTE Dans le cas des particules, il n'y a pas à proprement parler d'étalons mais une vérification de conformité de paramètres de fonctionnement (constante du constructeur, débits de prélèvement)

- Le système d'acquisition et la chaîne de transmission

La concentration mesurée est transmise à un système d'acquisition.

L'incertitude liée au système d'acquisition dépend de la résolution de celui-ci et de sa justesse.

### **2.3.3 La méthode**

La méthode de mesure implique la vérification et le réglage éventuel de la constante d'étalonnage spécifique à l'appareil de mesure, la mesure du débit et du temps de prélèvement, le traitement statistique des valeurs instantanées des concentrations massiques et l'arrondissement des concentrations massiques.

Il est à noter que la régulation du débit est effectuée en fonction de la température et de la pression mesurées par des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et de pression au moment des mesures. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

### **2.3.4 Le milieu**

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil si elles varient au cours de la période de mesure et prennent des valeurs différentes de celles qu'elles avaient lors de la vérification du réglage de l'appareil de mesure. Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

### **2.3.5 La matière (air)**

Les caractéristiques de l'air prélevé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil de mesure : il s'agit de la composition de l'air et de ses caractéristiques physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure. Les principales grandeurs d'influence sont :

- les interférents chimiques (composés (semi)volatils tels que le nitrate d'ammonium par exemple),
- les grandeurs d'influence physiques telles que la température, la pression et l'hygrométrie de l'air prélevé.

### **2.3.6 La main d'œuvre**

L'opérateur a une influence sur la vérification du réglage de l'appareil de mesure (expérience, respect des procédures, maintenance...).

Cette influence est déjà prise en compte dans les valeurs de certaines caractéristiques de performance, du fait de la mise en œuvre d'essais pour les déterminer tels que les essais de reproductibilité...

### **2.3.7 Synthèse**

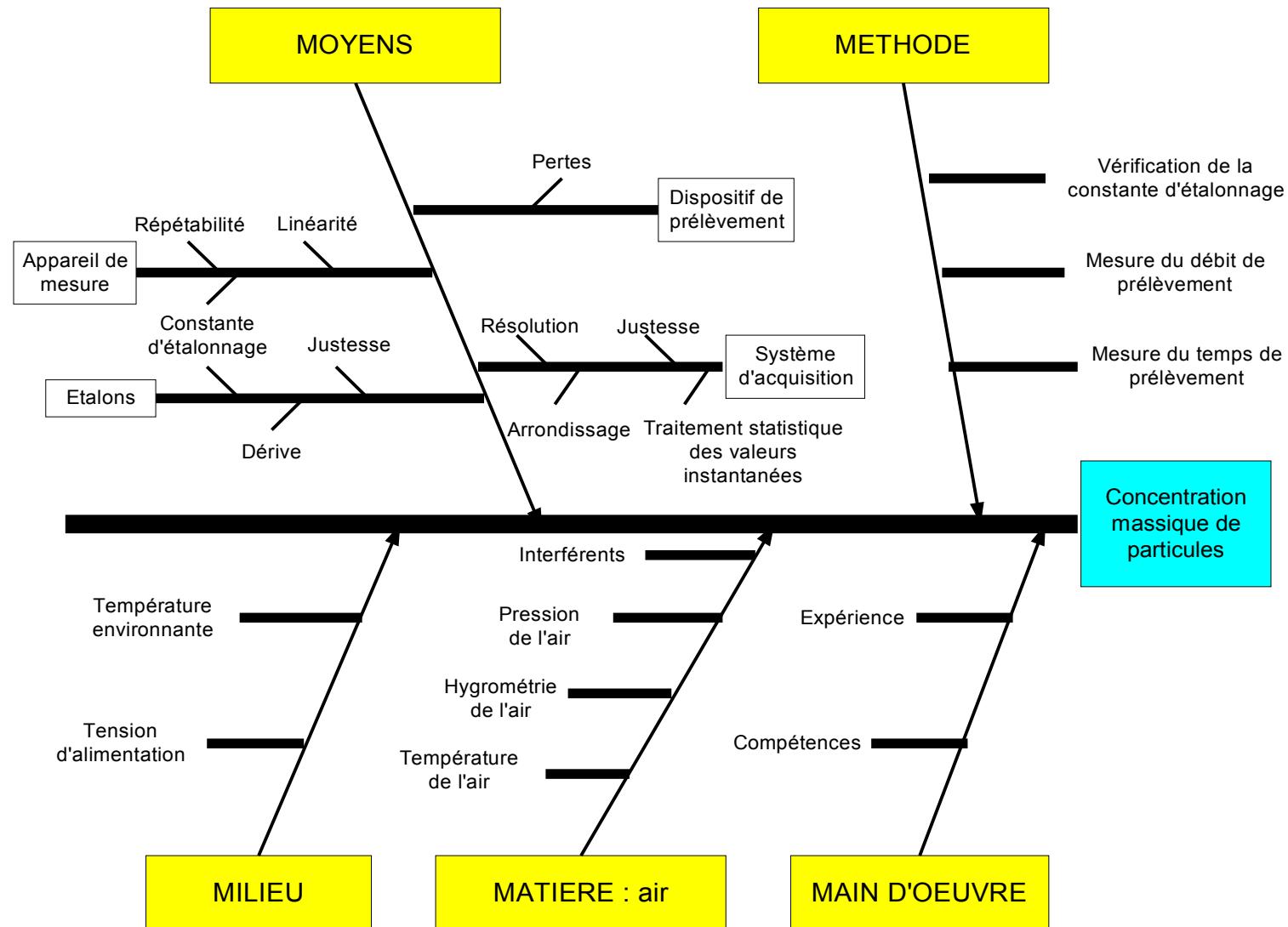


Figure 1 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par microbalance

## 2.4 Modèle mathématique

Chacun des membres des équations explicitées dans ce chapitre est déterminé au paragraphe 2.5.

### 2.4.1 Expression de la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

D'après la méthode mise en œuvre et décrite au paragraphe 2.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique horaire de particules  $C_{m,H}$**  est le suivant :

$$C_{m,H} = \frac{\Delta m_H}{Q \times t} + \sum \text{Corrections} \quad (1)$$

Avec :

- $C_{m,H}$  la concentration massique horaire de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $\Delta m_H$  la masse horaire de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ), dont l'expression est donnée en (3),
- $Q$  le débit de prélèvement (en  $\text{m}^3/\text{min}$ ),
- $t$  le temps de prélèvement (en min),
- $\sum \text{Corrections}$  la somme des corrections (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), dont l'expression figure ci-après.

$$\sum \text{Corrections} = C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \quad (2)$$

NOTE Le débit de prélèvement désigne le débit traversant le filtre de la microbalance (sa valeur est généralement comprise entre 2 et 3  $\text{l}/\text{min}$ ).

Les corrections, propres à chaque appareil, doivent être évaluées. Dans certains cas, la valeur de la correction peut être nulle. Par exemple, les paramètres d'influence (facteurs d'environnement et interférents) pouvant croître ou décroître au cours de la période de mesure, il est alors considéré qu'en moyenne la correction est nulle. Que la valeur de la correction soit nulle ou non, l'incertitude associée à la valeur de la correction doit être prise en compte dans le calcul de l'incertitude élargie.

NOTE Si les corrections ne sont pas appliquées au résultat de mesure, l'incertitude élargie associée au résultat de mesure est augmentée de la valeur des corrections (ceci est applicable pour toute correction non nulle qui n'est pas effectuée).

La **masse horaire de particules collectées  $\Delta m_H$**  a pour expression :

$$\Delta m_H = K_0 \left( \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right) + C_{\text{Linéarité}} \quad (3)$$

Avec :

- $\Delta m_H$  la masse horaire de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ),
- $K_0$  la constante d'étalonnage de la microbalance (en  $\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$ ),
- $f_2$  la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules (en Hz),

- $f_1$  la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules (en Hz),
- $C_{\text{Linéarité}}$  la correction de linéarité de la microbalance (en  $\mu\text{g}$ ).

NOTE La correction de concentration effectuée par le constructeur de la microbalance ( $1,03 \times C_{m,H} + 3$

$$\mu\text{g}/\text{m}^3 \text{ où } C_{m,H} = \frac{\Delta m_H}{Q \times t}$$

#### 2.4.2 Expression de la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

La concentration massique journalière de particules est calculée en appliquant l'équation suivante :

$$\overline{C}_{m,j} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N C_{m,H,i} \quad (4)$$

Avec :

- $\overline{C}_{m,j}$  la concentration massique journalière de particules,
- $N$  le nombre de mesurages horaires relevés sur la journée,
- $C_{m,H,i}$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules.

### 2.5 Evaluation des incertitudes-types

Les éléments nécessaires pour l'évaluation des incertitudes-types et l'origine de la détermination de leur valeur sont regroupés dans le tableau du chapitre 2.5.9.

#### 2.5.1 Incertitude-type sur la constante d'étalonnage $u(K_0)$ (en $\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$ )

La constante d'étalonnage  $K_0$  a pour expression :

$$K_0 = \frac{m_{\text{Filtre étalon}}}{\left( \frac{1}{f_{\text{Filtre étalon}}}^2 - \frac{1}{f_0}^2 \right)} \quad (5)$$

Avec :

- $K_0$  la constante d'étalonnage de la microbalance (en  $\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$ ),
- $m_{\text{Filtre étalon}}$  la masse d'un filtre étalon (en  $\mu\text{g}$ ),
- $f_{\text{Filtre étalon}}$  la fréquence d'oscillation de la microbalance avec le filtre étalon (en Hz),
- $f_0$  la fréquence d'oscillation de la microbalance sans le filtre étalon (en Hz).

L'incertitude sur la constante d'étalonnage est donc une combinaison :

- De l'incertitude-type sur le filtre étalon  $u(m_{\text{Filtre étalon}})$  qui est liée à l'incertitude de justesse sur la masse du filtre étalon donnée par le certificat d'étalonnage et à la dérive de la masse du filtre étalon entre deux étalonnages,

- Des incertitudes-types sur les fréquences d'oscillation  $u(f_0)$  et  $u(f_{Filtre\ étais})$  qui sont liées à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Dans le cas des mesures de concentrations massiques de particules par microbalance à fréquence variable, la modification de la valeur de la constante d'étalonnage  $K_0$  en cas de constat d'une variation de sa valeur par rapport à celle initialement déterminée en usine, lors de l'utilisation des filtres étalons, n'est pas systématique. En effet, au vu de l'expérience acquise sur la mise en œuvre de ces microbalances, le constructeur préconise la procédure suivante :

- Lorsque l'écart relatif absolu entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée avec les filtres étalons et celle déterminée initialement en usine est inférieur ou égal à 2,5 % de cette dernière, la valeur de la constante d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Et lorsque l'écart relatif absolu est supérieur à 2,5 %, cela est dû, dans la majorité des cas, à un problème technique plutôt qu'à une dérive de la constante d'étalonnage ; il convient alors de prévenir le constructeur pour une maintenance de l'appareil de mesure qui, au vu des problèmes détectés, jugera de la pertinence d'une modification ou pas de la constante d'étalonnage.

L'incertitude-type sur la constante d'étalonnage peut donc être estimée à partir :

- Soit de l'erreur maximale tolérée indiquée par le constructeur, à savoir 2,5% de la constante d'étalonnage ; dans ce cas, l'incertitude-type sur la constante d'étalonnage est calculée de la façon suivante :

$$u(K_0) = \frac{0.025 \times K_0}{\sqrt{3}}$$

- Soit d'une valeur fixée sur la base des résultats des essais effectués par l'utilisateur ; l'incertitude-type est calculée par analyse des écarts entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée initialement en usine et celles déterminées lors des vérifications du réglage.

## 2.5.2 Incertitude-type sur les fréquences d'oscillation $u(f_1)$ et $u(f_2)$ (en Hz)

Il est considéré que l'incertitude-type sur les fréquences d'oscillation est liée à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Les incertitudes liées à la répétabilité de la microbalance lorsqu'elle oscille aux fréquences  $f_1$  et  $f_2$  peuvent être calculées à partir des résultats des répétitions de la mesure avec un filtre étalon, car la valeur de la fréquence d'oscillation obtenue avec le filtre étalon est du même ordre de grandeur que celle obtenue lors des mesures de particules sur site.

Lors des mesurages pour déterminer la répétabilité de la méthode, l'influence de la résolution de la microbalance est incluse dans les écarts de mesure. L'incertitude-type associée aux fréquences d'oscillation est donc posée comme étant égale à l'incertitude-type liée à la répétabilité.

Avec le filtre étalon, l'incertitude-type associée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation  $u(f_{Filtre\ étalon})$  est calculée selon l'équation suivante :

$$u(f_{Filtre\ étalon}) = u(f_1) = u(f_2) = s_{rf} = \sqrt{\frac{\sum (x_{if} - x_f)^2}{n-1}} \quad (6)$$

Avec :

- $u(f_{Filtre\ étalon})$  l'incertitude-type liée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),

- $u(f_1)$  l'incertitude-type sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules (en Hz),
- $u(f_2)$  l'incertitude-type sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules (en Hz),
- $s_{rf}$  l'écart-type de répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- $x_{if}$  la  $i^{\text{ème}}$  mesure de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- $\bar{x}_f$  la valeur moyenne des  $n$  mesures de la fréquence d'oscillation obtenues pour le filtre étalon lors de l'évaluation de la répétabilité de la microbalance (en Hz).

Toutefois, dans certains cas, l'écart-type de répétabilité peut être inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution. Par conséquent, pour éviter de sous-estimer l'incertitude de lecture, il convient de comparer l'écart-type de répétabilité et l'incertitude-type liée à la résolution.

Dans le cas où l'écart-type de répétabilité est inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte et l'incertitude sur les fréquences d'oscillation devient égale à :

$$u(f_1) = u(f_2) = \sqrt{\frac{Rés}{2\sqrt{3}}} \quad (7)$$

Avec :

- $Rés$  la résolution de la microbalance (en Hz).

### 2.5.3 Incertitude-type de linéarité de la microbalance $u(C_{\text{Linéarité}})$ (en $\mu\text{g}$ )

La linéarité de la microbalance peut être contrôlée par utilisation de filtres étalons de masses différentes réparties sur une partie de la gamme de mesure de la microbalance, après vérification de la constante d'étalonnage de la microbalance.

En règle générale, l'écart de linéarité est défini comme le résidu maximum entre les masses données par la droite de régression linéaire et les masses mesurées avec les filtres étalons.

Or, en utilisation habituelle, l'équation de cette droite de régression linéaire ne sert pas à corriger les valeurs mesurées. Calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité sur la base de ce résidu risque donc de minimiser sa valeur.

Il est donc préférable de calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité en prenant comme résidu maximum  $X_{lin,max}$ , l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée pour le filtre étalon et la valeur « vraie » du filtre étalon. L'écart  $X_{lin,max}$  est donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a la même probabilité que l'écart de linéarité soit égal à toute valeur de l'intervalle défini par  $[-X_{lin,max}; +X_{lin,max}]$ . Il est donc appliqué une loi uniforme, ce qui conduit, pour une masse de particules  $\Delta m_{QH}$  collectée sur un quart d'heure, à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{lin,max}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_H}{100} \quad (8)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Linéarité}})$  l'incertitude-type liée à la linéarité (en  $\mu\text{g}$ ),
- $X_{lin,max}$  l'écart relatif maximum entre la masse mesurée et la masse « vraie » (en % de la masse mesurée lors du test de linéarité),
- $\Delta m_H$  la masse horaire de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ).

#### 2.5.4 Incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ (en min)

L'incertitude-type sur le temps de prélèvement  $u(t)$  est calculée de la façon suivante, en utilisant une loi uniforme :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (9)$$

Avec :

- $u(t)$  l'incertitude-type sur le temps de prélèvement (en min),
- $a$  l'erreur sur le temps de prélèvement (étendue) (en min).

L'erreur sur le temps de prélèvement  $a$  peut être prise égale à la valeur de caractéristique de performance annoncée par le fabricant à savoir 2s sur une heure, ou peut être vérifiée à l'aide d'un chronomètre calé par exemple sur l'horloge parlante.

#### 2.5.5 Incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ (en l/min)

##### 2.5.5.1 Vérification du débit de prélèvement avec un dispositif étalonné aux conditions standards

Le débit de prélèvement est calculé à partir de la formule suivante :

$$Q = Q_{STD} \times \frac{T}{293} \times \frac{1013}{P} \quad (10)$$

Où :

- $Q$  est le débit de prélèvement aux conditions de température  $T$  et pression  $P$  réelles, en l/min ;
- $Q_{STD}$  est le débit mesuré par le TEOM exprimé aux conditions standard de température et pression (293 K et 1013 hPa), en l/min ;
- $T$  est la température mesurée par le capteur de température, en K ;
- $P$  est la pression mesurée par le capteur de la pression, en hPa.

L'incertitude-type sur le débit de prélèvement  $u(Q)$  est donc liée à l'incertitude du débit de prélèvement donnée par le certificat d'étalonnage du dispositif d'étalonnage, à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance, à la répétabilité du débit de prélèvement de la microbalance et aux incertitudes sur les mesures de température et de pression et s'écrit :

$$u(Q) = Q \times \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage_{Q_{étal}})}{2}\right)^2 + (u_{Ecart\ Consigne})^2 + (s_{r,Q_{microbalance}})^2 + \frac{u^2(T)}{T^2} + \frac{u^2(P)}{P^2}} \quad (11)$$

Avec :

- $u(Q)$  l'incertitude-type sur le débit de prélèvement de la microbalance (en l/min),
- $U(Etalonnage_{Q_{étal}})$  l'incertitude élargie de justesse sur le débit de prélèvement donnée sur le certificat d'étalonnage (en l/min),
- $u_{Ecart\ Consigne}$  l'incertitude-type due à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance (en l/min),
- $s_{r,Q_{microbalance}}$  l'écart-type de répétabilité du débit de prélèvement (en l/min),
- $u(T)$  l'incertitude-type sur le capteur de température (en K),
- $u(P)$  l'incertitude-type sur le capteur de pression (en hPa).

NOTE Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

### 2.5.5.2 Vérification du débit de prélèvement avec un dispositif placé en tête de ligne

Dans ce cas, une erreur maximale tolérée qui prend en compte les contributions de la température, de la pression et du dispositif d'étalonnage peut être calculée :

- A partir de l'écart maximum annoncé par le constructeur, à savoir 5% ; dans ce cas, l'incertitude liée à l'écart entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et la valeur indiquée par la microbalance est calculée comme indiqué ci-après

$$u(Q) = \sqrt{\left(\frac{0,05 \times Q}{\sqrt{3}}\right)^2}$$

- A partir des données relatives à chaque composante de l'équation (10) dont dispose l'utilisateur.

NOTE 1 L'écart observé entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance peut être dû à une dérive des capteurs de pression ou de température, et/ou de la carte électronique.

NOTE 2 Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

### 2.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{Système\ d'acquisition})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

L'appareil de mesure est équipé soit d'une sortie analogique, soit d'une sortie numérique. La concentration mesurée est enregistrée par un système d'acquisition, puis les données sont transmises au poste central pour stockage, traitement et validation.

L'incertitude-type due au système d'acquisition est liée à l'écart que peut générer le système d'acquisition entre le signal émis en sortie de l'appareil de mesure qu'il reçoit, et celui qu'il transmet au poste central. Cet écart dépend de la résolution du système d'acquisition, de sa répétabilité et de sa justesse.

Selon que le système d'acquisition est étalonné ou qu'il est contrôlé par l'utilisateur, l'incertitude-type associée à la centrale d'acquisition prise en compte dans le budget d'incertitude est obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il est à noter que le résultat d'étalonnage doit être converti en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)}{2}\right)^2 + S_{r,Système\ d'acquisition}^2} \quad (12)$$

Avec :

- $u(C_{Système\ d'acquisition})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)$  l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou dans le constat de vérification exprimée en « équivalent concentration » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,Système\ d'acquisition}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)}{2}\right)^2 + \frac{Rés^2}{2\sqrt{3}}} \quad (13)$$

Avec :  $Rés$  la résolution de la centrale d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

- A partir de données issues du contrôle effectué par l'utilisateur : dans ce cas il peut être défini, par exemple, une EMT basée sur l'analyse des écarts observés par l'utilisateur lors de l'utilisation de filtres étalons. L'incertitude-type associée au système d'acquisition doit également tenir compte de la répétabilité calculée en réalisant des séries de simulations de transmissions de données et de la résolution du système. Cette dernière étant prise en compte lors de la détermination de la répétabilité, l'incertitude associée au système d'acquisition est alors donnée par :

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{Système\ d'acquisition}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{r,Système\ d'acquisition}^2} \quad (14)$$

Avec :

- $u(C_{Système\ d'acquisition})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $EMT_{Système\ d'acquisition}$  l'erreur maximale admissible du système d'acquisition fixée par l'utilisateur, traduisant l'erreur de justesse maximale admissible (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,Système\ d'acquisition}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{Système d'acquisition}) = \sqrt{\frac{EMT_{Système d'acquisition}}{3} + \frac{Rés^2}{2 \cdot 3}} \quad (15)$$

Avec :  $Rés$  la résolution du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

### 2.5.7 Incertitude-type due à la reproductibilité sur site $u(C_{reproductibilité sur site})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Cette reproductibilité vise à quantifier la variabilité de fabrication du type d'appareil considéré.

Pour déterminer la reproductibilité sur site, deux microbalances équipées de leur dispositif de prélèvement sont installés en parallèle sur un même site, de telle sorte que la réponse de l'une n'influe pas sur la réponse de l'autre et que la durée de l'essai couvre un domaine de concentration et de variation des paramètres d'influence suffisamment large.

Pendant cette période, les écarts entre les concentrations massiques horaires de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (16)$$

Avec :

- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques horaires de particules données par les 2 appareils de mesure au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $(L_{1,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $(L_{2,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 2, correspondant à la même période que celle prise pour l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Cette méthode permet d'évaluer les écarts entre deux appareils de même modèle fonctionnant dans les mêmes conditions d'environnement et de matrice, et donc de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre les deux instruments de mesure qui devraient avoir les mêmes performances. Il est à noter que les écarts calculés sont liés, pour les paramètres d'influence physiques et pour les interférents, aux conditions environnementales du site sur lequel les appareils de mesure sont évalués : l'absence de certains facteurs d'influence ou une faible variation de leur valeur pendant l'essai sur site peut conduire à une sous-estimation des écarts potentiels entre les deux appareils et donc de l'écart-type de reproductibilité.

L'incertitude-type obtenue est calculée à partir des écarts en utilisant l'équation ci-après :

$$u(C_{Reproductibilité sur site}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}{2n}} \times C_{m,QH} \quad (17)$$

Avec :

- $u(C_{Reproductibilité sur site})$  l'incertitude-type due à la reproductibilité sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques horaires données par les 2 appareils de mesure dans l'air ambiant au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $L$  la concentration massique moyenne durant l'essai sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),

- $n$  le nombre de mesures faites en parallèle,
- $C_{m,QH}$  la concentration massique horaire de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

### 2.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesures $u(C_{Moyennage})$ , au dispositif de prélèvement $u(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$ , au milieu $u(C_{Milieu})$ et à la matière $u(C_{Matière})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents en se basant sur la démarche développée par le GUM correspond à une approche « théorique ». Dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesures (écart de réponse de l'appareil de mesure obtenu lorsqu'on observe des variations à court terme de la concentration de particules dans l'air prélevé par rapport à la réponse qui serait obtenue pour la mesure d'un niveau constant et équivalent à la moyenne des variations de concentration),
- Au dispositif de prélèvement,
- Au milieu (Influence de la température environnante et de la tension d'alimentation),
- A la matière (Influence des interférents ; influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz).

En effet, pour pouvoir évaluer les incertitudes-types liées au moyennage des mesures, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait disposer d'un générateur délivrant des concentrations connues et stables de particules. Or, à l'heure actuelle, comme il n'existe pas de générateur répondant à ces spécifications, les incertitudes-types citées ci-dessus ne peuvent pas être déterminées individuellement.

Une voie possible pour évaluer l'impact de ces composantes est de comparer l'incertitude globale calculée selon la méthode GUM à l'intervalle de confiance obtenu par des d'essais d'intercomparaison sur site. L'écart entre les résultats de l'approche GUM sans la prise en compte des composantes citées ci-dessus et des d'essais d'intercomparaison peut donner un ordre de grandeur de la contribution dans l'incertitude de l'effet de moyennage, du dispositif de prélèvement et des facteurs d'influence (facteurs environnementaux et interférents). Cette comparaison des résultats ne peut toutefois donner qu'un ordre de grandeur, car lors des essais sur site, tous les facteurs d'influence ne sont pas forcément présents ou leur variation peut être limitée pendant les essais.

### 2.5.9 Tableau récapitulatif des éléments nécessaires et de leur source pour l'estimation des incertitudes-types

Dans le tableau qui suit sont récapitulés les éléments nécessaires pour estimer les incertitudes-types associées au processus de mesure des particules par microbalance.

**Tableau 1** : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure par microbalance à variation de fréquence

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Constante d'étalonnage	Justesse, répétabilité, résolution	$u(K_0)$	$\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$	EMT ou valeur fixée par l'utilisateur sur la base des vérifications effectuées (Equation 5)
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance initiale avant collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_1)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 6 et 7)
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance après collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_2)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 6 et 7)
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	$\mu\text{g}$	Test réalisé par l'utilisateur (Equation 8)
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 9
Débit de prélèvement	Justesse	$u(Etalonnage_{Q_{\text{étal}}})$	l/min	Certificat d'étalonnage
	Ecart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance	$u_{\text{Ecart Consigne}}$	l/min	Test réalisé par l'utilisateur
	Répétabilité du débit de prélèvement	$s_{r, \text{microbalance}}$	l/min	Test réalisé par l'utilisateur
	Pression	$u(P)$	hPa	Certificat d'étalonnage
	Température	$u(T)$	K	Certificat d'étalonnage
		$u(Q)$	l/min	Equation 11 ou EMT

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Système d'acquisition	Justesse Répétabilité	$u(Etalonnage_{Système\ d'acquisition})$ $s_{r,système\ d'acquisition}$ $u(C_{Système\ d'acquisition})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 12 et 13
	Justesse	$EMT_{Système\ d'acquisition}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
	Répétabilité	$s_{r,système\ d'acquisition}$ $u(C_{Système\ d'acquisition})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur Equations 14 et 15
	Ecart-type de reproductibilité	$u(C_{Reproductibilité\ sur\ site})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Ecarts entre deux microbalances fonctionnant aux mêmes conditions d'environnement et de matrice Equations 16 et 17
Moyennage des mesures		$u(C_{Moyennage})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	<b>Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide</b>
Dispositif de prélèvement	- Seuil de coupure - Efficacité de piégeage sur le filtre - Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	- Validé par le constructeur - Validé par le constructeur - <b>Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide</b>
Facteurs d'influence  Milieu (Température environnante et tension d'alimentation)  Matière (Interférents ;influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{Milieu})$  $u(C_{Matière})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$  $\mu\text{g}/\text{m}^3$	<b>Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide</b>

## 2.6 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

### 2.6.1 Concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 2.4.1, la variance  $u^2(C_{m,H})$  sur la concentration massique horaire de particules est fonction de :

$$u^2(C_{m,H}) = f(\Delta m_H, Q, t, \sum \text{Corrections})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (1) et (2) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,H}) &= \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial \Delta m_H} \right)^2 \times u^2(\Delta m_H) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \quad (18) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned}$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{m,H}}{\partial \Delta m_H} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,H}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_H}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,H}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_H}{Q \times t^2}$$

$$\frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} = \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} = \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} = \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} = \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Matière}}} = \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{\text{Milieu}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (18) est équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,H}) &= \left( \frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_H) + \left( \frac{-\Delta m_H}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{-\Delta m_H}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) \\ &+ u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \quad (19) \\ &+ u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned}$$

Avec :

- $u^2(C_{m,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules,
- $Q$  le débit de prélèvement,
- $t$  le temps de prélèvement,

- $\Delta m_H$  la masse horaire de particules collectées,
- $u^2(\Delta m_H)$  la variance sur la masse horaire de particules collectées,
- $u^2(Q)$  la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$  la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Système d'acquisition}})$  la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$  la variance due à la reproductibilité,
- $u^2(C_{\text{Moyennage}})$  la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$  la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Matière}})$  la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{\text{Milieu}})$  la variance due à l'influence du milieu.

### 2.6.2 Masse horaire de particules collectées $\Delta m_H$ (en $\mu\text{g}$ )

Comme vu au chapitre 2.4.1, la variance  $u^2(\Delta m_H)$  sur la masse horaire de particules collectées est fonction de :

$$u^2(\Delta m_H) = f(K_0, f_1, f_2, C_{\text{Linéarité}})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (3) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(\Delta m_H) &= \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial K_0} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_1} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_2} \right)^2 \times u^2(f_2) + \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Linéarité}}) \\ &\quad + 2 \times \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_1} \right) \times \left( \frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_2} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) \end{aligned} \quad (20)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_H}{\partial K_0} = \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2}$$

$$\frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_1} = \frac{2K_0}{f_1^3} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_H}{\partial f_2} = \frac{-2K_0}{f_2^3}$$

$$\frac{\partial \Delta m_H}{\partial C_{\text{Linéarité}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (20) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned}
u^2(\Delta m_H) = & \left( \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{2K_0}{f_1^3} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left( \frac{-2K_0}{f_2^3} \right)^2 \times u^2(f_2) \\
& + 2 \times \left( \frac{2K_0}{f_1^3} \right) \times \left( \frac{-2K_0}{f_2^3} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) + u^2(C_{\text{Linéarité}})
\end{aligned} \tag{21}$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_H)$  la variance sur la masse horaire de particules collectées,
- $f_2$  la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules,
- $f_1$  la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules,
- $u^2(K_0)$  la variance sur la constante d'étalonnage,
- $K_0$  la constante d'étalonnage,
- $u^2(f_1)$  la variance sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules,
- $u^2(f_2)$  la variance sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules,
- $u^2(C_{\text{Linéarité}})$  la variance de linéarité.

## 2.7 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 2.4.2, la variance  $u^2(\overline{C}_{m,j})$  sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = f(C_{m,H}, N)$$

L'incertitude-type composée est déterminée en se basant sur la norme NF ISO 11222 "Qualité de l'air - Détermination de l'incertitude de mesure de la moyenne temporelle des mesurages de la qualité de l'air" et en appliquant le raisonnement développé dans le chapitre 5 de la partie 2 du présent guide, ce qui conduit à :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = u^2(C_{m,H}) + \frac{N_{\text{max}} - N}{N_{\text{max}} \times N \times (N - 1)} \sum_{i=1}^N (C_{m,H} - \overline{C}_{m,j})^2 \tag{22}$$

Avec :

- $u^2(\overline{C}_{m,j})$  la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- $u^2(C_{m,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules,

- $N_{max}$  le nombre de résultats de mesurage correspondant à une couverture totale de la période de moyennage (sur une journée,  $N_{max} = 24$ ),
- $N$  le nombre de mesurages relevés sur la journée.

## 2.8 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement  $k$  généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  sont calculées comme suit :

$$U(\overline{C_{m,j}}) = k \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} = 2 \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} \quad (23)$$

$$U_{rel}(\overline{C_{m,j}}) = \frac{U(\overline{C_{m,j}})}{\overline{C_{m,j}}} \times 100 \quad (24)$$

Avec :

- $U(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $u(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $k$  le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en %).

Une application numérique est donnée en Annexe A.

## 3 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée par microbalance à variation de fréquence avec module pour la fraction volatile de l'aérosol

### 3.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant reste basée sur la pesée des particules prélevées à l'aide d'une microbalance constituée d'un élément conique oscillant à sa fréquence propre naturelle (cf. 2.1).

Cependant, comme la microbalance est équipée d'un module "Filter Dynamic Measurement System" noté FDMS, la mesure n'est plus effectuée en continu, mais devient séquentielle dans la mesure où l'échantillon subit différents traitements, donnant des mesures qui sont combinées pour donner le résultat final.

La figure 2 présente le schéma de principe du TEOM-FDMS.

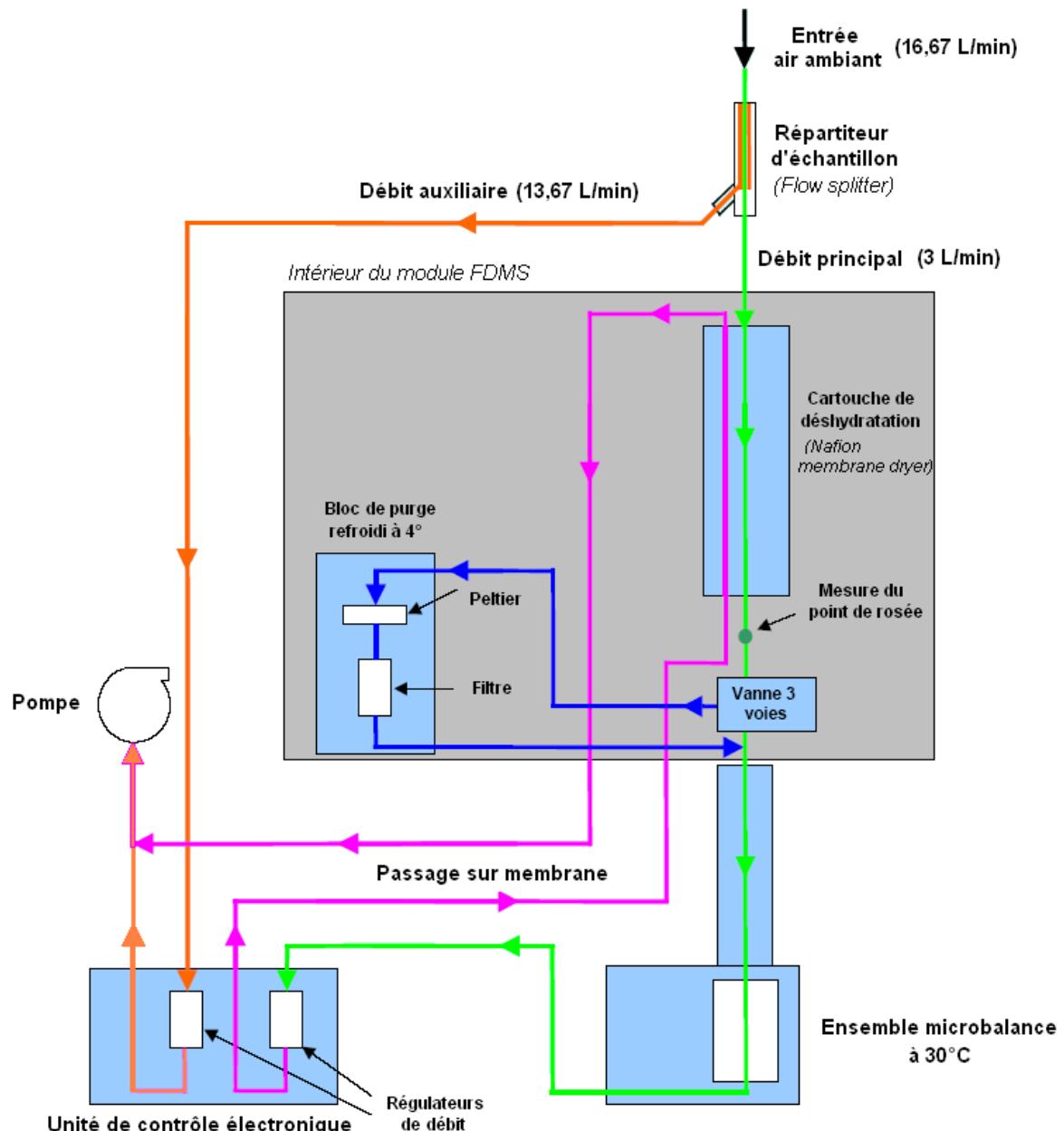


Figure 2 : Schéma de principe de fonctionnement du TEOM-FDMS

Les différentes étapes de fonctionnement sont les suivantes :

- L'échantillon d'air aspiré au niveau de la tête de prélèvement est séparé en 2 fractions au niveau du répartiteur d'échantillon (« Flow-splitter »), 1 seule étant destinée à l'analyse. Les 2 débits sont régulés et constants quelle que soit la phase du cycle considérée.
- La partie de l'échantillon destiné à l'analyse est séchée par passage dans une colonne déshydratante du type Nafion. Ce traitement permet d'abaisser la température de la partie analytique de 50°C (TEOM classique) à 30°C, évitant ainsi les problèmes de sous-estimation connus sur le TEOM.
- Une vanne séquentielle 3 voies installée en sortie de la colonne déshydratante mais en amont de la microbalance dirige alternativement l'échantillon soit vers le filtre de collection de la microbalance TEOM, soit vers un filtre de purge refroidi à 4°C. La séquence est calée sur une fréquence de 6 minutes :

- Pendant 6 minutes, la vanne séquentielle dirige l'échantillon vers le filtre de collection de la microbalance. La variation de masse du filtre de collection de la microbalance pendant ces 6 minutes (dénommées « cycle de base » dans le présent document) correspond à la masse de poussières dans l'air moins une fraction qui se volatilise simultanément au dépôt ; la fraction qui s'est volatilisée est estimée au cours du cycle suivant ; la masse de poussières collectée au cours de ce premier cycle est notée  $C_{Bm,H}$  (Base Mass Concentration notée).
- Pendant les 6 minutes suivantes, la vanne séquentielle dirige l'air vers un filtre de purge refroidi à 4°C. Cette boucle de filtration piège les particules en suspension dans l'air échantillonné. L'air filtré ne contenant plus de particules passe sur la microbalance. La perte de masse mesurée pendant ces 6 minutes (dénommées « cycle de référence » dans le présent document) est causée par une perte des matières volatilisables de l'échantillon collecté lors du cycle de base. En partant de l'hypothèse que cette perte massique est équivalente à celle affectant l'échantillon des 6 minutes précédentes, une variation de concentration notée  $C_{Rm,H}$  (Reference Concentration) est calculée.  
 $C_{Rm,H}$  a généralement une valeur négative mais des valeurs positives sont parfois observées (par absorption de gaz par les particules présentes sur le filtre de collection).
- Toutes les 6 minutes, le TEOM FDMS soustrait  $C_{Rm,H}$  de  $C_{Bm,H}$ . Cela conduit à la «concentration massique» (Mass Concentration notée  $C_{m,H}$ ), qui représente la valeur supposée réelle de la concentration en poussières dans l'atmosphère, soit :

$$C_{m,H} = C_{Bm,H} - C_{Rm,H}$$

Par exemple, si  $C_{Bm,H} = 33 \mu\text{g}/\text{m}^3$  et  $C_{Rm,H} = -4,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , alors :

$$C_{m,H} = 33 - (-4,8) = 37,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

- L'appareil fournit au final une moyenne horaire glissante (rafraîchie toutes les 6 minutes) des 3 paramètres «concentration en poussières volatiles», «concentration en poussières non volatiles» et «concentration massique» ainsi que la concentration massique horaire mise à jour toutes les heures.

### 3.2 Définition du mesurande

Le mesurande est la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant de type  $\text{PM}_x$  (ex :  $\text{PM}_{10}$ ), en amont de la tête de prélèvement et intégrée sur un pas de temps choisi par l'utilisateur, transmise au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute est une donnée obtenue sur un pas de temps de 24h par moyennage des valeurs horaires ; dans la suite du document, le budget d'incertitudes est établi sur la base de ce pas de temps. Pour l'utilisation de tout autre pas de temps, il convient d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station couvre les concentrations comprises entre 0 et  $1000 \mu\text{g}/\text{m}^3$ .

Le mesurande correspond donc à une concentration massique journalière de particules (au niveau du poste central) exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  aux conditions ambiantes de température et de pression au moment des mesures.

Il est à noter que le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché ( $\text{PM}_{2,5}$ ,  $\text{PM}_{10}$ ).

### 3.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »

#### 3.3.1 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

- Le dispositif de prélèvement

Des pertes peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

NOTE Pour limiter cette influence, il convient de respecter les procédures d'entretien préconisées par le fournisseur.

- L'appareil de mesure

Les caractéristiques métrologiques de l'appareil de mesure utilisé (efficacité du système de déshydratation du prélèvement, linéarités/dérives/répétabilités des différents cycles de mesure...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

- Les étalons

L'incertitude liée aux étalons doit être prise en compte lors du réglage de l'appareil de mesure.

NOTE Dans le cas des particules, il n'y a pas à proprement parler d'étalons mais une vérification de conformité de paramètres de fonctionnement (constante du constructeur, débits de prélèvement)

- Le système d'acquisition et la chaîne de transmission

La concentration mesurée est transmise à un système d'acquisition.

L'incertitude liée au système d'acquisition dépend de la résolution de celui-ci et de sa justesse.

#### 3.3.2 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification et le réglage éventuel de la constante d'étalonnage spécifique à l'appareil de mesure, la mesure du débit et du temps de prélèvement, le traitement statistique des valeurs instantanées des différentes concentrations massiques, le calcul final de la concentration massique réelle et son arrondissement.

Il est à noter que la régulation du débit est effectuée en fonction de la température et de la pression mesurées par des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et pression au moment de la mesure. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

#### 3.3.3 Le milieu

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil si elles varient au cours de la période de mesure et prennent des valeurs différentes de celles qu'elles avaient lors de la vérification du réglage de l'appareil de mesure. Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

#### 3.3.4 La matière (air)

Les caractéristiques de l'air prélevé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil de mesure : il s'agit de la composition de l'air et de ses

caractéristiques physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure. Les principales grandeurs d'influence sont :

- les interférents chimiques (composés (semi)volatils tels que le nitrate d'ammonium par exemple),
- les grandeurs d'influence physiques telles que la température, la pression et l'hygrométrie de l'air échantillonné.

### **3.3.5 La main d'œuvre**

L'opérateur a une influence sur la vérification du réglage de l'appareil de mesure (expérience, respect des procédures, maintenance...).

Cette influence est déjà prise en compte dans les valeurs de certaines caractéristiques de performance, du fait de la mise en œuvre d'essais pour les déterminer tels que les essais de reproductibilité...

### **3.3.6 Synthèse**

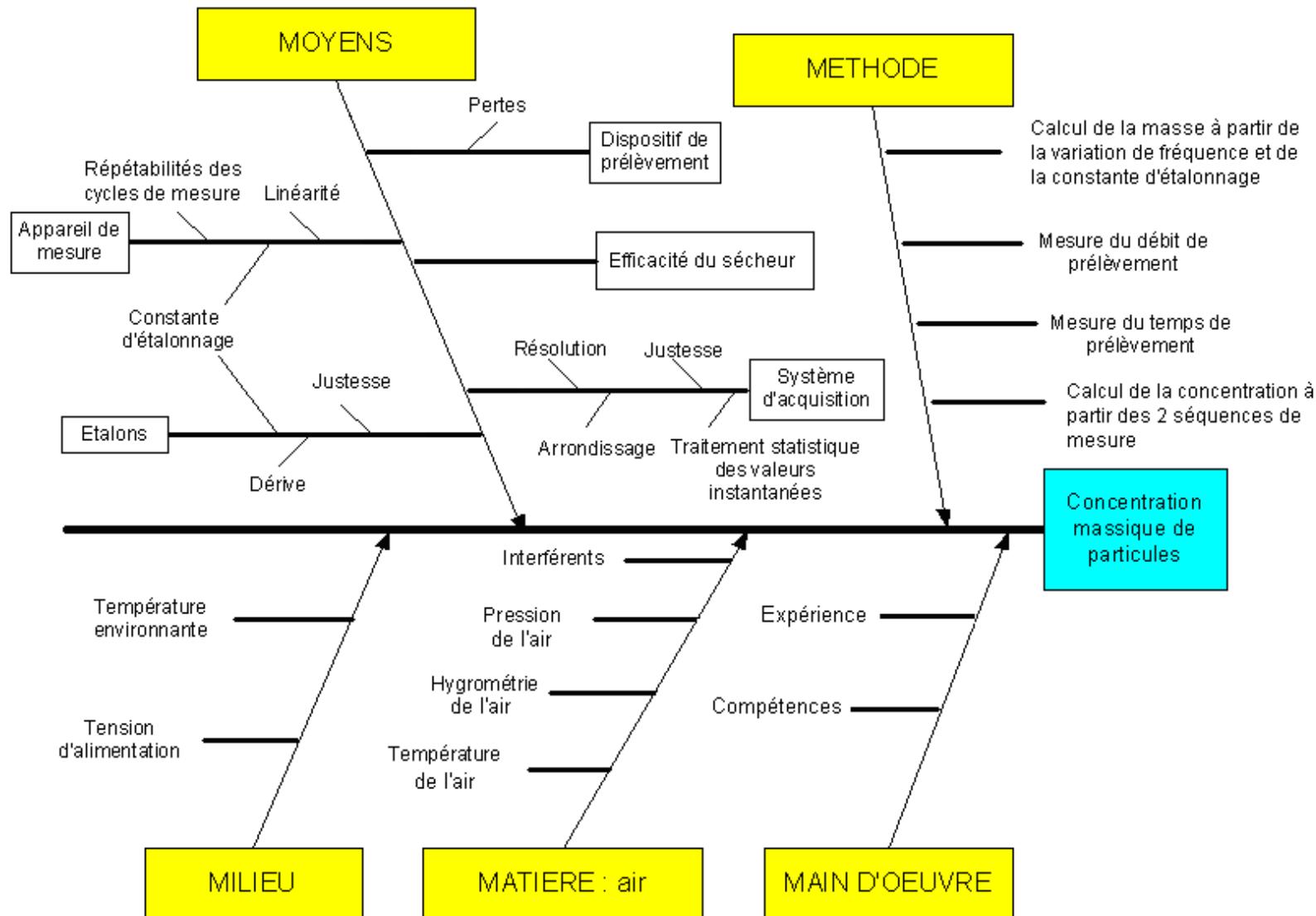


Figure 3 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure de la concentration massique journalière de particules par microbalance TEOM-FDMS

### 3.4 Modèle mathématique

Chacun des membres des équations explicitées dans ce chapitre est déterminé au paragraphe 3.5.

#### 3.4.1 Expression de la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

D'après la méthode mise en œuvre et décrite au paragraphe 3.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique horaire de particules  $C_{m,H}$**  est le suivant :

$$C_{m,H} = C_{Bm,H} - C_{Rm,H} \quad (25)$$

Avec :

- $C_{m,H}$  la concentration massique horaire de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $C_{Bm,H}$  la concentration massique horaire de particules collectées durant le « cycle de base » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), dont l'expression figure en (26),
- $C_{Rm,H}$  la concentration massique horaire de particules collectées durant le « cycle de référence » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), dont l'expression figure en (27).

NOTE Le débit de prélèvement désigne le débit traversant le filtre de la microbalance (sa valeur est fixée à 3 L/min).

Les **concentrations massiques horaires de particules  $C_{Bm,H}$  et  $C_{Rm,H}$  collectées durant les différents cycles de mesure** ont pour expression :

$$C_{Bm,H} = \frac{\Delta m_{Bm,H}}{Q_{Bm} \times t_{Bm}} + \sum \text{Corrections} \quad (26)$$

$$C_{Rm,H} = \frac{\Delta m_{Rm,H}}{Q_{Rm} \times t_{Rm}} + \sum \text{Corrections} \quad (27)$$

Avec :

- $C_{Bm,H}$  et  $C_{Rm,H}$  les concentrations massiques horaires de particules collectées respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $\Delta m_{Bm,H}$  et  $\Delta m_{Rm,H}$  les masses horaires de particules collectées respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en  $\mu\text{g}$ ),
- $Q_{Bm}$  et  $Q_{Rm}$  les débits de prélèvement, respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en  $\text{m}^3/\text{min}$ ),
- $t_{Bm}$  et  $t_{Rm}$  les temps de prélèvement, respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en min),
- $\sum \text{Corrections}$  la somme des corrections (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), dont l'expression figure ci-après.

$$\begin{aligned} \sum \text{Corrections} = & C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} \\ & + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \end{aligned} \quad (28)$$

Les corrections, propres à chaque appareil, doivent être évaluées. Dans certains cas, la valeur de la correction peut être nulle. Par exemple, les paramètres d'influence (facteurs d'environnement et

interférents) pouvant croître ou décroître au cours de la période de mesure, il est alors considéré qu'en moyenne la correction est nulle. Que la valeur de la correction soit nulle ou non, l'incertitude associée à la valeur de la correction doit être prise en compte dans le calcul de l'incertitude élargie.

**NOTE** Si les corrections ne sont pas appliquées au résultat de mesure, l'incertitude élargie associée au résultat de mesure est augmentée de la valeur des corrections (ceci est applicable pour toute correction non nulle qui n'est pas effectuée).

Les **masses horaires de particules**  $\Delta m_{Bm,H}$  et  $\Delta m_{Rm,H}$  **collectées**, respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » ont pour expression :

$$\Delta m_{Bm,H} = K_0 \left( \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right) + C_{\text{Linéarité}} \quad (29)$$

$$\Delta m_{Rm,H} = K_0 \left( \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right) + C_{\text{Linéarité}} \quad (30)$$

Avec :

- $\Delta m_{Bm,H}$  et  $\Delta m_{Rm,H}$  les masses horaires de particules collectées respectivement durant le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en  $\mu\text{g}$ ),
- $K_0$  la constante d'étalonnage de la microbalance (en  $\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$ ),
- $f_2$  et  $f_1$  les fréquences d'oscillation de la microbalance après collection de particules, respectivement pour le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en Hz),
- $f_1$  et  $f_1'$  les fréquences d'oscillation initiales de la microbalance avant collection de particules, respectivement pour le « cycle de base » et le « cycle de référence » (en Hz),
- $C_{\text{Linéarité}}$  la correction de linéarité de la microbalance (en  $\mu\text{g}$ ).

**NOTE** Contrairement à la microbalance TEOM usuelle, la correction de concentration ( $1,03 \times X + 3 \text{ } \mu\text{g}/\text{m}^3$  où  $X$  est la variation de concentration) n'est pas appliquée.

### 3.4.2 Expression de la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

La concentration massique journalière de particules est calculée en appliquant l'équation suivante :

$$\overline{C}_{m,j} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N C_{m,H,i} \quad (31)$$

Avec :

- $\overline{C}_{m,j}$  la concentration massique journalière de particules,
- $N$  le nombre de mesurages horaires relevés sur la journée,
- $C_{m,H,i}$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules.

## 3.5 Evaluation des incertitudes-types

Les éléments nécessaires pour l'évaluation des incertitudes-types et l'origine de la détermination de leur valeur sont regroupés dans le tableau du chapitre 3.5.9.

### 3.5.1 Incertitude-type sur la constante d'étalonnage $u(K_0)$ (en $\mu\text{g}.\text{Hz}^2$ )

La constante d'étalonnage  $K_0$  a pour expression :

$$K_0 = \frac{m_{\text{Filtre étalon}}}{\left( \frac{1}{f_{\text{Filtre étalon}}}^2 - \frac{1}{f_0}^2 \right)} \quad (32)$$

Avec :

- $K_0$  la constante d'étalonnage de la microbalance (en  $\mu\text{g}.\text{Hz}^2$ ),
- $m_{\text{Filtre étalon}}$  la masse d'un filtre étalon (en  $\mu\text{g}$ ),
- $f_{\text{Filtre étalon}}$  la fréquence d'oscillation de la microbalance avec le filtre étalon (en Hz),
- $f_0$  la fréquence d'oscillation de la microbalance sans le filtre étalon (en Hz).

L'incertitude sur la constante d'étalonnage est donc une combinaison :

- De l'incertitude-type sur le filtre étalon  $u(m_{\text{Filtre étalon}})$  qui est liée à l'incertitude de justesse sur la masse du filtre étalon donnée par le certificat d'étalonnage et à la dérive de la masse du filtre étalon entre deux étalonnages,
- Des incertitudes-types sur les fréquences d'oscillation  $u(f_0)$  et  $u(f_{\text{Filtre étalon}})$  qui sont liées à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Dans le cas des mesures de concentrations massiques de particules par microbalance à fréquence variable, la modification de la valeur de la constante d'étalonnage  $K_0$  en cas de constat d'une variation de sa valeur par rapport à celle initialement déterminée en usine, lors de l'utilisation des filtres étalons, n'est pas systématique. En effet, au vu de l'expérience acquise sur la mise en œuvre de ces microbalances, le constructeur préconise la procédure suivante :

- Lorsque l'écart relatif absolu entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée avec les filtres étalons et celle déterminée initialement en usine est inférieur ou égal à 2,5 % de cette dernière, la valeur de la constante d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Et lorsque l'écart relatif absolu est supérieur à 2,5 %, cela est dû, dans la majorité des cas, à un problème technique plutôt qu'à une dérive de la constante d'étalonnage ; il convient alors de prévenir le constructeur pour une maintenance de l'appareil de mesure qui, au vu des problèmes détectés, jugera de la pertinence d'une modification ou pas de la constante d'étalonnage.

L'incertitude-type sur la constante d'étalonnage peut donc être estimée à partir :

- Soit de l'erreur maximale tolérée indiquée par le constructeur, à savoir 2,5% de la constante d'étalonnage ; dans ce cas, l'incertitude-type sur la constante d'étalonnage est calculée de la façon suivante :

$$u(K_0) = \frac{0,025 \times K_0}{\sqrt{3}}$$

- Soit d'une valeur fixée sur la base des résultats des essais effectués par l'utilisateur ; l'incertitude-type est calculée par analyse des écarts entre la valeur de la constante d'étalonnage déterminée initialement en usine et celles déterminées lors des vérifications du réglage.

### 3.5.2 Incertitude-type sur les fréquences d'oscillation $u(f_1)$ , $u(f'_1)$ , $u(f_2)$ et $u(f'_2)$ (en Hz)

Il est considéré que l'incertitude-type sur les fréquences d'oscillation est liée à la résolution et à la répétabilité de la microbalance.

Les incertitudes liées à la répétabilité de la microbalance lorsqu'elle oscille aux fréquences  $f_1$ ,  $f'_1$ ,  $f_2$  et  $f'_2$  peuvent être calculées à partir des résultats des répétitions de la mesure avec un filtre étalon, car la valeur de la fréquence d'oscillation obtenue avec le filtre étalon est du même ordre de grandeur que celle obtenue lors des mesures de particules sur site.

Question : est-ce qu'il a été constaté des différences de répétabilité selon la phase du cycle (« base » et « référence »). **données AASQA ou LCSQA disponibles ?**

Dans le cas où elles sont différentes, le calcul d'incertitude peut être effectué soit avec les vraies valeurs, soit avec la valeur de répétabilité la plus grande, soit sur la base d'une EMT (à discuter).

Lors des mesurages pour déterminer la répétabilité de la méthode, l'influence de la résolution de la microbalance est incluse dans les écarts de mesure. L'incertitude-type associée aux fréquences d'oscillation est donc posée comme étant égale à l'incertitude-type liée à la répétabilité.

Avec le filtre étalon, l'incertitude-type associée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation  $u(f_{\text{Filtre étalon}})$  est calculée selon l'équation suivante :

$$u(f_{\text{Filtre étalon}}) = u(f_1) = u(f'_1) = u(f_2) = u(f'_2) = s_{rf} = \sqrt{\frac{\sum (x_{if} - \bar{x}_f)^2}{n-1}} \quad (33)$$

Avec :

- $u(f_{\text{Filtre étalon}})$  l'incertitude-type liée à la répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- $u(f_1)$  et  $u(f'_1)$  les incertitude-types sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules quel que soit le mode cyclique (en Hz),
- $u(f_2)$  et  $u(f'_2)$  les incertitude-types sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules quel que soit le mode cyclique (en Hz),
- $s_{rf}$  l'écart-type de répétabilité de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon (en Hz),
- $x_{if}$  la  $i^{\text{ème}}$  mesure de la fréquence d'oscillation obtenue pour le filtre étalon quel que soit le mode cyclique (en Hz),
- $\bar{x}_f$  la valeur moyenne des  $n$  mesures de la fréquence d'oscillation obtenues pour le filtre étalon lors de l'évaluation de la répétabilité de la microbalance quel que soit le mode cyclique (en Hz).

Toutefois, dans certains cas, l'écart-type de répétabilité peut être inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution. Par conséquent, pour éviter de sous-estimer l'incertitude de lecture, il convient de comparer l'écart-type de répétabilité et l'incertitude-type liée à la résolution.

Dans le cas où l'écart-type de répétabilité est inférieur à l'incertitude-type liée à la résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte et les incertitudes sur les fréquences d'oscillation devient égale à :

$$u(f_1) = u(f'_1) = u(f_2) = u(f'_2) = \left( \frac{\text{Rés}}{2\sqrt{3}} \right) \quad (34)$$

Avec :

- $R_{\text{és}}$  la résolution de la microbalance (en Hz).

### 3.5.3 Incertitude-type de linéarité $u(C_{\text{Linéarité}})$ (en $\mu\text{g}$ )

La linéarité de la microbalance peut être contrôlée par utilisation de filtres étalons de masses différentes réparties sur une partie de la gamme de mesure de la microbalance, après vérification de la constante d'étalonnage de la microbalance.

En règle générale, l'écart de linéarité est défini comme le résidu maximum entre les masses données par la droite de régression linéaire et les masses mesurées avec les filtres étalons.

Or, en utilisation habituelle, l'équation de cette droite de régression linéaire ne sert pas à corriger les valeurs mesurées. Calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité sur la base de ce résidu risque donc de minimiser sa valeur.

Il est donc préférable de calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité en prenant comme résidu maximum  $X_{lin,\text{max}}$ , l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée pour le filtre étalon et la valeur « vraie » du filtre étalon. L'écart  $X_{lin,\text{max}}$  est donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a la même probabilité que l'écart de linéarité soit égal à toute valeur de l'intervalle défini par  $[-X_{lin,\text{max}} ; +X_{lin,\text{max}}]$ . Il est donc appliqué une loi uniforme, ce qui conduit, pour une masse de particules  $\Delta m_H$  collectée sur une heure, à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{lin,\text{max}}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_H}{100} \quad (35)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Linéarité}})$  l'incertitude-type liée à la linéarité (en  $\mu\text{g}$ ),
- $X_{lin,\text{max}}$  l'écart relatif maximum entre la masse mesurée et la masse « vraie » (en % de la masse mesurée lors du test de linéarité),
- $\Delta m_H$  la masse horaire de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ )

Question:

- Est-ce que l'écart de linéarité est le même quel que soit la phase du cycle considérée (à discuter – besoin de tests ? données AASQA ou LCSQA disponibles ?) Si ce n'est pas le cas, la linéarité doit être contrôlée pour chaque phase
- Les niveaux de concentration mesurés sont en général très différents selon les phases : prendre le plus grand résidu pour la phase de référence peut amplifier de façon non pertinente l'incertitude finale (à discuter)

### 3.5.4 Incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ (en min)

L'incertitude-type sur le temps de prélèvement  $u(t)$  est calculée de la façon suivante, en utilisant une loi uniforme :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (36)$$

Avec :

- $u(t)$  l'incertitude-type sur le temps de prélèvement (en min),

- $a$  l'erreur sur le temps de prélèvement (étendue) (en min).

L'erreur sur le temps de prélèvement  $a$  peut être prise égale à la valeur de caractéristique de performance annoncée par le fabricant à savoir 2s, ou peut être vérifiée à l'aide d'un chronomètre calé par exemple sur l'horloge parlante.

NOTE Le temps de prélèvement est le même (6 minutes) quel que soit le mode cyclique considéré.

### 3.5.5 Incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ (en l/min)

#### 3.5.5.1 Vérification du débit de prélèvement avec un dispositif étalonné aux conditions standards

Le débit de prélèvement est calculé à partir de la formule suivante :

$$Q = Q_{STD} \times \frac{T}{293} \times \frac{1013}{P} \quad (37)$$

Où :

- $Q$  est le débit de prélèvement aux conditions de température  $T$  et pression  $P$  réelles, en l/min ;
- $Q_{STD}$  est le débit mesuré par le TEOM exprimé aux conditions standard de température et pression (293 K et 1013 hPa), en l/min ;
- $T$  est la température mesurée par le capteur de température, en K ;
- $P$  est la pression mesurée par le capteur de la pression, en hPa.

L'incertitude-type sur le débit de prélèvement  $u(Q)$  est donc liée à l'incertitude du débit de prélèvement donnée par le certificat d'étalonnage du dispositif d'étalonnage, à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance, à la répétabilité du débit de prélèvement de la microbalance et aux incertitudes sur les mesures de température et de pression et s'écrit :

$$u(Q) = Q \times \sqrt{\left( \frac{U(Etalonnage_{Q_{étal}})}{2} \right)^2 + (u_{Ecart\ Consigne})^2 + (s_{r,Q_{microbalance}})^2 + \frac{u^2(T)}{T^2} + \frac{u^2(P)}{P^2}} \quad (38)$$

Avec :

- $u(Q)$  l'incertitude-type sur le débit de prélèvement de la microbalance (en l/min),
- $U(Etalonnage_{Q_{étal}})$  l'incertitude élargie de justesse sur le débit de prélèvement donnée sur le certificat d'étalonnage (en l/min),
- $u_{Ecart\ Consigne}$  l'incertitude-type due à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance (en l/min),
- $s_{r,Q_{microbalance}}$  l'écart-type de répétabilité du débit de prélèvement (en l/min),
- $u(T)$  l'incertitude-type sur le capteur de température (en K),
- $u(P)$  l'incertitude-type sur le capteur de pression (en hPa).

NOTE Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

### 3.5.5.2 Vérification du débit de prélèvement avec un dispositif placé en tête de ligne

Dans ce cas, une erreur maximale tolérée qui prend en compte les contributions de la température, de la pression et du dispositif d'étalonnage peut être calculée :

- A partir de l'écart maximum annoncé par le constructeur, à savoir 5% ; dans ce cas, l'incertitude liée à l'écart entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et la valeur indiquée par la microbalance est calculée comme indiqué ci-après

$$u(Q) = \sqrt{\left(\frac{0,05 \times Q}{\sqrt{3}}\right)^2}$$

- A partir des données relatives à chaque composante de l'équation (37) dont dispose l'utilisateur.

NOTE 1 L'écart observé entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance peut être dû à une dérive des capteurs de pression ou de température, et/ou de la carte électronique.

NOTE 2 Toute vérification de débit doit être précédée d'un test de fuite sur l'appareil.

### 3.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

L'appareil de mesure est équipé soit d'une sortie analogique, soit d'une sortie numérique. La concentration mesurée est enregistrée par un système d'acquisition, puis les données sont transmises au poste central pour stockage, traitement et validation.

L'incertitude-type due au système d'acquisition est liée à l'écart que peut générer le système d'acquisition entre le signal émis en sortie de l'appareil de mesure qu'il reçoit, et celui qu'il transmet au poste central. Cet écart dépend de la résolution du système d'acquisition, de sa répétabilité et de sa justesse.

Selon que le système d'acquisition est étalonné ou qu'il est contrôlé par l'utilisateur, l'incertitude-type associée à la centrale d'acquisition prise en compte dans le budget d'incertitude est obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il est à noter que le résultat d'étalonnage doit être converti en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage}_{\text{Système d'acquisition}})}{2}\right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (39)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $U(\text{Etalonnage}_{\text{Système d'acquisition}})$  l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou dans le constat de vérification exprimée en « équivalent concentration » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{U(\text{Etalonnage Système d'acquisition})}{2}\right)^2 + \frac{Rés^2}{2\sqrt{3}}} \quad (40)$$

Avec :  $Rés$  la résolution de la centrale d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

- A partir de données issues du contrôle effectué par l'utilisateur : dans ce cas il peut être défini, par exemple, une EMT basée sur l'analyse des écarts observés par l'utilisateur lors de l'utilisation de filtres étalons. L'incertitude-type associée au système d'acquisition doit également tenir compte de la répétabilité calculée en réalisant des séries de simulations de transmissions de données et de la résolution du système. Cette dernière étant prise en compte lors de la détermination de la répétabilité, l'incertitude associée au système d'acquisition est alors donnée par :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{r,\text{Système d'acquisition}}^2} \quad (41)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Système d'acquisition}})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $EMT_{\text{Système d'acquisition}}$  l'erreur maximale admissible du système d'acquisition fixée par l'utilisateur, traduisant l'erreur de justesse maximale admissible (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,\text{Système d'acquisition}}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{\text{Système d'acquisition}}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{\text{Système d'acquisition}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \frac{Rés^2}{2\sqrt{3}}} \quad (42)$$

Avec :  $Rés$  la résolution du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

### 3.5.7 Incertitude-type due à la reproductibilité sur site $u(C_{\text{reproductibilité sur site}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Cette reproductibilité vise à quantifier la variabilité de fabrication du type d'appareil considéré.

Pour déterminer la reproductibilité sur site, deux microbalances TEOM-FDMS équipées de leur dispositif de prélèvement sont installés en parallèle sur un même site, de telle sorte que la réponse de l'une n'influe pas sur la réponse de l'autre et que la durée de l'essai couvre un domaine de concentration et de variation des paramètres d'influence suffisamment large.

Pendant cette période, les écarts entre les concentrations massiques horaires de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (43)$$

Avec :

- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques horaires de particules données par les 2 appareils de mesure au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),

- $(L_{1,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $(L_{2,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique horaire de particules donnée par l'appareil de mesure 2, correspondant à la même période que celle prise pour l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Cette méthode permet d'évaluer les écarts entre deux appareils de mesure du même modèle dans les mêmes conditions d'environnement et de matrice, et donc de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre les deux instruments de mesure qui devraient avoir les mêmes performances. Il est à noter que les écarts calculés sont liés, pour les paramètres d'influence physiques et pour les interférents, aux conditions environnementales du site sur lequel les appareils de mesure sont évalués : l'absence de certains facteurs d'influence ou une faible variation de leur valeur pendant l'essai sur site peut conduire à une sous-estimation des écarts potentiels entre les deux appareils et donc de l'écart-type de reproductibilité.

L'incertitude-type obtenue est calculée à partir des écarts en utilisant l'équation ci-après :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}{2n}} \times C_{m,H} \quad (44)$$

Avec :

- $u(C_{\text{reproductibilité sur site}})$  l'incertitude-type due à la reproductibilité sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques horaires données par les 2 appareils de mesure dans l'air ambiant au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $L$  la concentration massique moyenne durant l'essai sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $n$  le nombre de mesures faites en parallèle,
- $C_{m,H}$  la concentration massique horaire de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

### 3.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesures $u(C_{\text{Moyennage}})$ , au dispositif de prélèvement $u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ , au milieu $u(C_{\text{Milieu}})$ et à la matière $u(C_{\text{Matière}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents en se basant sur la démarche développée par le GUM correspond à une approche « théorique ». Dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesures (écart de réponse de l'appareil de mesure obtenu lorsqu'on observe des variations à court terme de la concentration de particules dans l'air prélevé par rapport à la réponse qui serait obtenue pour la mesure d'un niveau constant et équivalent à la moyenne des variations de concentration),
- Au dispositif de prélèvement (perte dans le circuit fluidique en amont de la microbalance, diminution de l'efficacité du dispositif de déshydratation du prélèvement),
- Au milieu (Influence de la température environnante et de la tension d'alimentation),
- A la matière (Influence des interférents ; influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz).

En effet, pour pouvoir évaluer les incertitudes-types liées au moyennage des mesures, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait disposer d'un générateur délivrant des concentrations connues et stables de particules. Or, à l'heure actuelle, comme il n'existe pas de générateur

répondant à ces spécifications, les incertitudes-types citées ci-dessus ne peuvent pas être déterminées individuellement.

Une voie possible pour évaluer l'impact de ces composantes est de comparer l'incertitude globale calculée selon la méthode GUM à l'intervalle de confiance obtenu par des d'essais d'intercomparaison sur site. L'écart entre les résultats de l'approche GUM sans la prise en compte des composantes citées ci-dessus et des d'essais d'intercomparaison peut donner un ordre de grandeur de la contribution dans l'incertitude de l'effet de moyennage, du dispositif de prélèvement et des facteurs d'influence (facteurs environnementaux et interférents). Cette comparaison des résultats ne peut toutefois donner qu'un ordre de grandeur, car lors des essais sur site, tous les facteurs d'influence ne sont pas forcément présents ou leur variation peut être limitée pendant les essais.

### 3.5.9 Tableau récapitulatif des éléments nécessaires et de leur source pour l'estimation des incertitudes-types

Dans le tableau 2 sont récapitulés les éléments nécessaires pour estimer les incertitudes-types associées au processus de mesure des particules par microbalance associée à un module FDMS.

**Tableau 2** : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure par microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Constante d'étalonnage	Justesse, répétabilité, résolution	$u(K_0)$	$\mu\text{g} \cdot \text{Hz}^2$	EMT ou valeur fixée par l'utilisateur sur la base des vérifications effectuées (Equation 32)
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance initiale avant collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_1)$ et $u(f'_1)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 33 ou 34)
Lecture de la fréquence d'oscillation de la microbalance après collecte de particules	Répétabilité, résolution	$u(f_2)$ et $u(f'_2)$	Hz	Test réalisé par l'utilisateur (Equations 33 ou 34)
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	$\mu\text{g}$	Test réalisé par l'utilisateur (Equation 35)

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 36
Débit de prélèvement	Justesse	$u(Etalonnage_{Q_{étal}})$	l/min	Certificat d'étalonnage
	Ecart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la microbalance	$u_{Ecart\ Consigne}$	l/min	Test réalisé par l'utilisateur
	Répétabilité du débit de prélèvement	$s_{r,microbalance}$	l/min	Test réalisé par l'utilisateur
	Pression	$u(P)$	hPa	Certificat d'étalonnage
Système d'acquisition	Température	$u(T)$	K	Certificat d'étalonnage
		$u(Q)$	l/min	Equation 38 ou EMT
	Justesse	$u(Etalonnage_{Système\ d'acquisition})$	$μg/m^3$	Certificat d'étalonnage
	Répétabilité	$s_{r,système\ d'acquisition}$	$μg/m^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
Reproductibilité sur site	Justesse	$EMT_{Système\ d'acquisition}$	$μg/m^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
	Répétabilité	$s_{r,système\ d'acquisition}$	$μg/m^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
		$u(C_{Système\ d'acquisition})$	$μg/m^3$	Equations 41 et 42
	Ecart-type de reproductibilité	$u(C_{Reproductibilité\ sur\ site})$	$μg/m^3$	Ecarts entre deux microbalances fonctionnant aux mêmes conditions d'environnement et de matrice Equations 43 et 44

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Moyennage des mesures		$u(C_{Moyennage})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Dispositif de prélèvement	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Seuil de coupure</li> <li>- Efficacité de piégeage sur le filtre</li> <li>- Absorption dans le système de prélèvement</li> </ul>	$u(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Validé par le constructeur</li> <li>- Validé par le constructeur</li> <li>- Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide</li> </ul>
Facteurs d'influence				
Milieu (Température environnante et tension d'alimentation)	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{Milieu})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Matière (Interférents ; influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)		$u(C_{Matière})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	

### 3.6 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

#### 3.6.1 Concentration massique horaire de particules $C_{m,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance  $u^2(C_{m,H})$  sur la concentration massique horaire de particules est fonction de :

$$u^2(C_{m,H}) = f(C_{Bm,H}, C_{Rm,H})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (25) conduit à :

$$\begin{aligned}
 u^2(C_{m,H}) &= \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{Bm,H}} \right)^2 \times u^2(C_{Bm,H}) + \left( \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{Rm,H}} \right)^2 \times u^2(C_{Rm,H}) \\
 &+ 2 \times \left[ \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{Bm,H}} \right] \times \left[ \frac{\partial C_{m,H}}{\partial C_{Rm,H}} \right] \times u(C_{Bm,H}) \times u(C_{Rm,H}) \times r(C_{Bm,H}, C_{Rm,H})
 \end{aligned} \tag{45}$$

Soit, après développement des dérivées partielles :

$$u^2(C_{m,H}) = u^2(C_{Bm,H}) + u^2(C_{Rm,H}) + 2 \times u(C_{Bm,H}) \times u(C_{Rm,H}) \times r(C_{Bm,H}, C_{Rm,H}) \tag{46}$$

Avec :

- $u^2(C_{m,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules,
- $u^2(C_{Bm,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules en mode « cycle de base »,
- $u^2(C_{Rm,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules en mode « cycle de référence »,
- $r(C_{Bm,H}, C_{Rm,H})$  le coefficient de corrélation entre les concentrations massiques horaires de particules en modes « cycle de base » et « cycle de référence ».

Les mesurages effectués en modes « cycle de base » et « cycle de référence » sont corrélés, puisqu'ils sont effectués avec le même appareil. L'incertitude associée à la concentration massique horaire de particules  $C_{m,H}$  a été maximalisée en prenant le coefficient de corrélation égal à 0.

### 3.6.2 Concentration massique horaire de particules $C_{Bm,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance  $u^2(C_{Bm,H})$  sur la concentration massique horaire de particules lors du « cycle de base » est fonction de :

$$u^2(C_{Bm,H}) = f(\Delta m_{Bm,H}, Q, t, \sum \text{Corrections})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (26) et (28) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{Bm,H}) &= \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial \Delta m_{Bm,H}} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{Bm,H}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (47)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial \Delta m_{Bm,H}} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_{Bm,H}}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_{Bm,H}}{Q \times t^2}$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (45) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned}
u^2(C_{Bm,H}) = & \left( \frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{Bm,H}) + \left( \frac{-\Delta m_{Bm,H}}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{-\Delta m_{Bm,H}}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) \\
& + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Système d'acquisition}} \right)^2 \times u^2(C_{Système d'acquisition}) \\
& + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Reproductibilité sur site}} \right)^2 \times u^2(C_{Reproductibilité sur site}) \\
& + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Moyennage}} \right)^2 \times u^2(C_{Moyennage}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Dispositif de prélèvement}} \right)^2 \times u^2(C_{Dispositif de prélèvement}) \\
& + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Matière}} \right)^2 \times u^2(C_{Matière}) + \left( \frac{\partial C_{Bm,H}}{\partial C_{Milieu}} \right)^2 \times u^2(C_{Milieu})
\end{aligned} \tag{48}$$

Avec :

- $u^2(C_{Bm,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules en mode « cycle de base »,
- $Q$  le débit de prélèvement,
- $t$  le temps de prélèvement,
- $u^2(\Delta m_{Bm,H})$  la variance sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de base »,
- $\Delta m_{Bm,H}$  la masse horaire de particules collectées durant le « cycle de base » (en  $\mu\text{g}$ ),
- $u^2(Q)$  la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$  la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{Système d'acquisition})$  la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{Reproductibilité sur site})$  la variance due à la reproductibilité,
- $u^2(C_{Moyennage})$  la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{Dispositif de prélèvement})$  la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{Matière})$  la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{Milieu})$  la variance due à l'influence du milieu.

### 3.6.3 Masse horaire de particules collectées $\Delta m_{Bm,H}$ (en $\mu\text{g}$ )

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance  $u^2(\Delta m_{Bm,H})$  sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de base » est fonction de :

$$u^2(\Delta m_{Bm,H}) = f(K_0, f_1, f_2, C_{Linéarité})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (29) conduit à :

$$\begin{aligned}
u^2(\Delta m_{Bm,H}) &= \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial K_0} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_1} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_2} \right)^2 \times u^2(f_2) \\
&+ 2 \times \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_1} \right) \times \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_2} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) + \left( \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial C_{Linéarité}} \right)^2 \times u^2(C_{Linéarité})
\end{aligned} \tag{49}$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial K_0} = \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_1} = \frac{2K_0}{f_1^3} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial f_2} = \frac{-2K_0}{f_2^3}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{Bm,H}}{\partial C_{Linéarité}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (49) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned}
u^2(\Delta m_{Bm,H}) &= \left( \frac{1}{f_2^2} - \frac{1}{f_1^2} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{2K_0}{f_1^3} \right)^2 \times u^2(f_1) + \left( \frac{-2K_0}{f_2^3} \right)^2 \times u^2(f_2) \\
&+ 2 \times \left( \frac{2K_0}{f_1^3} \right) \times \left( \frac{-2K_0}{f_2^3} \right) \times u(f_1) \times u(f_2) + u^2(C_{Linéarité})
\end{aligned} \tag{50}$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_{Bm,H})$  la variance sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de base »,
- $f_2$  la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules lors du « cycle de base »,
- $f_1$  la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules lors du « cycle de base »,
- $u^2(K_0)$  la variance sur la constante d'étalonnage,
- $K_0$  la constante d'étalonnage,
- $u^2(f_1)$  la variance sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules lors du « cycle de base »,
- $u^2(f_2)$  la variance sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules lors du « cycle de base »,
- $u^2(C_{Linéarité})$  la variance de linéarité.

### 3.6.4 Concentration massique horaire de particules $C_{Rm,H}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance  $u^2(C_{Rm,H})$  sur la concentration massique horaire de particules lors du « cycle de référence » est fonction de :

$$u^2(C_{Rm,H}) = f(\Delta m_{Rm,H}, Q, t, \sum \text{Corrections})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (27) et (28) conduit à :

$$\begin{aligned}
 u^2(C_{Rm,H}) &= \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial \Delta m_{Rm,H}} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{Rm,H}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Système d'acquisition}} \right)^2 \times u^2(C_{Système d'acquisition}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Reproductibilité sur site}} \right)^2 \times u^2(C_{Reproductibilité sur site}) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Moyennage}} \right)^2 \times u^2(C_{Moyennage}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Dispositif de prélèvement}} \right)^2 \times u^2(C_{Dispositif de prélèvement}) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Matière}} \right)^2 \times u^2(C_{Matière}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Milieu}} \right)^2 \times u^2(C_{Milieu})
 \end{aligned} \tag{51}$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial \Delta m_{Rm,H}} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_{Rm,H}}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_{Rm,H}}{Q \times t^2}$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (51) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned}
 u^2(C_{Rm,H}) &= \left( \frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_{Rm,H}) + \left( \frac{-\Delta m_{Rm,H}}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{-\Delta m_{Rm,H}}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Système d'acquisition}} \right)^2 \times u^2(C_{Système d'acquisition}) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Reproductibilité sur site}} \right)^2 \times u^2(C_{Reproductibilité sur site}) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Moyennage}} \right)^2 \times u^2(C_{Moyennage}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Dispositif de prélèvement}} \right)^2 \times u^2(C_{Dispositif de prélèvement}) \\
 &+ \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Matière}} \right)^2 \times u^2(C_{Matière}) + \left( \frac{\partial C_{Rm,H}}{\partial C_{Milieu}} \right)^2 \times u^2(C_{Milieu})
 \end{aligned} \tag{52}$$

Avec :

- $u^2(C_{Rm,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules en mode « cycle de référence »,
- $Q$  le débit de prélèvement,
- $t$  le temps de prélèvement,

- $\Delta m_{Rm,H}$  la masse horaire de particules collectées durant le « cycle de référence » (en  $\mu\text{g}$ ),
- $u^2(\Delta m_{Rm,H})$  la variance sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de référence »,
- $u^2(Q)$  la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$  la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Système d'acquisition}})$  la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$  la variance due à la reproductibilité,
- $u^2(C_{\text{Moyennage}})$  la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$  la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{\text{Matière}})$  la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{\text{Milieu}})$  la variance due à l'influence du milieu.

### 3.6.5 Masse horaire de particules collectées $\Delta m_{Rm,H}$ (en $\mu\text{g}$ )

Comme vu au chapitre 3.4.1, la variance  $u^2(\Delta m_{Rm,H})$  sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de référence » est fonction de :

$$u^2(\Delta m_{Rm,H}) = f(K_0, f_1', f_2', C_{\text{Linéarité}})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (30) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(\Delta m_{Rm,H}) &= \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial K_0} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_1'} \right)^2 \times u^2(f_1') + \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_2'} \right)^2 \times u^2(f_2') \\ &+ 2 \times \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_1'} \right) \times \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_2'} \right) \times u(f_1') \times u(f_2') + \left( \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial C_{\text{Linéarité}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Linéarité}}) \end{aligned} \quad (53)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial K_0} = \frac{1}{f_2'^2} - \frac{1}{f_1'^2}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_1'} = \frac{2K_0}{f_1'^3} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial f_2'} = -\frac{2K_0}{f_2'^3}$$

$$\frac{\partial \Delta m_{Rm,H}}{\partial C_{\text{Linéarité}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (53) est donc équivalente à :

$$u^2(\Delta m_{Bm,H}) = \left( \frac{1}{f_2'^2} - \frac{1}{f_1'^2} \right)^2 \times u^2(K_0) + \left( \frac{2K_0}{f_1'^3} \right)^2 \times u^2(f_1') + \left( \frac{-2K_0}{f_2'^3} \right)^2 \times u^2(f_2') + 2 \times \left( \frac{2K_0}{f_1'^3} \right) \times \left( \frac{-2K_0}{f_2'^3} \right) \times u(f_1') \times u(f_2') + u^2(C_{Linéarité}) \quad (54)$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_{Rm,H})$  la variance sur la masse horaire de particules collectées lors du « cycle de référence »,
- $f_2'$  la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules lors du « cycle de référence »,
- $f_1'$  la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules lors du « cycle de référence »,
- $u^2(K_0)$  la variance sur la constante d'étalonnage,
- $K_0$  la constante d'étalonnage,
- $u^2(f_1')$  la variance sur la fréquence d'oscillation initiale de la microbalance avant collection de particules lors du « cycle de référence »,
- $u^2(f_2')$  la variance sur la fréquence d'oscillation de la microbalance après collection de particules lors du « cycle de référence »,
- $u^2(C_{Linéarité})$  la variance de linéarité.

### 3.7 Calcul de l'incertitude-type composée pour la concentration massique journalière de particules $\overline{C}_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 2.4.2, la variance  $u^2(\overline{C}_{m,j})$  sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = f(C_{m,H}, N)$$

L'incertitude-type composée est déterminée en se basant sur la norme NF ISO 11222 "Qualité de l'air - Détermination de l'incertitude de mesure de la moyenne temporelle des mesurages de la qualité de l'air" et en appliquant le raisonnement développé dans le chapitre 5 de la partie 2 du présent guide, ce qui conduit à :

$$u^2(\overline{C}_{m,j}) = u^2(C_{m,H}) + \frac{N_{\max} - N}{N_{\max} \times N \times (N-1)} \sum_{i=1}^N (C_{m,H} - \overline{C}_{m,j})^2 \quad (55)$$

Avec :

- $u^2(\overline{C}_{m,j})$  la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- $u^2(C_{m,H})$  la variance sur la concentration massique horaire de particules,
- $N_{\max}$  le nombre de résultats de mesurage correspondant à une couverture totale de la période de moyennage (sur une journée,  $N_{\max} = 24$ ),

- $N$  le nombre de mesurages relevés sur la journée.

### 3.8 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement  $k$  généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  sont calculées comme suit :

$$U(\overline{C_{m,j}}) = k \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} = 2 \times \sqrt{u^2(\overline{C_{m,j}})} \quad (56)$$

$$U_{rel}(\overline{C_{m,j}}) = \frac{U(\overline{C_{m,j}})}{\overline{C_{m,j}}} \times 100 \quad (57)$$

Avec :

- $U(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $u(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $k$  le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(\overline{C_{m,j}})$  l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules  $\overline{C_{m,j}}$  (en %).

Une application numérique est donnée en Annexe B.

## 4 Estimation de l'incertitude élargie sur une concentration massique journalière de particules mesurée avec une jauge radiométrique par absorption de rayonnement $\beta$

### 4.1 Description de la méthode de mesure

La méthode de mesure de la concentration des particules en suspension dans l'air ambiant utilisée dans la jauge radiométrique (dite « jauge  $\beta$  ») est basée sur l'absorption du rayonnement  $\beta$  par la matière particulaire. Le rayonnement  $\beta$ , émis par une source radioactive (ex :  $^{14}\text{C}$ ) est absorbé par collision avec le dépôt de particules obtenu par prélèvement d'air ambiant sur un média filtrant. Cette absorption est reliée à la masse de particules déposées sur le filtre, indépendamment de leur nature physico-chimique.

Un dispositif de correction permet de prendre en compte la fraction volatile de l'aérosol. Dans le cas de l'appareil MP101M, il s'agit du module « RST » (Regulating Sampling Temperature).

L'appareil mesure l'absorption du rayonnement  $\beta$  et donc la masse de particules déposée de manière séquentielle sur une base de temps réglable (1/2, 1, 2, 4, 8, 12 et 24 heures). Le cycle de mesure comprend une mesure  $N_1$  de l'intensité du rayonnement  $\beta$  sur le filtre vierge, puis une mesure  $N_2$  sur le filtre chargé en fin de cycle, de façon à s'affranchir du risque d'hétérogénéité du ruban filtre.

La masse est reliée au rapport entre les 2 mesures du rayonnement  $\beta$  par la relation suivante :

$$\Delta m = \frac{1}{k} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right)$$

Avec :

- $\Delta m$  la masse de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ),
- $K$  le coefficient d'absorption massique déterminé expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument ( $\mu\text{g}^{-1}$ ), dont l'expression est :

$$\frac{1}{K} = aX$$

Avec :

- $a = 2 \left( \frac{0,156}{0,022} \right)^4$  la constante empirique liée à la loi physique d'absorption [3] et à la surface de mesure (il est postulé qu'il n'y a pas d'incertitude sur  $a$ ),
- $X$  le coefficient d'étalonnage de la jauge  $\beta$ .
- $N_1$  le comptage sur le filtre vierge (en coup/s),
- $N_2$  le comptage sur le filtre empoussiéré (en coup/s).

Le volume d'air prélevé étant déterminé à partir des conditions de prélèvement (débit et temps de prélèvement), la concentration est obtenue en divisant la masse mesurée par le volume d'échantillon prélevé.

NOTE 1 Cette méthode de mesure est à priori valable pour tout type de prélèvement ( $\text{PM}_{10}$ ,  $\text{PM}_{2,5}$ ...).

NOTE 2 Afin d'obtenir de meilleures performances (justesse, exactitude), le pas de temps pour le cycle de mesure – en général au moins fixé à 2 heures - peut être allongé pour augmenter la quantité de particules déposées sur le filtre. **A compléter par FRANCOIS**

## 4.2 Définition du mesurande

Le mesurande est la concentration massique de particules en suspension dans l'air ambiant de type PM<sub>x</sub> (ex : PM<sub>10</sub>), déterminée en amont de la tête de prélèvement et intégrée sur un pas de temps choisi par l'utilisateur, transmise au poste central.

Dans le cas du dispositif de surveillance français, la donnée brute recommandée est une donnée obtenue sur un pas de temps **journalier** ; dans la suite du document, le budget d'incertitudes est établi sur la base de ce pas de temps. Pour l'utilisation de tout autre pas de temps, il convient d'adapter les calculs.

La **gamme de mesure** couramment utilisée pour les appareils de station couvre les concentrations comprises entre 0 et 1000 µg/m<sup>3</sup>.

Le mesurande correspond donc à une concentration massique journalière de particules (au niveau du poste central) exprimée en µg/m<sup>3</sup> aux conditions ambiantes de température et de pression au moment des mesures.

Il est à noter que le débit total de prélèvement au niveau de la tête de prélèvement doit être maintenu à sa valeur nominale pour que le diamètre de coupure corresponde au mesurande recherché (PM<sub>2,5</sub>, PM<sub>10</sub>).

## 4.3 Analyse du processus de mesure par la méthode des « 5M »

### 4.3.1 Les moyens

Le terme « moyens » regroupe les éléments suivants :

— Le dispositif de prélèvement

Des pertes peuvent survenir dans le dispositif de prélèvement, par exemple à cause d'un piégeage des particules en cas de présence d'humidité résiduelle.

NOTE Pour s'affranchir de cette influence, il convient de respecter les procédures d'entretien préconisées par le fournisseur.

— L'appareil de mesure

Les caractéristiques métrologiques de l'appareil de mesure utilisé (linéarité, dérive, répétabilité de la mesure...) interviennent dans le calcul de l'incertitude associée au résultat de mesure.

— Les étalons

L'incertitude liée aux étalons doit être prise en compte lors du réglage de l'appareil de mesure.

— Le système d'acquisition et la chaîne de transmission

La concentration mesurée est transmise à un système d'acquisition.

L'incertitude liée au système d'acquisition dépend de la résolution de celui-ci et de sa justesse.

### 4.3.2 La méthode

La méthode de mesure implique la vérification du coefficient d'absorption massique de l'appareil de mesure, la mesure du débit et du temps de prélèvement, le traitement statistique des valeurs cycliques des concentrations massiques et l'arrondissement des concentrations massiques.

Il est à noter que la régulation du débit est effectuée en fonction de la température et de la pression mesurées par des capteurs, et est liée à la configuration de la carte électronique. De plus, les concentrations en particules sont exprimées aux conditions ambiantes de température et de pression au moment des mesures. Par conséquent, il convient de prendre en compte les caractéristiques de ces capteurs ainsi que la dérive éventuelle de la carte électronique.

#### **4.3.3 Le milieu**

Les conditions d'environnement du site sur lequel l'appareil de mesure est placé peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil si elles varient au cours de la période de mesure et prennent des valeurs différentes de celles qu'elles avaient lors de la vérification du réglage de l'appareil de mesure. Les principales grandeurs physiques d'influence sont : la tension d'alimentation et la température environnante.

#### **4.3.4 La matière (air)**

Les caractéristiques de l'air prélevé doivent être prises en compte, car elles peuvent avoir une influence sur la réponse de l'appareil de mesure : il s'agit de la composition de l'air et de ses caractéristiques physiques auxquelles peuvent être sensibles les appareils de mesure. Les principales grandeurs d'influence sont :

- les interférents chimiques (composés (semi)volatils tels que le nitrate d'ammonium par exemple),
- les grandeurs d'influence physiques telles que la température, la pression et l'hygrométrie de l'air échantillonné.

#### **4.3.5 La main d'œuvre**

L'opérateur a une influence sur la vérification du réglage de l'appareil de mesure (expérience, respect des procédures, maintenance...).

Cette influence est déjà prise en compte dans les valeurs de certaines caractéristiques de performance, du fait de la mise en œuvre d'essais pour les déterminer tels que les essais de reproductibilité...

#### **4.3.6 Synthèse**

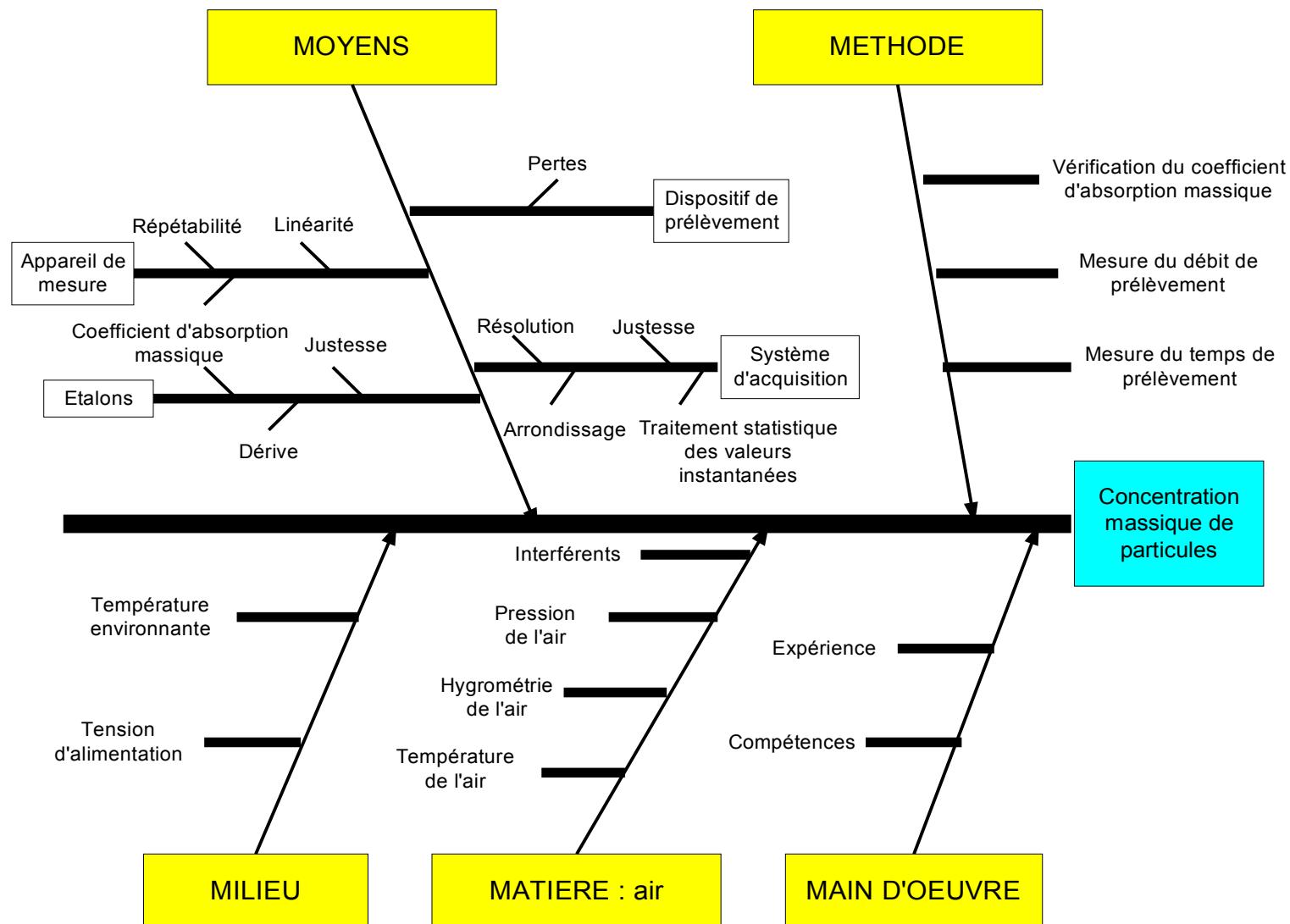


Figure 4 : Application de la méthode des « 5M » au processus de mesure des concentrations massiques journalières de particules par jauge  $\beta$

## 4.4 Modèle mathématique

Chacun des membres des équations explicitées dans ce chapitre est déterminé au paragraphe 4.5.

### 4.4.1 Expression de la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

D'après la méthode mise en œuvre et décrite au paragraphe 4.1., le modèle mathématique conduisant à la **concentration massique journalière de particules  $C_{m,j}$**  est le suivant :

$$C_{m,j} = \frac{\Delta m_j}{Q \times t} + \sum \text{Corrections} \quad (58)$$

Avec :

- $C_{m,j}$  la concentration massique journalière de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $\Delta m_j$  la masse journalière de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ), dont l'expression est donnée par l'équation (60),
- $Q$  le débit de prélèvement (en  $\text{m}^3/\text{h}$ ),
- $t$  le temps de prélèvement (en h),
- $\sum \text{Corrections}$  la somme des corrections (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), dont l'expression figure ci-après.

$$\sum \text{Corrections} = C_{\text{Système d'acquisition}} + C_{\text{Reproductibilité sur site}} + C_{\text{Moyennage}} + C_{\text{Dispositif de prélèvement}} + C_{\text{Milieu}} + C_{\text{Matière}} \quad (59)$$

Les corrections, propres à chaque appareil, doivent être évaluées. Dans certains cas, la valeur de la correction peut être nulle. Par exemple, les paramètres d'influence (facteurs d'environnement et différents) pouvant croître ou décroître au cours de la période de mesure, il est alors considéré qu'en moyenne la correction est nulle. Que la valeur de la correction soit nulle ou non, l'incertitude associée à la valeur de la correction doit être prise en compte dans le calcul de l'incertitude élargie.

**NOTE** Si les corrections ne sont pas appliquées au résultat de mesure, l'incertitude élargie associée au résultat de mesure est augmentée de la valeur des corrections (ceci est applicable pour toute correction non nulle qui n'est pas effectuée).

### 4.4.2 Expression de la masse journalière de particules collectées $\Delta m_j$ (en $\mu\text{g}$ )

La **masse journalière de particules collectées  $\Delta m_j$**  a pour expression :

$$\Delta m_j = \frac{1}{K} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) + C_{\text{Linéarité}} \quad (60)$$

Avec :

- $\Delta m_j$  la masse journalière de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ),
- $K$  le coefficient d'absorption massique qui est une constante déterminée expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil) ( $\mu\text{g}^{-1}$ ),
- $N_1$  le comptage sur le filtre vierge (en coup/s),

- $N_2$  le comptage sur le filtre empoussiéré (en coup/s),
- $C_{\text{Linéarité}}$  la correction de linéarité de la jauge  $\beta$  (en  $\mu\text{g}$ ).

## 4.5 Evaluation des incertitudes-types

Les expressions des incertitudes-types sont regroupées dans le tableau du chapitre 4.5.9

### 4.5.1 Incertitude-type sur le coefficient d'absorption massique $u(K)$ (en $\mu\text{g}^{-1}$ )

Le coefficient d'absorption massique  $K$  a pour expression :

$$\frac{1}{K} = aX \quad (61)$$

Avec :

- $K$  le coefficient d'absorption massique,
- $a$  un terme constant déterminé expérimentalement par le constructeur, propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil) et prenant en compte la surface de mesure sur le dépôt de particules. Il est considéré que l'incertitude sur ce terme constant non modifiable est nulle,
- $X$  le coefficient d'étalonnage sur lequel l'utilisateur peut agir.

L'incertitude sur le coefficient d'absorption massique ne dépend que du coefficient d'étalonnage dont la modification n'est due qu'au résultat du contrôle à l'aide d'une cale étalon de masse surfacique connue.

Dans le cas des mesures de concentrations massiques de particules par jauge  $\beta$ , la modification de la valeur du coefficient d'étalonnage lors de l'utilisation d'une cale étalon n'est pas systématique. En effet, au vu de l'expérience acquise sur la mise en œuvre des jauge radiométriques, le constructeur préconise la procédure suivante :

- Lorsque l'écart relatif entre la valeur du coefficient d'étalonnage déterminée avec la cale étalon et celle déterminée initialement en usine est inférieur ou égale à 5 %, la valeur du coefficient d'étalonnage ne doit pas être modifiée ;
- Par contre, un écart relatif supérieur à 5 % entraîne la modification du coefficient d'étalonnage.

L'incertitude-type sur le coefficient d'étalonnage peut donc être calculée :

- Soit à partir de l'erreur maximale tolérée indiquée par le constructeur, à savoir 5% du coefficient d'étalonnage ; dans ce cas, l'incertitude-type sur la constante d'étalonnage est calculée de la façon suivante :

$$u(K) = \frac{0,05 \times K}{\sqrt{3}}$$

- Soit à une valeur fixée sur la base des résultats des essais effectués par l'utilisateur ; l'incertitude-type pourra être calculée par analyse des écarts entre la valeur du coefficient d'étalonnage déterminée initialement en usine et celles déterminées lors des vérifications du réglage.

#### 4.5.2 Incertitudes-types sur les comptages $u(N_1)$ et $u(N_2)$ (en coup/s)

Il est considéré que l'incertitude-type sur les comptages est liée à la résolution et à la répétabilité de la jauge  $\beta$ .

Les écarts-types de répétabilité de la jauge  $\beta$  lors des comptages  $N_1$  sur filtre vierge et  $N_2$  après collecte de particules peuvent être calculés respectivement à partir des résultats des répétitions de la mesure sur le filtre vierge (« blanc ») et sur la cale étalon (« calibration »).

Lors des mesurages pour déterminer la répétabilité, l'influence de la résolution de la jauge  $\beta$  est incluse dans les écarts de mesure. L'incertitude-type associée aux comptages est donc posée comme étant égale à l'incertitude-type liée à la répétabilité.

Que ce soit sur le filtre vierge ou sur la cale étalon, l'incertitude-type sur la lecture du comptage  $u(N_i)$  est égale à l'écart-type des résultats des répétitions de mesure dont le nombre est fixé par l'utilisateur.

Toutefois, dans la mesure où le constructeur considère une tolérance sur l'écart-type (« blanc » et « calibration ») de 5%, il peut être défini une EMT basée sur cet écart relatif maximum toléré lors du contrôle de la jauge  $\beta$  (conformité du compteur Geiger et utilisation de cale étalon).

L'incertitude-type sur les comptages est alors posée comme étant égale à :

$$u(N_1) = u(N_2) = \frac{0,05 \bar{N}}{\sqrt{3}} \quad (62)$$

Avec :  $\bar{N}$  la valeur moyenne du comptage sur le filtre vierge ou sur la cale étalon (en coup/s).

#### 4.5.3 Incertitude-type de linéarité $u(C_{\text{Linéarité}})$ (en $\mu\text{g}$ )

La linéarité de la jauge  $\beta$  peut être contrôlée par utilisation de cales étalons de masses surfaciques différentes réparties sur une partie de la gamme de mesure de la jauge  $\beta$ , après vérification du coefficient d'absorption massique de la jauge  $\beta$ .

En règle générale, l'écart de linéarité est défini comme le résidu maximum entre les valeurs données par la droite de régression linéaire et les résultats de mesure.

Or, en utilisation habituelle, l'équation de cette droite de régression linéaire ne sert pas à corriger les valeurs mesurées. Calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité sur la base de ce résidu risque donc de minimiser sa valeur.

Il est donc préférable de calculer l'incertitude-type liée à l'écart de linéarité en prenant comme résidu maximum  $X_{lin,max}$ , l'écart maximum relatif entre la valeur mesurée de la cale étalon et la valeur « vraie » de la cale étalon. L'écart  $X_{lin,max}$  est donc exprimé en % de la masse à laquelle il a été mesuré.

Il est considéré qu'il y a une probabilité égale que l'écart de linéarité soit égal à une valeur de l'intervalle défini par  $[-X_{lin,max}; +X_{lin,max}]$ . Il est donc appliqué une loi uniforme : l'écart maximum est divisé par  $\sqrt{3}$  pour calculer l'incertitude-type due à la linéarité  $u(C_{\text{Linéarité}})$ , ce qui conduit, pour une masse de particules collectée  $\Delta m_j$ , à :

$$u(C_{\text{Linéarité}}) = \frac{X_{lin,max}}{\sqrt{3}} \times \frac{\Delta m_j}{100} \quad (63)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Linéarité}})$  l'incertitude-type liée à la linéarité (en  $\mu\text{g}$ ),
- $X_{lin,max}$  l'écart relatif maximum entre la masse mesurée et la masse « vraie » (en % de la masse surfacique mesurée lors du test de linéarité),
- $\Delta m_j$  la masse journalière de particules collectées (en  $\mu\text{g}$ ).

#### 4.5.4 Incertitude-type sur le temps de prélèvement $u(t)$ (en h)

L'incertitude-type sur le temps de prélèvement  $u(t)$  est calculée de la façon suivante en utilisant une loi uniforme :

$$u(t) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad (64)$$

Avec :

- $u(t)$  l'incertitude-type sur le temps de prélèvement (en h),
- $a$  l'erreur sur le temps de prélèvement (étendue) (en h).

L'erreur sur le temps de prélèvement  $a$  peut être prise égale à la valeur de caractéristique de performance annoncée par le fabricant à savoir 2s, ou peut être vérifiée à l'aide d'un chronomètre calé par exemple sur l'horloge parlante. **A VOIR PAR FRANCOIS**

#### 4.5.5 Incertitude-type sur le débit de prélèvement $u(Q)$ (en $\text{m}^3/\text{h}$ )

L'incertitude-type sur le débit de prélèvement  $u(Q)$  est liée à l'incertitude du débit de prélèvement donnée par le certificat d'étalonnage du moyen de référence, à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge  $\beta$ , et à la répétabilité du débit de prélèvement de la jauge  $\beta$  ce qui conduit à une incertitude-type sur le débit de prélèvement de :

$$u(Q) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage_Q)}{2}\right)^2 + (u_{Ecart Consigne})^2 + (s_{r,Qjauge\beta})^2} \quad (65)$$

Avec :

- $u(Q)$  l'incertitude-type sur le débit de prélèvement (en  $\text{m}^3/\text{h}$ ),
- $U(Etalonnage_Q)$  l'incertitude élargie de justesse sur le débit de prélèvement donnée sur le certificat d'étalonnage (en  $\text{m}^3/\text{h}$ ),
- $u_{Ecart Consigne}$  l'incertitude due à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge  $\beta$  (en  $\text{m}^3/\text{h}$ ),
- $s_{r,Qjauge\beta}$  l'écart-type de répétabilité du débit de prélèvement (en  $\text{m}^3/\text{h}$ ).

Concernant l'incertitude-type liée à l'écart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge  $\beta$ , elle peut être calculée :

- Soit à partir de l'écart maximum annoncé par le constructeur à savoir 10% ; dans ce cas, l'incertitude liée à l'écart entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et la valeur indiquée par la jauge  $\beta$  est calculée comme indiqué ci-après :

$$u_{Ecart\ Consigne} = \frac{0,10 \times Q}{\sqrt{3}}$$

- Soit à partir de l'analyse, par l'utilisateur, des écarts qu'il a observés entre la valeur donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge  $\beta$ .

#### 4.5.6 Incertitude-type due au système d'acquisition $u(C_{Système\ d'acquisition})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

L'appareil de mesure est équipé soit d'une sortie analogique soit d'une sortie numérique. La concentration mesurée est enregistrée par un système d'acquisition, puis les données sont transmises au poste central pour stockage, traitement et validation.

L'incertitude-type due au système d'acquisition est liée à l'écart que peut générer le système d'acquisition entre le signal émis en sortie de l'appareil de mesure qu'il reçoit, et celui qu'il transmet au poste central. Cet écart dépend de la résolution du système d'acquisition, de sa répétabilité et de sa justesse.

Selon que le système d'acquisition est étalonné ou qu'il est contrôlé par l'utilisateur, l'incertitude-type associée à la centrale d'acquisition prise en compte dans le budget d'incertitude est obtenue :

- A partir de l'incertitude donnée dans le certificat d'étalonnage ou le constat de vérification si la centrale est étalonnée ; il conviendra, pour calculer l'incertitude-type associée au système d'acquisition, de convertir le résultat d'étalonnage en « équivalent concentration » du mesurande considéré si la centrale est étalonnée en une autre unité (par exemple en tension).

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)}{2}\right)^2 + S_{r,Système\ d'acquisition}^2} \quad (66)$$

Avec :

- $u(C_{Système\ d'acquisition})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)$  l'incertitude élargie donnée dans le certificat d'étalonnage ou dans le constat de vérification exprimée en « équivalent concentration » (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,Système\ d'acquisition}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{U(Etalonnage\ Système\ d'acquisition)}{2}\right)^2 + \left(\frac{Rés}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (67)$$

Avec :  $Rés$  la résolution de la centrale d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

- A partir de données issues du contrôle effectué par l'utilisateur : dans ce cas il peut être défini, par exemple, une EMT basée sur l'analyse des écarts observés par l'utilisateur lors de l'utilisation de cales étalons. L'incertitude-type associée au système d'acquisition doit également tenir compte de la répétabilité calculée en réalisant des séries de simulations de transmissions de données et de la résolution du système. Cette dernière étant prise en compte lors de la détermination de la répétabilité, l'incertitude associée au système d'acquisition est alors donnée par :

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{Système\ d'acquisition}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{r,Système\ d'acquisition}^2} \quad (68)$$

Avec :

- $u(C_{Système\ d'acquisition})$  l'incertitude-type due au système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $EMT_{Système\ d'acquisition}$  l'erreur maximale admissible du système d'acquisition fixée par l'utilisateur, traduisant l'erreur de justesse maximale admissible (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $S_{r,Système\ d'acquisition}$  l'écart-type de répétabilité du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Toutefois, si l'écart-type de répétabilité de la centrale est inférieur à sa résolution, alors c'est cette dernière qui est prise en compte. Dans ce cas :

$$u(C_{Système\ d'acquisition}) = \sqrt{\left(\frac{EMT_{Système\ d'acquisition}}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{Rés}{2\sqrt{3}}\right)^2} \quad (69)$$

Avec :  $Rés$  la résolution du système d'acquisition (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

#### 4.5.7 Incertitude-type due à la reproductibilité sur site $u(C_{reproductibilité\ sur\ site})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Cette reproductibilité vise à quantifier la variabilité de fabrication du type d'appareil considéré.

Pour déterminer la reproductibilité sur site, deux jauge  $\beta$  équipées de leur dispositif de prélèvement sont installés en parallèle sur un même site, de telle sorte que la réponse de l'une n'influe pas sur la réponse de l'autre et que la durée de l'essai couvre un domaine de concentration et de variation des paramètres d'influence suffisamment large.

Pendant cette période, les écarts entre les concentrations massiques journalières de particules données par les 2 appareils dans l'air ambiant sont calculés de la façon suivante :

$$D_{f,i} = (L_{1,f})_i - (L_{2,f})_i \quad (70)$$

Avec :

- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques journalières de particules données par les 2 appareils de mesure au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $(L_{1,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique journalière de particules donnée par l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $(L_{2,f})_i$  la  $i^{\text{ème}}$  concentration massique journalière de particules donnée par l'appareil de mesure 2, correspondant à la même période que celle prise pour l'appareil de mesure 1 (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

Cette méthode permet d'évaluer les écarts entre deux appareils de mesure fonctionnant sur le principe de l'absorption du rayonnement  $\beta$  aux mêmes conditions d'environnement et de matrice, et donc de quantifier les écarts de caractéristiques de performance entre les deux instruments de

mesure qui devraient avoir les mêmes performances. Il est à noter que les écarts calculés sont liés, pour les paramètres d'influence physiques et pour les interférents, aux conditions environnementales du site sur lequel les appareils de mesure sont évalués : l'absence de certains facteurs d'influence ou une faible variation de leur valeur pendant l'essai sur site peut conduire à une sous-estimation des écarts potentiels entre les deux appareils et donc de l'écart-type de reproductibilité.

L'incertitude-type obtenue est calculée à partir des écarts en utilisant l'équation ci-après :

$$u(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n D_{f,i}^2}{2n}} \times C_{m,j} \quad (71)$$

Avec :

- $u(C_{\text{Reproductibilité sur site}})$  l'incertitude-type due à la reproductibilité sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $D_{f,i}$  l'écart entre les concentrations massiques journalières données par les 2 appareils de mesure dans l'air ambiant au  $i^{\text{ème}}$  mesurage parallèle (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $L$  la concentration massique moyenne durant l'essai sur site (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $n$  le nombre de mesures faites en parallèle,
- $C_{m,j}$  la concentration massique journalière de particules (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).

#### 4.5.8 Incertitudes-types dues au moyennage des mesures $u(C_{\text{Moyennage}})$ , au dispositif de prélèvement $u(C_{\text{Dispositif de prélèvement}})$ , au milieu $u(C_{\text{Milieu}})$ et à la matière $u(C_{\text{Matière}})$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents en se basant sur la démarche développée par le GUM correspond à une approche « théorique ». Cependant, dans cette approche, il est parfois difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées, notamment :

- Au moyennage des mesures (écart de réponse de l'appareil de mesure obtenu lorsqu'on observe des variations à court terme de la concentration de particules dans l'air prélevé par rapport à la réponse qui serait obtenue pour la mesure d'un niveau constant et équivalent à la moyenne des variations de concentration),
- Au dispositif de prélèvement,
- Au milieu (Influence de la température environnante et de la tension d'alimentation),
- A la matière (Influence des interférents ; influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz).

En effet, pour pouvoir évaluer les incertitudes-types liées au moyennage des mesures, au dispositif de prélèvement, au milieu et à la matière, il faudrait pouvoir, par exemple, disposer d'un générateur délivrant des concentrations connues et stables de particules. Or, à l'heure actuelle, comme il n'existe pas de générateur répondant à ces spécifications, les incertitudes-types citées ci-dessus ne peuvent pas être déterminées individuellement.

Une voie possible pour évaluer l'impact de ces composantes est de comparer l'incertitude globale calculée selon la méthode GUM à l'intervalle de confiance obtenu par des essais d'intercomparaison sur site. L'écart entre les résultats de l'approche GUM sans la prise en compte des composantes citées ci-dessus et des d'essais d'intercomparaison peut donner un ordre de grandeur de la contribution dans l'incertitude de l'effet de moyennage, du dispositif de prélèvement et des facteurs d'influence (facteurs environnementaux et interférents). Cette comparaison des résultats ne peut

toutefois donner qu'un ordre de grandeur, car lors des essais sur site, tous les facteurs d'influence ne sont pas forcément présents ou leur variation peut être limitée pendant les essais.

#### 4.5.9 Tableau récapitulatif des éléments nécessaires et de leur source pour l'estimation des incertitudes-types

Dans le tableau qui suit sont récapitulés les éléments nécessaires pour estimer les incertitudes-types associées au processus de mesure des particules par jauge  $\beta$ .

**Tableau 3** : Paramètres pris en compte dans le budget d'incertitude de la méthode de mesure par jauge radiométrique  $\beta$

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviation	Unité	Source de l'estimation des éléments
Coefficient d'absorption massique	Justesse	$u(K)$	$\mu\text{g}^{-1}$	EMT Equation 61
Comptage sur le filtre vierge	Répétabilité	$u(N_1)$	coup/s	EMT+ test « blanc » réalisé par l'utilisateur Equation 62
Comptage sur la cale étalon	Répétabilité	$u(N_2)$	coup/s	EMT + test « calibration » réalisé par l'utilisateur Equation 62
Ecart de linéarité	Résidu maximum pour les masses mesurées différentes de zéro	$u(C_{\text{Linéarité}})$	$\mu\text{g}$	Test réalisé par l'utilisateur Equation 63
Temps de prélèvement	Etendue	$u(t)$	min	Equation 64
Débit de prélèvement	Justesse Ecart entre la valeur de débit donnée par le dispositif d'étalonnage et celle indiquée par la jauge $\beta$ Répétabilité du débit de prélèvement	$u(Etalonnage_{Q_{\text{étal}}})$ $u(Ecart_{Consigne})$ $s_{r,jauge \beta}$ $u(Q)$	$\text{m}^3/\text{h}$ $\text{m}^3/\text{h}$ $\text{m}^3/\text{h}$ $\text{m}^3/\text{h}$	Certificat d'étalonnage EMT fixée par le constructeur Test réalisé par l'utilisateur Equation 65

Caractéristique métrologique ou paramètre d'influence	Eléments nécessaires pour l'évaluation de l'incertitude-type	Abréviaction	Unité	Source de l'estimation des éléments
Système d'acquisition	Justesse	$u(Etalonnage_{Système\ d'acquisition})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Certificat d'étalonnage
	Répétabilité	$s_{r, \text{Système\ d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
		$u(C_{Système\ d'acquisition})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Equations 66 et 67
	Justesse	$EMT_{Système\ d'acquisition}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	EMT déterminée avec les données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
Reproductibilité sur site	Répétabilité	$s_{r, \text{Système\ d'acquisition}}$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Données issues du contrôle effectué par l'utilisateur
		$u(C_{Reproductibilité\ sur\ site})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Equations 68 et 69
Reproductibilité sur site	Ecart-type de reproductibilité			
Moyennage des mesures	-	$u(C_{Moyennage})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Dispositif de prélèvement	Absorption dans le système de prélèvement	$u(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide
Facteurs d'influence				
Milieu (Température environnante et tension d'alimentation)	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	$u(C_{Milieu})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	
Matière (Interférents ;influence de la pression, température, hygrométrie du gaz)		$u(C_{Matière})$	$\mu\text{g}/\text{m}^3$	Non évaluable au jour de l'élaboration du présent guide

## 4.6 Calcul de l'incertitude-type composée

### 4.6.1 Pour la concentration massique journalière de particules $C_{m,j}$ (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )

Comme vu au chapitre 4.4.1, la variance  $u^2(C_{m,j})$  sur la concentration massique journalière de particules est fonction de :

$$u^2(C_{m,j}) = f(\Delta m_j, Q, t, \sum \text{Corrections})$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes aux équations (58) et (59) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,j}) &= \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial \Delta m_j} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial Q} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial t} \right)^2 \times u^2(t) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) + \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Moyennage}}) + \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) \\ &+ \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Matière}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Matière}}) + \left( \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Milieu}}} \right)^2 \times u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (72)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial \Delta m_j} = \frac{1}{Q \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial Q} = \frac{-\Delta m_j}{Q^2 \times t}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial t} = \frac{-\Delta m_j}{Q \times t^2}$$

$$\frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Reproductibilité sur site}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Système d'acquisition}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Moyennage}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Dispositif de prélèvement}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Matière}}} = \frac{\partial C_{m,j}}{\partial C_{\text{Milieu}}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (72) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(C_{m,j}) &= \left( \frac{1}{Q \times t} \right)^2 \times u^2(\Delta m_j) + \left( \frac{-\Delta m_j}{Q^2 \times t} \right)^2 \times u^2(Q) + \left( \frac{-\Delta m_j}{Q \times t^2} \right)^2 \times u^2(t) + u^2(C_{\text{Système d'acquisition}}) \\ &+ u^2(C_{\text{Reproductibilité sur site}}) + u^2(C_{\text{Moyennage}}) + u^2(C_{\text{Dispositif de prélèvement}}) + u^2(C_{\text{Matière}}) + u^2(C_{\text{Milieu}}) \end{aligned} \quad (73)$$

Avec :

- $u^2(C_{m,j})$  la variance sur la concentration massique journalière de particules,
- $\Delta m_j$  la masse journalière de particules collectées ( $\mu\text{g}$ ),
- $Q$  le débit de prélèvement,

- $t$  le temps de prélèvement,
- $u^2(\Delta m_j)$  la variance sur la masse journalière de particules collectées,
- $u^2(Q)$  la variance sur le débit de prélèvement,
- $u^2(t)$  la variance sur le temps de prélèvement,
- $u^2(C_{Système\ d'acquisition})$  la variance due au système d'acquisition,
- $u^2(C_{Reproductibilité\ sur\ site})$  la variance due à la reproductibilité sur site,
- $u^2(C_{Moyennage})$  la variance due au moyennage des mesures,
- $u^2(C_{Dispositif\ de\ prélèvement})$  la variance due à l'influence du dispositif de prélèvement,
- $u^2(C_{Matière})$  la variance due à l'influence de la matière,
- $u^2(C_{Milieu})$  la variance due à l'influence du milieu.

#### 4.6.2 Pour la masse journalière de particules collectées $\Delta m_j$ (en $\mu\text{g}$ )

Comme vu au chapitre 4.4.2, la variance  $u^2(\Delta m_j)$  sur la masse journalière de particules collectées est fonction de :

$$u^2(\Delta m_j) = f(K, N_1, N_2, Corrections)$$

L'application de la loi de propagation des incertitudes à l'équation (60) conduit à :

$$\begin{aligned} u^2(\Delta m_j) &= \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial K} \right)^2 \times u^2(K) + \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right)^2 \times u^2(N_1) + \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right)^2 \times u^2(N_2) + \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial C_{Linéarité}} \right)^2 \times u^2(C_{Linéarité}) \\ &\quad + 2 \times \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} \right) \times \left( \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) \end{aligned} \quad (74)$$

Le calcul des coefficients de sensibilité conduit à :

$$\frac{\partial \Delta m_j}{\partial K} = -\frac{1}{K^2} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_1} = \frac{1}{K N_2} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial N_2} = \frac{-N_1}{K N_2^2} \quad \text{et} \quad \frac{\partial \Delta m_j}{\partial C_{Linéarité}} = 1$$

En tenant compte des expressions des coefficients de sensibilité, l'équation (74) est donc équivalente à :

$$\begin{aligned} u^2(\Delta m_j) &= \left( \frac{-1}{K^2} \ln\left(\frac{N_1}{N_2}\right) \right)^2 \times u^2(K) + \left( \frac{1}{K N_2} \right)^2 \times u^2(N_1) + \left( \frac{-N_1}{K N_2^2} \right)^2 \times u^2(N_2) \\ &\quad + 2 \times \left( \frac{1}{K N_2} \right) \times \left( \frac{-N_1}{K N_2^2} \right) \times u(N_1) \times u(N_2) + u^2(C_{Linéarité}) \end{aligned} \quad (75)$$

Avec :

- $u^2(\Delta m_j)$  la variance sur la masse journalière de particules collectées,
- $K$  le coefficient d'absorption massique (qui est une constante déterminée expérimentalement par le constructeur et propre à chaque instrument (car dépendant notamment des caractéristiques du compteur Geiger-Muller équipant l'appareil)),
- $N_1$  le comptage sur le filtre vierge (test « blanc »),
- $N_2$  le comptage sur la cale étalon (test « calibration »),
- $u^2(K)$  la variance sur le coefficient d'absorption massique,
- $u^2(N_1)$  la variance sur le comptage sur le filtre vierge,
- $u^2(N_2)$  la variance sur le comptage sur la cale étalon,
- $u^2(C_{\text{Linéarité}})$  la variance de linéarité.

#### 4.7 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement  $k$  généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  sont calculées comme suit :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2(C_{m,j})} \quad (76)$$

$$U_{\text{rel}}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (77)$$

Avec :

- $U(C_{m,j})$  l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $u(C_{m,j})$  l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $k$  le facteur d'élargissement,
- $U_{\text{rel}}(C_{m,j})$  l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules  $C_{m,j}$  (en %).

Une application numérique est donnée en Annexe C.

## 5 Exploitation des données sur site

### 5.1 Introduction

Le calcul d'incertitude tel que présenté dans les chapitres précédents correspond à une approche « théorique ». Dans cette approche GUM, outre les composantes liées aux effets de moyennage, au dispositif de prélèvement et aux facteurs d'influence physiques et chimiques qui ne sont actuellement pas quantifiées en raison de l'absence de générateur de particules, il est difficile d'appréhender certaines composantes d'incertitude liées par exemple à la mise en œuvre de la mesure, à l'opérateur, au vieillissement des appareils pouvant conduire à l'évolution des caractéristiques de performance... Des essais d'intercomparaison peuvent permettre de donner un ordre de grandeur à la contribution des composantes citées ci-dessus, par comparaison du résultat obtenu avec l'approche GUM sans leur prise en compte dans le calcul du budget d'incertitude, au résultat obtenu lors d'essais d'intercomparaison avec une autre méthode de mesure.

Toutefois, l'approche par essais sur site présente également une limite dans la mesure où le résultat est étroitement lié aux conditions d'environnement et de matrice lors des essais. Une variation limitée des paramètres d'influence pendant les essais peut conduire à une sous-estimation de l'incertitude.

La méthode consiste à faire une comparaison entre la mesure au moyen d'un appareil automatique et un système de mesure ayant le statut de référence (méthode gravimétrique de référence), prélevant dans des conditions identiques et sur le même site ; cette approche permet d'évaluer l'incertitude de la méthode de mesure automatique en se basant sur les écarts de mesure par rapport à la méthode de référence et sur l'incertitude de la mesure de référence.

### 5.2 Représentativité des essais sur site

Les mesures doivent couvrir une période suffisamment longue de manière à prendre en compte des fluctuations des paramètres météorologiques et des épisodes de pollution particulaire plus ou moins forte. De même, les sites utilisés doivent être représentatifs des conditions typiques rencontrées. Ces conditions peuvent être résumées de la façon suivante :

- Composition de l'aérosol, avec notamment des concentrations variées (faible à élevée) en composés semi-volatils, de façon à observer l'impact maximum de la perte en ce type de composés,
- Humidité de l'air et température atmosphérique variées (faible à élevée) de façon à observer l'impact maximum de ces paramètres sur la perte en composés semi-volatils durant la période de prélèvement,
- Vitesse de vent variée (faible à élevée) de façon à observer l'influence de la tête de prélèvement.

NOTE La France utilise un système de classification de stations de mesure de la qualité de l'air ambiant, basé sur le principe de respect de critères d'implantation communs dont on peut supposer qu'il est un élément important assurant une comparabilité entre sites appartenant à la même catégorie.

### 5.3 Méthode d'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats des essais d'intercomparaison à la méthode de référence

#### 5.3.1 Détermination de l'incertitude-type de la méthode automatique

L'évaluation de l'incertitude de mesure en utilisant les résultats d'essais d'intercomparaison à la méthode de référence s'est appuyée sur le guide « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » [4]. Ce guide, élaboré par un groupe d'experts européens, a pour objectif de définir la procédure à suivre pour démontrer l'équivalence entre une technique de mesure et une méthode de référence pour tous les polluants réglementés.

Dans le cas des particules, les essais consistent à effectuer des mesures simultanées entre deux appareils automatiques et deux préleveurs séquentiels de référence, prélevant dans des conditions identiques et sur le même site, de telle sorte que la réponse de l'un n'influe pas sur la réponse des autres. L'essai doit être mis en œuvre sur plusieurs sites de typologie différente et dans des conditions ambiantes variées.

La démonstration d'équivalence d'une méthode candidate : ici les méthodes automatiques par TEOM, TEOM/FDMS ou jauge  $\beta$ , à une méthode de référence : la méthode gravimétrique au moyen de préleveurs séquentiels sur filtre - implique le respect, pour chacune des méthodes, de critères de dispersion intra-méthode. Elle prévoit également une évaluation de l'incertitude de la méthode candidate par rapport à la méthode de référence ; cette incertitude doit être inférieure au seuil d'incertitude fixé par la Directive européenne pour les particules.

Il s'agit d'une incertitude traduisant l'écart de la méthode candidate par rapport à la méthode de référence, en prenant en compte les erreurs aléatoires de la méthode de référence, et en supposant qu'il existe une relation linéaire entre les résultats des deux méthodes de mesure.

La relation entre la moyenne des mesures fournies par les appareils automatiques et celle fournie par les préleveurs séquentiels de référence est décrite par une relation linéaire de la forme :

$$C_{m,j} = a + b \times x_j \quad (78)$$

Avec :

- $x_j$  la concentration massique journalière fournie par le préleveur séquentiel de référence,
- $a$  l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- $b$  la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$  la concentration massique journalière fournie par un appareil automatique.

La somme des résidus au carré de la régression linéaire orthogonale  $RSS$  est ensuite calculée en utilisant l'équation suivante :

$$RSS = \sum_{i=1}^n (C_{m,j} - a - b \times x_j)^2 \quad (79)$$

Avec :

- $RSS$  la somme des résidus au carré de la régression linéaire orthogonale,
- $x_j$  la concentration massique journalière fournie par le préleveur séquentiel de référence,
- $a$  l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- $b$  la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$  la concentration massique journalière fournie par un appareil automatique.

L'incertitude-type sur la méthode automatique de mesure des concentrations en particules est évaluée par l'équation suivante :

$$u^2 (C_{m,j}) = \frac{RSS}{(n-2)} - u^2 (x_j) + [a + (b-1) \times x_j]^2 \quad (80)$$

Avec :

- $u(C_{m,j})$  l'incertitude-type sur la méthode automatique de mesure des concentrations en particules (microbalance ou jauge  $\beta$ ),
- $RSS$  la somme des résidus au carré de la régression orthogonale,
- $u(x_j)$  l'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence), dont l'expression est donnée par l'équation (81),
- $a$  l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- $b$  la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $C_{m,j}$  les concentrations massiques journalières fournies par l'appareil automatique (microbalance ou jauge  $\beta$ ).

L'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence) peut être estimée en considérant qu'elle est égale à la valeur de la répétabilité intra-méthode  $u_{bs}$ , soit :

$$u(x_j) = u_{bs} = \sqrt{\frac{\sum (x_{j,1} - x_{j,2})^2}{2n}} \quad (81)$$

Avec :

- $u(x_j)$  l'incertitude-type de la méthode de référence (préleveur séquentiel de référence) (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $u_{bs}$  l'incertitude-type de répétabilité intra-méthode (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $x_{j,1}$  et  $x_{j,2}$  les résultats de deux mesures journalières réalisées en parallèle avec la méthode de référence (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $n$  le nombre de prélèvements journaliers réalisés.

### 5.3.2 Expression finale du résultat

L'incertitude élargie est obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un coefficient d'élargissement  $k$  généralement pris égal à 2.

L'incertitude élargie absolue (exprimée en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) et l'incertitude élargie relative (exprimée en % de la concentration) associée à la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  sont calculées comme suit :

$$U(C_{m,j}) = k \times \sqrt{u^2 (C_{m,j})} = 2 \times \sqrt{u^2 (C_{m,j})} \quad (82)$$

$$U_{rel}(C_{m,j}) = \frac{U(C_{m,j})}{C_{m,j}} \times 100 \quad (83)$$

Avec :

- $U(C_{m,j})$  l'incertitude élargie absolue associée à la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $u(C_{m,j})$  l'incertitude-type combinée de la concentration massique journalière de particules collectées  $C_{m,j}$  (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ),
- $k$  le facteur d'élargissement,
- $U_{rel}(C_{m,j})$  l'incertitude élargie relative associée à la concentration massique journalière de particules  $C_{m,j}$  (en %).

La réglementation fixe un seuil d'incertitude relative à respecter au niveau de la valeur limite journalière en  $\text{PM}_{10}$  : l'incertitude ne doit pas dépasser 25% de la valeur limite journalière égale à  $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ .

En ce qui concerne les  $\text{PM}_{2,5}$ , il n'existe pas au moment de la rédaction du présent guide de valeur limite journalière. L'incertitude relative est calculée pour une valeur cible annuelle de  $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , valeur envisagée pour la future Directive.

#### 5.4 Exemples d'application du guide pour la détermination de l'incertitude de méthodes automatiques par comparaison à la méthode de référence

Le guide a été appliqué pour comparer les mesures :

- par microbalance à variation de fréquence (TEOM),
- par microbalance à variation de fréquence associé à un module FDMS (TEOM-FDMS),
- par jauge par absorption de rayonnement  $\beta$  avec module de correction?,

aux mesures de référence par gravimétrie.

Deux campagnes de comparaison ont été effectuées en France : en 2005 à Bobigny et en 2006 à Marseille. Lors de ces campagnes, les appareils suivants ont été testés :

- deux dispositifs de mesure gravimétrique de référence pour  $\text{PM}_{10}$  et pour  $\text{PM}_{2,5}$ ,
- deux microbalances à variation de fréquence (TEOM) pour  $\text{PM}_{10}$  et pour  $\text{PM}_{2,5}$  à Bobigny et deux microbalances pour les  $\text{PM}_{10}$  à Marseille,
- deux microbalances à variation de fréquence associées à un module FDMS pour  $\text{PM}_{10}$  et pour  $\text{PM}_{2,5}$ ,
- deux jauge MP101M-RST par absorption de rayonnement  $\beta$  pour  $\text{PM}_0$ .

Il a également été réalisé avec les jauge radiométriques  $\beta$ , une campagne à Aarschot (Belgique) en collaboration avec des organismes belges de la mesure de la qualité de l'air, et une campagne à Monterotondo (Italie) à la demande du fabricant de l'appareil. Cette campagne a été mise en œuvre par le Laboratoire National de Référence dans le domaine de la qualité de l'air en Italie (Consiglio Nazionale delle Ricerche, Istituto sull'Inquinamento Atmosferico). Pour ces deux campagnes, il a été utilisé des appareils de référence de modèle différent de ceux mis en œuvre pour les campagnes de Bobigny et de Marseille.

Les campagnes d'intercomparaison des microbalances à variation de fréquence associées à un module FDMS et des jauge radiométriques par absorption de rayonnement  $\beta$  font l'objet de rapports [5], [6], [7].

Des campagnes similaires ont été menées en Angleterre [8] sur 4 sites, en hiver et en été. Sept dispositifs de mesure ont fait l'objet de la mise en application du « guide équivalence », dont :

- une microbalance à variation de fréquence (TEOM) pour  $PM_{10}$ ,
- une microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS (TEOM/FDMS) pour les particules pour  $PM_{10}$  et le même dispositif pour les particules pour  $PM_{2,5}$ ,
- une jauge par absorption de rayonnement  $\beta$  (SM200) pour  $PM_{10}$ .

Les valeurs d'incertitude élargie relatives estimées lors des 8 campagnes de mesure pour ces dispositifs sont données en parallèle aux résultats obtenus en France.

#### 5.4.1 Evaluation de l'incertitude de la mesure par microbalance à variation de fréquence par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

##### 5.4.1.1 Campagnes d'intercomparaison menées par la France

Pour les campagnes menées en France, il est à noter que dans le cas de la microbalance à variation de fréquence, le guide n'a pas été appliqué en tout point, car un seul dispositif de mesure par microbalance à variation de fréquence a été mis en place. Les valeurs mesurées ont donc été prises en compte comme si elles correspondaient à la moyenne des couples de mesures de 2 dispositifs de mesure.

Dans le tableau 4 qui suit sont récapitulées les incertitudes élargies absolues et relatives obtenues au niveau de la valeur limite journalière lors des deux campagnes de mesure, à Bobigny et à Marseille pour  $PM_{10}$ . Le tableau 5 synthétise les résultats obtenus à Bobigny pour  $PM_{2,5}$ .

Le guide indique que les données doivent être telles que :

- La pente ne doit pas être significativement différente de 1 c'est à dire :  $|b - 1| \leq 2 \times u(b)$
- L'ordonnée à l'origine ne doit pas être significativement différente de 0 c'est à dire :  $|a| \leq 2 \times u(a)$

Avec :

- $a$  l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire orthogonale,
- $u(a)$  l'incertitude-type associée à l'ordonnée à l'origine de la régression,
- $b$  la pente de la régression linéaire orthogonale,
- $u(b)$  l'incertitude-type associée à la pente de la régression.

Si ce n'est pas le cas, des corrections doivent être apportées sur la pente et/ou sur l'ordonnée à l'origine. Il a été appliqué une correction sur la pente seule, puis une correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine afin de voir l'impact de ces corrections sur les valeurs des incertitudes.

**Tableau 4** : Incertitudes élargies de la mesure des  $PM_{10}$  par TEOM estimées lors des campagnes menées à Bobigny et Marseille

	Campagne à Bobigny		Campagne à Marseille	
	$U_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$U_{rel}(C_{m,j})$ %	$U_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$U_{rel}(C_{m,j})$ %
Sans correction	40,6	81,0	23,8	47,5
Correction sur la pente	13,8	27,2	12,0	24,0
Correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine	12,6	25,0	11,4	22,9

**Tableau 5** : Incertitudes élargies de la mesure des PM<sub>2,5</sub> par TEOM estimées lors de la campagne menée à Bobigny (au niveau de concentration 25 µg/m<sup>3</sup>)

	U <sub>c</sub> (C <sub>m,j</sub> ) µg/m <sup>3</sup>	U <sub>rel</sub> (C <sub>m,j</sub> ) %
Sans correction	21,2	84,5
Correction sur la pente	14,0	56,3
Correction sur la pente et sur l'ordonnée à l'origine	10,0	39,8

Pour les particules PM<sub>10</sub>, sans correction de pente et d'ordonnée à l'origine de la régression, l'incertitude élargie relative au niveau de la valeur limite journalière est bien supérieure au seuil réglementaire fixé à 25% à 50 µg/m<sup>3</sup>, pour les deux campagnes de mesure.

Dans le cas de la campagne de 2006, l'incertitude élargie relative est toutefois moins élevée que pour la précédente. Cela s'explique par le fait que l'incertitude de la méthode automatique est liée à l'incertitude de la méthode de référence (sensiblement la même lors des deux campagnes de mesures) et aux écarts entre la méthode automatique et la méthode de référence. Or, en 2005, ces écarts étaient plus importants en raison probablement de conditions environnementales différentes.

Les corrections de l'ordonnée à l'origine et de la pente de l'équation de la régression linéaire, diminuent nettement les incertitudes élargies relatives et permettent de respecter le critère d'incertitude réglementaire. La limite de ces corrections est que les écarts entre méthode automatique et méthode de référence dépendent des conditions environnementales et notamment de la fraction volatile des particules, comme en témoignent les écarts d'incertitude entre 2005 et 2006 avant corrections. Ces corrections ne peuvent donc pas être appliquées à tous les sites et quelles que soient les conditions environnementales.

Pour les particules PM<sub>2,5</sub>, l'incertitude élargie relative au niveau de concentration 25 µg/m<sup>3</sup> est du même ordre de grandeur que celle obtenue pour les PM<sub>10</sub> à 50 µg/m<sup>3</sup>.

#### 5.4.1.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

Les incertitudes élargies obtenues lors des 8 campagnes de mesure avec les TEOM PM<sub>10</sub> sont présentées dans le tableau 6. Il s'agit des incertitudes calculées lorsqu'il est appliqué aux résultats l'équation  $1,03 \times X + 3$  µg/m<sup>3</sup>, où X est la concentration massique mesurée. Puis, les incertitudes ont été calculées en faisant une correction sur la pente et l'ordonnée à l'origine.

**Tableau 6** : Incertitudes élargies de la mesure des PM<sub>10</sub> par TEOM estimées lors des campagnes menées en Angleterre

	U <sub>rel</sub> (C <sub>m,j</sub> ) en %	
	PM <sub>10</sub> - Données non corrigées	PM <sub>10</sub> - Données corrigées
Site 1 : Birmingham – campagne d'hiver	76,3	20,8
Site 1 : Birmingham – campagne d'été	85,5	34,7
Site 2 : Teddington – campagne d'hiver	71,9	21,6
Site 2 : Teddington – campagne d'été	81,6	30,5
Site 3 : Bristol – campagne d'été	52,6	30,6
Site 3 : Bristol – campagne d'hiver	53,5	36,8
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	41,1	50,6
Site 4 : East Kilbride – campagne d'hiver	54,8	38,7
Ensemble des données des 8 campagnes	65,9	23,2

Les résultats sont similaires à ceux obtenus en France avec une incertitude élargie au niveau de la valeur limite journalière bien supérieure à 25%, et une baisse de cette incertitude lorsqu'il est effectué une correction sur la pente et l'ordonnée à l'origine de la régression linéaire. Mais, même avec la correction, l'incertitude reste supérieure au critère de performance exigé par la réglementation pour la plupart des campagnes de mesure.

#### 5.4.1.3 Comparaison de l'incertitude élargie relative à celle calculée par l'approche GUM

L'incertitude élargie relative estimée par comparaison avec la méthode gravimétrique de référence est beaucoup plus élevée que celle évaluée par application du GUM en annexe A. Ce qui montre que dans les paramètres d'influence de la méthode de mesure qui ne peuvent pas être quantifiés par l'approche GUM, certains ont un impact important sur le résultat de mesurage.

C'est le cas de la sous-estimation des concentrations mesurées par le TEOM du fait de la non prise en compte des particules volatiles.

#### 5.4.2 Evaluation de l'incertitude de la mesure par microbalance à variation de fréquence associée à un module FDMS, par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

##### 5.4.2.1 Campagnes d'intercomparaison menées par la France

Les valeurs des incertitudes évaluées pour  $PM_{10}$  au niveau  $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$  et pour  $PM_{2,5}$  au niveau  $25 \mu\text{g}/\text{m}^3$  sont synthétisées dans le tableau 7 ci-dessous.

**Tableau 7** : Incertitudes de la mesure des  $PM_{10}$  et des  $PM_{2,5}$  par TEOM-FDMS estimées lors des campagnes menées à Bobigny et Marseille

	Campagne à Bobigny		Campagne à Marseille	
	$U_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$U_{rel}(C_{m,j})$ %	$U_c(C_{m,j})$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$	$U_{rel}(C_{m,j})$ %
$PM_{10}$	9,0	17,9	6,8	13,6
$PM_{2,5}$	4,2	16,7	4,8	19,0

##### 5.4.2.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

**Tableau 8** : Incertitudes de la mesure des  $PM_{10}$  et des  $PM_{2,5}$  par TEOM-FDMS estimées lors des campagnes menées en Angleterre

	$U_{rel}(C_{m,j})$ en %	
	$PM_{10}$	$PM_{2,5}$
Site 1 : Birmingham – campagne d'hiver	6,4	28,6
Site 1 : Birmingham – campagne d'été	17,0	12,5
Site 2 : Teddington – campagne d'hiver	10,6	22,6
Site 2 : Teddington – campagne d'été	15,7	17,3
Site 3 : Bristol – campagne d'été	18,8	15,5
Site 3 : Bristol – campagne d'hiver	10,6	19,5
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	12,2	14,1
Site 4 : East Kilbride – campagne d'hiver	18,5	33,2
Ensemble des données des 8 campagnes	9,1	19,3

Les campagnes menées en France ont conduit à une incertitude élargie relative inférieure à 20% pour les PM<sub>10</sub> à 50 µg/m<sup>3</sup> et pour les PM<sub>2,5</sub> à 25 µg/m<sup>3</sup>.

Les résultats en Angleterre sont similaires, excepté pour deux campagnes pour les PM<sub>2,5</sub> qui sont de l'ordre de 30%. Les explications données [8] permettent de considérer quand même la méthode comme équivalente.

#### 5.4.2.3 Comparaison de l'incertitude élargie relative à celle calculée par l'approche GUM

A compléter

#### 5.4.3 Evaluation de l'incertitude de la mesure par jauge radiométrique par absorption de rayonnement $\beta$ , par comparaison à la méthode gravimétrique de référence

##### 5.4.3.1 Campagnes d'intercomparaison menées par la France

Les valeurs d'incertitude élargie relative avec l'analyseur MP101M-RST sont données dans le tableau 9.

**Tableau 9** : Incertitudes de la mesure des PM<sub>10</sub> par jauge  $\beta$  « MP101M-RST » estimées lors des campagnes menées par la France

	U <sub>rel</sub> (C <sub>m,j</sub> ) en %
Bobigny	13,2
Marseille	13,2
Aarschot (Belgique)	13,8
Monterotondo (Italie)	12,8

Pour les différentes conditions ambiantes et de matrice rencontrées au cours des 4 campagnes de mesure, l'incertitude élargie relative est comprise entre 12,8 et 13,8% à une concentration en PM<sub>10</sub> de 50 µg/m<sup>3</sup>.

##### 5.4.3.2 Campagnes d'intercomparaison menées par l'Angleterre

Les tests de comparaison à la méthode de référence ont été réalisés avec l'analyseur SM200  $\beta$  d'OPSIS.

Les valeurs d'incertitude élargie relative sont données dans le tableau 10.

**Tableau 10** : Incertitudes de la mesure des PM<sub>10</sub> par jauge  $\beta$  « SM200  $\beta$  » estimées lors des campagnes menées par l'Angleterre

	U <sub>rel</sub> (C <sub>m,j</sub> ) en %
Site 1 : Birmingham – campagne d'été	15,9
Site 2 : Teddington – campagne d'été	11,5
Site 3 : Bristol – campagne d'été	15,4
Site 3 : Bristol – campagne d'hiver	20,7
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	36,3
Site 4 : East Kilbride – campagne d'été	16,1
Ensemble des données des 8 campagnes	16,5

L'incertitude élargie relative avec l'analyseur SM200  $\beta$  d'OPSIS est sensiblement plus élevée que celle obtenue avec l'analyseur MP101M-RST. Elle est comprise entre 11,6 et 20,7% si l'on écarte la campagne d'été à East Kilbride pour laquelle le résultat s'explique par des dysfonctionnements d'appareil. Elle est donc considérée dans le rapport comme inférieure au critère de performance à respecter.

#### **5.4.3.3 Comparaison de l'incertitude élargie relative à celle calculée par l'approche GUM**

En annexe C, l'application numérique de l'approche GUM pour un analyseur MP101M-RST conduit à une incertitude élargie de 17% au niveau de concentration. Même si certaines composantes identifiées comme pouvant avoir une influence sur la mesure ne sont pas quantifiées, ce résultat est tout à fait cohérent avec l'incertitude élargie relative déterminée par les essais d'intercomparaison sur site. Ce qui laisse supposer que les paramètres non quantifiés n'ont pas une influence prépondérante.

## Annexe A Application numérique (TEOM)

Un exemple de calcul de l'incertitude associée au mesurage de la concentration massique des particules en utilisant une microbalance à variation de fréquence est présenté ci-après.

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par le LCSQA,
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

## Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse horaire de particules prélevées

Massé horaire de particules  $m_H$  :

**19712.66 µg**

Grandeur d'entrée $X_i$ du modèle mathématique	Valeur de $X_i$	Contributions à $u(X_i)$ : caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i).C_i $
$f_2$	327.3184785	Répétabilité de la fréquence d'oscillation de la micro-balance après collection de particules	0.10 % de la fréquence	Répétabilité déterminée à partir de 3 pesées successives de filtres étalons par le TEOM	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Juillet 1998)	A	-	0.33	-1.02E-03	-3.34E-04
$f_1$	348.5086065	Répétabilité de la fréquence d'oscillation initiale de la micro-balance avant collection de particules	0.10 % de la fréquence	Répétabilité déterminée à partir de 3 pesées successives de filtres étalons par le TEOM	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Juillet 1998)	A	-	0.35	8.46E-04	2.95E-04
$K_0$	17912	Constante d'étalonnage	2.50 % de $K_0$	Préconisations du constructeur		B	Uniforme	258.54	1.10E-06	2.85E-04
$C_{\text{Linéarité}}$	0	Ecart de linéarité	3.00 % de la masse	Essais de linéarité réalisés avec des dépôts de NaCl	Essais LNE (Rapport LNE/LCSQA de Décembre 2002)	A	-	3.41E-04	1	3.41E-04
										Covariance -1.97E-07

**VARIANCE  $u^2(m_H)$**

**INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE  $u(m_H)$**

**1.99E-07 g<sup>2</sup>**  
**446.19 µg**

### Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique horaire de particules

Concentration massique horaire de particules  $C_{m,H}$  :

**50.0  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

Grandeur d'entrée $X_i$ du modèle mathématique	Valeur de $X_i$	Contributions à $u(X_i)$ : caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i)C_i $	Contribution à l'incertitude-type sur $C_{m,H}$ (en %)
$m_H$	19712.66	Masse quart-horaire de particules prélevées	446.19 $\mu\text{g}$	-	Tableau $m_H$	-	-	446.19	2.31E-03	1.03	2.4
$t$	3600	Temps de prélèvement	2 $\text{s}$	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.58	-1.27E-02	-0.01	0.0
$Q$	1.20E-01	Débit de prélèvement	4.56E-03 $\text{m}^3/\text{s}$	Données AASQA		B	Uniforme	4.56E-03	-3.80E+02	-1.73	6.8
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	-	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	0.8
		Répétabilité du système d'acquisition									
$C_{\text{Reproductibilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	12.60 % de la conc.	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais AIRPARIF (Site 4)	A	-	6.30	1	6.30	90.0
$C_{\text{Moyennage}}$	0	Erreur de moyennage	- % de la conc.	Essai en laboratoire qui consiste à comparer la réponse de l'appareil selon que la concentration de particules est constante ou varie en échelons	-	Non évaluable pour l'instant					
$C_{\text{Dispositif de prélèvement}}$	0	Adsorption dans le système de prélèvement	- % de la conc.	Injection d'une concentration connue de particules avec et sans système de prélèvement	-	Non évaluable pour l'instant					
Facteurs d'influence	0	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	- % de la conc.	Influence de la température environnante, de la tension d'alimentation, des interférents ; Influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz	-	Non évaluable pour l'instant					

**VARIANCE  $u^2(C_{m,H})$**

**44.10**

**INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE  $u(C_{m,H})$**

**6.6  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

**INCERTITUDE ELARGIE  $U(C_{m,H})$**

**13.3  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

**INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE  $U(C_{m,H})$**

**26.6 %**

## **Annexe B Application numérique (TEOM-FDMS)**

## Annexe C Application numérique (Jauge $\beta$ )

Un exemple de calcul de l'incertitude associée au mesurage de la concentration massique des particules en utilisant une jauge radiométrique par absorption de rayonnement  $\beta$  à variation de fréquence est présenté ci-après.

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par le LCSQA,
- pour certains paramètres, sur les valeurs ou préconisations fournies par le constructeur.

## Estimation de l'incertitude-type composée sur la masse journalière de particules prélevées

Massé journalière de particules  $m_j$  : **855.37 µg**

Grandeur d'entrée $X_i$ du modèle mathématique	Valeur de $X_i$	Contributions à $u(X_i)$ : caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i).C_i $	
$N_2$	1782.295	Répétabilité du comptage de la jauge après prélèvement	90.00 coups/s	ET de répétabilité calculé à partir de 10 mesures successives sur cale étalon par la jauge	Essais EMD	A	-	51.96	-6.35E-01	-3.30E+01	
$N_1$	3793.13	Répétabilité du comptage initial de la jauge avant prélèvement	190.00 coups/s	ET de répétabilité calculé à partir de 10 mesures successives sur filtre vierge par la jauge	Essais EMD	A	-	109.70	2.99E-01	3.28E+01	
$K$	0.883	Coefficient d'absorption massique	0.044 µg-1	Spécification du constructeur			B	Uniforme	0.03	-9.69E+02	-2.46E+01
$C_{Linéarité}$	0	Ecart de linéarité	8.5 % de masse de réf	Essais de linéarité réalisés avec des cales étalons de masses surfaciques différentes (résidu max en %)	Essais Constructeur	A	-	4.20E+01	1	4.20E+01	
										Covariance -2.16E+03	

**VARIANCE  $u^2(m_j)$**

**2.37E+03**

**INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE  $u(m_j)$**

**48.66 µg**

**Urelative (%)**

**5.7**

### Estimation de l'incertitude élargie sur la concentration massique journalière de particules

Concentration massique journalière de particules  $C_{m,j}$  :

**35.8  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

Grandeur d'entrée $X$ du modèle mathématique	Valeur de $X$	Contributions à $u(X)$ : caractéristiques de performance	Valeur ayant servi à calculer $u(X_i)$	Mode opératoire suivi	Source	Type d'incertitude-type	Loi de distribution	$u(X_i)$	Coefficient de sensibilité $ C_i $	$ u(X_i).C_i $	Contribution à l'incertitude-type sur $C_{m,j}$ (en %)
$m_j$	855.37	Massé journalière de particules prélevées ( $\mu\text{g}$ )	48.66 $\mu\text{g}$	cf. feuille calcul	Tableau $m_j$	-	-	48.66	0.04	2.04	45.7
$t$	23.9	Temps de prélèvement (h)	0.00 h	Spécification du constructeur	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	1.60E-04	-1.50E+00	0.00	0.0
$Q$	1.00	Débit de prélèvement ( $\text{m}^3/\text{h}$ )	5.00 % du débit nominal	Spécifications des constructeurs		B	Uniforme	2.89E-02	-3.58E+01	-1.03	11.8
$C_{\text{Système d'acquisition}}$	0	Etalonnage du système d'acquisition ou EMT	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	cf. Guide paragraphe 3.5.6?	Estimation de l'incertitude	B	Uniforme	0.577	1	0.58	3.7
		Répétabilité du système d'acquisition									
$C_{\text{Reproductibilité sur site}}$	0	Ecart entre les réponses fournies par 2 analyseurs identiques sur site	1.88 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Essai sur site : écart entre les valeurs mesurées par 2 analyseurs de même modèle mesurant au même point	Essais EMD (cadre DoE)	A	-	1.88	1	1.88	38.9
$C_{\text{Moyennage}}$	0	Erreur de moyennage	- % de la conc.	Essai en laboratoire qui consiste à comparer la réponse de l'appareil selon que la concentration de particules est constante ou varie en échelons	-						Non évaluable pour l'instant
$C_{\text{Dispositif de prélèvement}}$	0	Adsorption dans le système de prélèvement	- % de la conc.	Injection d'une concentration connue de particules avec et sans système de prélèvement	-						Non évaluable pour l'instant
Facteurs d'influence	0	Sensibilité de l'appareil aux facteurs d'influence	- % de la conc.	Influence de la température environnante, de la tension d'alimentation, des interférents ; Influence de la pression, de la température et de l'hygrométrie du gaz	-						Non évaluable pour l'instant

**VARIANCE  $u^2(C_{m,j})$**

**9.09**

**INCERTITUDE-TYPE COMPOSEE  $u(C_{m,j})$**

**3.01  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

**INCERTITUDE ELARGIE  $U(C_{m,j})$**

**6.0  $\mu\text{g}/\text{m}^3$**

**INCERTITUDE ELARGIE RELATIVE  $U(C_{m,j})$**

**16.8 %**

## Annexe D Bibliographie

- [1] Norme NF EN 12341 (Janvier 1999) « Qualité de l'air - Détermination de la fraction MP10 de matière particulaire en suspension - Méthode de référence et procédure d'essai in situ pour démontrer l'équivalence à la référence de méthodes de mesurage »
- [2] Norme EN 14907 (2006) « Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la fraction massique MP2,5 de matière particulaire en suspension »
- [3] Norme NF ISO 10473 (2000) « Air ambiant - Mesurage de la masse des matières particulières sur un milieu filtrant - Méthode par absorption de rayons bêta »
- [4] « Demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods » - Report by an EC Working group on Guidance for the Demonstration of Equivalence (January 2006)
- [5] Rapport INERIS-DRC/AIRE-05-64996-OLe/Fr-n°743-v3a ; novembre 2005 : « Procédure d'équivalence TEOM/FDMS PM10 et PM2,5 – campagne de Bobigny »
- [6] Rapport INERIS-DRC/AIRE-06-74750-MRe/OLe/Gay-n°0497-v3 ; décembre 2006 : « Procédure d'équivalence TEOM/FDMS PM10 et PM2,5 – campagne de Marseille »
- [7] Rapport LCSQA-EMD ; novembre 2006 : « Equivalence d'analyseurs automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant – Démonstration de l'équivalence de la jauge radiométrique MP101M-RST d'Environnement SA »
- [8] "UK Equivalence programme for monitoring of Particulate Matter – Final report for Department for the Environment, Foods and Rural Affairs, Welsh Assembly Government, Scottish Executive, Department of Environment for Northern Ireland – Ref : BV/AQ/AD202209/DH/2396 – 5<sup>th</sup> June 2006 "