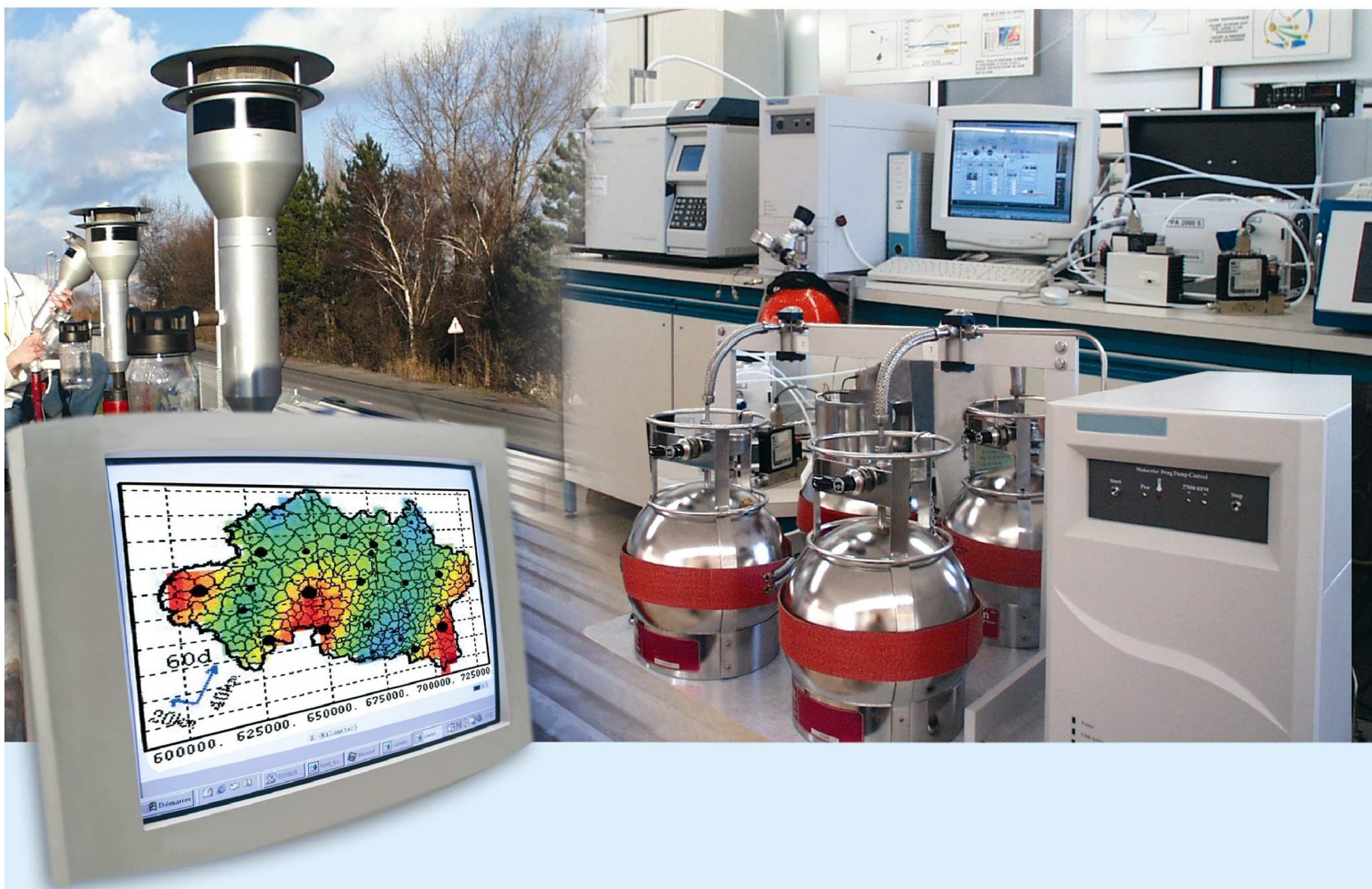




Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA

(Rapport 1/5)

NOVEMBRE 2009 – VERSION FINALE

*Tatiana Macé, Cécile Raventos,
François Mathé*





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 le Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer 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**

Pôle Chimie et Biologie

**Rédaction de guides pratiques de calcul
d'incertitude et formation des AASQA**

**Guillaume LABARRAQUE
Béatrice LALERE
Tatiana MACE**

Convention : 0005981

Novembre 2009

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**Rédaction de guides pratiques de calcul
d'incertitude et formation des AASQA**

Laurent ALLEMAN
François MATHE

Convention : 0005987

Novembre 2009

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

DIRECTION DES RISQUES CHRONIQUES

Unités

**Chimie, métrologie, essais
et Sources et Emissions**

**Rédaction de guides pratiques de calcul
d'incertitude et formation des AASQA**

**Programme 2009
DRC-10-103321-00122A**

**Eva LEOZ
Cécile RAVENTOS**

Novembre 2009

RESUME

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

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

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

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

Ce guide est structuré en huit parties, correspondant chacune à une technique de mesure particulière applicable à un ou plusieurs composés.

Un fois finalisées, les différentes parties sont validées en Commission de normalisation X43D « Air ambiant » de l'AFNOR et publiées sous forme de fascicules de documentation.

L'avancement des travaux est résumé dans le tableau ci-après.

Thématique	Guide LCSQA (disponible sur le site du LCSQA)	Fascicule de documentation (AFNOR)		
		Référence	Intitulé	Date de parution
Généralités sur les incertitudes	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 2/6 de novembre 2006 (version finale)	FD X43-070-1	Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 1 : Généralités sur les incertitudes	Avril 2007
Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO ₂ , NO, NO ₂ , NO _x , O ₃ et CO réalisés sur site	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 3/6 de novembre 2006 (version finale)	FD X43-070-2	Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 2 : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO ₂ , NO, NO ₂ , NO _x , O ₃ et CO réalisés sur site	Avril 2007
Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 2/6 de novembre 2008 (version finale)	FD X43-070-3	Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 3 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse	Décembre 2008
Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 3/5 de novembre 2007 (version finale)	FD X43-070-4	Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 4 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire	Juin 2008
Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 4/6 de novembre 2008 (version finale)	FD X43-070-5	Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 5 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse	Décembre 2008
Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 2/5 de novembre 2009 (version intermédiaire)	Parution du rapport LCSQA final prévue pour novembre 2010 Parution du fascicule de documentation prévue pour 2010		
Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM ₁₀	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 3/5 de novembre 2009 (version intermédiaire)	Parution du rapport LCSQA final prévue pour novembre 2010 Parution du fascicule de documentation prévue pour 2010		
Estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM ₁₀	Rapport "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude" Partie 4/5 de novembre 2009 (version intermédiaire)	Parution du rapport LCSQA final prévue pour novembre 2010 Parution du fascicule de documentation prévue pour 2010		

L'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site fait l'objet d'un fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 (cf. ci-dessus).

Cependant, un retour d'expérience des AASQA et les sessions de formation organisées en 2008 et 2009 ont montré que certains points méritaient d'être plus détaillés pour que les AASQA puissent dérouler de façon autonome l'ensemble du calcul d'incertitude.

Un guide de "recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes portant sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site" complémentaire au fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 a donc été rédigé en 2009 par un sous-groupe de travail du GT "Incertain" composé d'AIRPARIF, d'ATMO Franche Comté, d'ATMO PC et du LCSQA.

Les objectifs de ce guide sont d'apporter des recommandations basées sur le retour d'expérience sur :

- ✓ les essais à effectuer pour obtenir les données nécessaires à l'estimation de l'incertitude sur ces différentes contributions (modes opératoires),
- ✓ le traitement statistique des données associées,
- ✓ les données à utiliser concernant les caractéristiques métrologiques des analyseurs (valeurs tirées des rapports d'approbation de type disponibles),
- ✓ des plages de variation des paramètres d'influence sur la mesure (exemple : tension électrique d'alimentation).

Il fait l'objet du **rapport 5/5 intitulé "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA" de novembre 2009.**

De plus, en 2008 et 2009, le LCSQA a organisé 5 sessions de formation qui ont permis d'aider les AASQA à mettre en application le guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site.

Elles ont eu lieu :

- ✓ Pour la première, les 7 et 8 octobre 2008 à Bordeaux dans les locaux du réseau de mesure AIRAQ pour les réseaux de mesure du grand Sud-Ouest (AIRAQ, LIMAIR, ORAMIP, ATMO PC, ATMO Auvergne et AIRAQ),
- ✓ La seconde, le 4 novembre 2008 à Strasbourg dans les locaux du réseau de mesure ASPA pour les réseaux de mesure du Grand Nord-Est (ATMO Franche Comté, ATMO CA, ATMO Lorraine Nord, AIRLOR, ARPAM et ASPA),
- ✓ La troisième, les 19 et 20 janvier 2009 à Montpellier dans les locaux du réseau de mesure AIR Languedoc Roussillon pour les réseaux de mesure du Sud-Est (AIR Languedoc Roussillon, ATMO PACA, AIRFOBEP et Qualitair Corse),
- ✓ La quatrième, les 16 et 17 mars 2009 au LNE-Paris (Air Pays de la Loire, ATMO NPDC, ORA-La Réunion, L'Air de l'Ain et des Pays de Savoie, AIR COM et AIRPARIF),
- ✓ La cinquième, les 18 et 19 mars 2009 au LNE-Paris (Air Pays de la Loire, LIG'Air, Air Breizh, ATMO Picardie et AIRPARIF).

Enfin, l'INERIS a mené des travaux en chambre d'exposition au cours de l'année 2009 afin de compléter le calcul d'incertitude de mesure du benzène par tubes à diffusion axiale Perkin-Elmer : les résultats de ces travaux corroborent ceux de la campagne de mesure réalisés sur le site de Carling en 2008 et qui avaient pour but d'évaluer les performances de ces tubes dans des conditions dites extrêmes hautes.

SOMMAIRE

1. CONTEXTE	1
2. OBJECTIF	1
3. COMPOSITION DU GT « INCERTITUDES ».....	2
4. ORGANISATION DU TRAVAIL	2
5. STRUCTURE DU GUIDE	3
6. POINT SUR LES REUNIONS ORGANISEES	3
7. POINT SUR LES TRAVAUX DE REDACTION DES GUIDES D'INCERTITUDE ...	5
7.1. SUR LES DIFFERENTES PARTIES DU GUIDE.....	5
7.2. SUR LE GUIDE DE RECOMMANDATIONS TECHNIQUES POUR LA MISE EN ŒUVRE DE LA PARTIE 2 DU GUIDE D'ESTIMATION DES INCERTITUDES PORTANT SUR LES MESURAGES AUTOMATIQUES DE SO ₂ , NO, NO ₂ , NO _x , O ₃ ET CO REALISES SUR SITE	7
8. POINT SUR L'ORGANISATION DES SESSIONS DE FORMATION	8
9. AMELIORATION DE L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE SUR LES CONCENTRATIONS DE BENZENE MESUREES AVEC DES TUBES PASSIFS PERKIN-ELMER	10
10. PERSPECTIVES	21
11. ANNEXES.....	21
11.1. ANNEXE 1 : PROGRAMME DE TRAVAIL 2009	22
11.2. ANNEXE 2 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 26/01/2009 DU GT "INCERTITUDES"	24
11.3. ANNEXE 3 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DES 15-16/10/2009 DU GT "INCERTITUDES"	30
11.4. ANNEXE 4 : QUESTIONNAIRE POUR LA PARTIE 7	41

1. CONTEXTE

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

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

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

2. OBJECTIF

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

- ✓ Les mesures « automatiques » de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO,
- ✓ Les mesures « manuelles » de benzène et de NO₂ réalisées avec des tubes passifs,
- ✓ Les mesures « manuelles » de benzène réalisées avec des tubes actifs,
- ✓ Les mesures « automatiques » de particules effectuées par TEOM, TEOM-FDMS et par jauge β ,
- ✓ Les mesures « manuelles » de B[a]P et de métaux (Pbmb, Cadmium, Arsenic et Nickel) réalisées sur des filtres dans la fraction PM₁₀.

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

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

Quand les documents sont validés, ils sont soumis, le cas échéant, en enquête de l'AFNOR à la Commission X43D « Air Ambiant ».

NOTE Le programme de travail défini initialement pour l'année 2009 est fourni en annexe 1.

3. COMPOSITION DU GT « INCERTITUDES »

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

Animation : T. Macé (LCSQA/LNE)

Secrétariat : T. Macé (LCSQA/LNE) – C. Raventos (LCSQA/INERIS)

Organisme	Nom du participant
AIR LR	C. Marzolf
ATMO Lorraine Nord	D. Durant
ATMO Rhône-Alpes	D. Loré
AIRPARIF	C. Debert
ATMO PC	S. Lucas
ATMO Franche Comté	A. Bouchain
AIR NORMAND	M. Bobbia
AIRFOBEP	F. Marty
AIR PL	M. Charuel
ASPA	S. Cloteaux, A. Scheid
AIR APS	M. Duval
INERIS	E. Leoz, C. Raventos
EMD	F. Mathé, L. Alleman
LNE	B. Lalere, G. Labarraque

Tableau 1 : Composition du GT « Incertitudes »

4. ORGANISATION DU TRAVAIL

Le travail a été organisé de la façon suivante :

1. Rédaction initiale par le LCSQA,
2. Examen des projets de guides lors de réunions internes (LCSQA),
3. Envoi des projets de guides aux AASQA membres du GT « Incertitudes » pour avis et commentaires,
4. Examen et échanges lors de réunions du GT « Incertitudes »,
5. Modification des projets de guides sur la base des échanges,
6. Publication des guides au niveau du LCSQA,
7. Publication sous forme de fascicules de documentation AFNOR, le cas échéant.

5. STRUCTURE DU GUIDE

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

- ✓ 1^{ère} partie : Généralités sur les incertitudes,
- ✓ 2^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NOx, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site,
- ✓ 3^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse,
- ✓ 4^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire,
- ✓ 5^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique,
- ✓ 6^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse,
- ✓ 7^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM₁₀,
- ✓ 8^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM₁₀.

6. POINT SUR LES REUNIONS ORGANISEES

En 2009, le LCSQA et le GT « Incertitudes » ont poursuivi l'élaboration des différentes parties du guide d'estimation des incertitudes.

Les réunions internes LCSQA et celles organisées dans le cadre du GT « Incertitudes » en 2009 sont récapitulées dans le tableau 2.

Nature de la réunion	Date	Thème	Travaux réalisés
Interne LCSQA	26-janvier-09	Planification des travaux 2009	Rédaction du compte-rendu de la réunion du 26 janvier 2009 (cf. Annexe 2)
Sous-groupe de travail du GT "Incertitudes" sur les mesures automatiques (LCSQA, AIRPARIF, ATMO PC et ATMO Franche Comté)	26-mars-09	Incertitudes sur les mesurages automatiques de SO ₂ , NO, NOx, NO ₂ , O ₃ et CO réalisés sur site	Rédaction d'un guide de recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes

Tableau 2 : Liste des réunions organisées en 2009

Nature de la réunion	Date	Thème	Travaux réalisés
Sous-groupe de travail du GT "Incertitudes" sur les particules (LCSQA, AIRPARIF et AIR NORMAND)	05-mai-09	Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique (5 ^{ème} partie du guide)	Poursuite de la rédaction de la partie portant sur l'ajustement des données
Sous-groupe de travail du GT "Incertitudes" sur les mesures automatiques (LCSQA, AIRPARIF, ATMO PC et ATMO Franche Comté)	16-juin-09	Incertitudes sur les mesurages automatiques de SO ₂ , NO, NOx, NO ₂ , O ₃ et CO réalisés sur site	Poursuite de la rédaction du guide de recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes
Interne LCSQA	30-juillet-09	Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM ₁₀	Détermination des éléments nécessaires pour réaliser l'application numérique (exemple d'estimation d'incertitude sur une concentration de B[a]P)
Sous-groupe de travail du GT "Incertitudes" sur les particules (LCSQA, AIRPARIF et AIR NORMAND)	09-septembre-09	Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique (5 ^{ème} partie du guide)	Finalisation de la rédaction de la partie portant sur l'ajustement des données PM
GT "Incertitudes"	15-octobre-09	Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique (5 ^{ème} partie du guide)	<ul style="list-style-type: none"> - Examen des remarques des AASQA sur le projet d'estimation de l'incertitude sur les données PM ajustées - Rédaction du compte-rendu de la réunion du 15-16 octobre 2009 (cf. Annexe 3)
GT "Incertitudes"	16-octobre-09	Incertitudes sur les mesurages automatiques de SO ₂ , NO, NOx, NO ₂ , O ₃ et CO réalisés sur site	<ul style="list-style-type: none"> - Examen des remarques des AASQA sur le guide de recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes - Rédaction du compte-rendu de la réunion du 15-16 octobre 2009 (cf. Annexe 3)

Tableau 2 (suite) : Liste des réunions organisées en 2009

7. POINT SUR LES TRAVAUX DE REDACTION DES GUIDES D'INCERTITUDE

7.1. SUR LES DIFFERENTES PARTIES DU GUIDE

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

7.1.1. Parties 1 et 2

Concernant les parties 1 et 2, elles ont été reprises, après validation par la Commission X43D, en tant que fascicules de documentation par l'AFNOR sous les références suivantes :

- ✓ *FD X43-070-1 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 1 : Généralités sur les incertitudes (Avril 2007) ;*
- ✓ *FD X43-070-2 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 2 : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site (Avril 2007).*

En 2008, ces 2 parties ont été achetées auprès de l'AFNOR par le LCSQA et envoyées à l'ensemble des AASQA.

7.1.2. Parties 3, 4 et 6

Concernant les parties 3, 4 et 6, elles ont été reprises, après validation par la Commission X43D, en tant que fascicules de documentation par l'AFNOR sous les références suivantes :

- ✓ *FD X43-070-3 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 3 : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse (Décembre 2008) ;*
- ✓ *FD X43-070-4 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 4 : estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire (Juin 2008) ;*
- ✓ *FD X43-070-5 - Qualité de l'air - Guide pratique pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant - Partie 5 : estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse (Décembre 2008).*

En 2009, ces 3 parties ont été achetées auprès de l'AFNOR par le LCSQA et envoyées à l'ensemble des AASQA.

7.1.3. Partie 5

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

La rédaction du chapitre portant sur l'estimation des incertitudes des données PM ajustées a été poursuivie en 2009 dans le cadre d'un sous-groupe de travail composé d'AIRPARIF, d'AIR NORMAND et du LCSQA (LNE/EMD/INERIS).

Le nouveau projet du sous-groupe de travail a été présenté au GT "Incertitude" le 15 octobre 2009 : les remarques et les commentaires des participants ont été examinées.

Après prise en compte de ces remarques et commentaires, le document sera transmis à l'AFNOR pour enquête auprès de la commission « X43D », afin de le faire paraître sous la forme de fascicule de documentation.

Cette partie 5 portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique fait l'objet du rapport 2/5 intitulé "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA" de novembre 2009.

7.1.4. Partie 7

La rédaction de la partie 7 "Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM_{10} " a été poursuivie en 2009.

Dans ce guide, il a été développé un exemple relatif au DA80 dans le mode d'utilisation préconisé par le fabricant, notamment pour le réglage du débit de consigne pour pouvoir quantifier la contribution du volume d'air échantillonné à l'incertitude globale.

Or, lors de la rédaction du document, il est apparu, d'une part, qu'il pouvait y avoir une confusion entre l'étalonnage (contrôle métrologique) du DA80 et le réglage du débit de consigne et, d'autre part, que tous les utilisateurs ne réglait pas le débit de consigne au moyen du "rotamètre de référence" placé à la place de la tête de prélèvement comme décrit dans le manuel d'utilisation du DA80.

Par conséquent, afin d'adapter au mieux le guide aux pratiques des AASQA, il a paru utile d'avoir davantage d'éléments sur leurs pratiques en matière d'étalonnage et de réglage du débit de consigne.

Pour cette raison, le LCSQA a rédigé un document sous forme de questionnaire qui a été envoyé à l'ensemble des AASQA en mars 2009 (cf. annexe 4).

Le LCSQA a reçu une dizaine de questionnaires qui ont été exploités pour rédiger le chapitre portant sur l'incertitude due au volume de prélèvement.

Une application numérique (exemple d'estimation d'incertitude sur une concentration de B[a]P) a également été intégrée dans la partie 7 et est en cours de finalisation.

La rédaction de la partie 7 devrait être terminée début 2010.

Lors de la planification des travaux en janvier 2009, il n'avait pas été jugé nécessaire d'organiser une réunion du GT "Incertitude" pour examiner le document.

Par conséquent, le projet sera transmis début 2010 au GT « Incertitudes » pour remarques et commentaires.

Après prise en compte de ces éléments, la partie 7 sera transmise à l'AFNOR pour enquête auprès de la commission « X43D », afin de la faire paraître sous la forme de fascicule de documentation.

Cette partie 7 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans la fraction PM_{10} fait l'objet du rapport 3/5 intitulé "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA" de novembre 2009.

7.1.5. Partie 8

La rédaction de la partie 8 « Estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM_{10} » a été poursuivie en 2009 par l'intégration d'un exemple numérique d'estimation d'incertitude sur une concentration de nickel de 2 ng/m^3 .

Comme précédemment, lors de la planification des travaux en janvier 2009, il n'avait pas été jugé nécessaire d'organiser une réunion du GT "Incertitude" pour examiner le document.

Par conséquent, le projet a été transmis en septembre 2009, au GT « Incertitudes » pour remarques et commentaires à renvoyer au LCSQA pour le 2 novembre 2008.

Après prise en compte de ces éléments, la partie 8 sera transmise à l'AFNOR pour enquête auprès de la commission « X43D ».

Cette partie 8 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de Plomb, Cadmium, Arsenic et Nickel réalisés sur site dans la fraction PM₁₀ fait l'objet du rapport 4/5 intitulé "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA" de novembre 2009.

7.2. SUR LE GUIDE DE RECOMMANDATIONS TECHNIQUES POUR LA MISE EN ŒUVRE DE LA PARTIE 2 DU GUIDE D'ESTIMATION DES INCERTITUDES PORTANT SUR LES MESURAGES AUTOMATIQUES DE SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ ET CO REALISES SUR SITE

L'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site fait l'objet d'un fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 – Qualité de l'air – Guide pratique d'utilisation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant – Partie 2 : Estimation des incertitudes de mesure sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site.

La démarche décrite dans ce document et qui est basée sur les préconisations du GUM a permis d'identifier les différentes contributions d'incertitude qu'il convient de combiner pour pouvoir estimer l'incertitude sur les mesurages de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO dans les stations de mesure des AASQA. Ces contributions d'incertitude sont détaillées selon les 4 axes suivants :

- ✓ Prélèvement,
- ✓ Chaîne d'étalonnage,
- ✓ Caractéristiques métrologiques des analyseurs de station,
- ✓ Traitement et acquisition des données.

Cependant, un retour d'expérience des AASQA et les sessions de formation organisées en 2008 et 2009 ont montré que certains points méritaient d'être plus détaillés pour que les AASQA puissent dérouler de façon autonome l'ensemble du calcul d'incertitude.

Un guide de "recommandations techniques pour la mise en œuvre de la partie 2 du guide d'estimation des incertitudes portant sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site" complémentaire au fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 a donc été rédigé en 2009 par un sous-groupe de travail du GT "Incertitude" composé d'AIRPARIF, d'ATMO Franche Comté, d'ATMO PC et du LCSQA.

Les objectifs de ce guide sont d'apporter des recommandations basées sur le retour d'expérience sur :

- ✓ les essais à effectuer pour obtenir les données nécessaires à l'estimation de l'incertitude sur ces différentes contributions (modes opératoires),
- ✓ le traitement statistique des données associées,
- ✓ les données à utiliser concernant les caractéristiques métrologiques des analyseurs (valeurs tirées des rapports d'approbation de type disponibles),
- ✓ des plages de variation des paramètres d'influence sur la mesure (exemple : tension électrique d'alimentation).

Ce document a été ensuite amendé lors de la réunion du 16 octobre 2009.

Il fait l'objet du **rapport 5/5 intitulé "Rédaction de guides pratiques de calcul d'incertitude et formation des AASQA" de novembre 2009.**

8. POINT SUR L'ORGANISATION DES SESSIONS DE FORMATION

Lors de l'établissement du programme de travail LCSQA 2008, une des demandes des AASQA était que le LCSQA organise des sessions de formation à l'estimation des incertitudes pour :

- ✓ Les aider à mettre en application les différentes parties du guide,
- ✓ Harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes au sein des AASQA.

Au premier semestre 2008, le LCSQA a construit un programme de formation sur l'estimation des incertitudes.

Dans un premier temps, il a été décidé que cette formation ne porterait que sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO réalisés sur site.

En effet, cette partie concerne toutes les AASQA, alors que d'autres parties (ex : analyse des tubes passifs pour le benzène et le dioxyde d'azote) sont susceptibles de n'intéresser qu'un nombre limité d'AASQA.

Il était initialement envisagé de réaliser 7 sessions de formation dans chaque région : Grand Est, Sud Est, Grand Sud Ouest, Ouest, Centre, Bassin Parisien et Nord.

Finalement 5 sessions ont été organisées sur 2008 et 2009, et se sont déroulées soit dans une AASQA, soit dans les locaux du LNE au choix des participants.

Le programme a été finalisé en l'adaptant aux demandes spécifiques des AASQA et les sessions se sont déroulées sur 1 ou 2 journées selon les points que les AASQA souhaitaient voir traités.

Cette formation comportait 3 volets, à savoir :

- ✓ Une première partie portant sur la traçabilité des mesurages effectués dans le cadre de la surveillance de la Qualité de l'Air (présentée par F. MATHE – LCSQA/EMD),
- ✓ Une seconde partie portant sur la présentation générale des guides et développant de façon concrète la démarche d'estimation des incertitudes mise en œuvre dans le domaine de la Qualité de l'Air (présentée par T. MACE – LCSQA/LNE),
- ✓ Une troisième partie portant sur l'estimation des incertitudes sur un cas concret, à savoir sur les mesurages d'ozone dans l'air ambiant (avec des applications numériques).

Les points développés sont les suivants :

- La modélisation du processus de mesure (T. MACE – LCSQA/LNE),
- La détermination des incertitudes-types prises en compte (T. MACE – LCSQA/LNE et C. RAVENTOS – LCSQA/INERIS),
- La prise en compte des données manquantes pour le calcul des concentrations moyennes (C. RAVENTOS – LCSQA/INERIS),
- L'expression du résultat de mesure (F. MATHE – LCSQA/EMD),
- Le cas particulier du mesurage du NO₂ (F. MATHE – LCSQA/EMD),
- La comparaison entre les approches par calcul (méthode GUM) et par essais interlaboratoires (C. RAVENTOS – LCSQA/INERIS).

Le support de formation (transparents distribués aux participants) est disponible sur le site internet du LCSQA.

Un membre d'une AASQA présentait en outre le travail réalisé par des membres d'AASQA sur le retour d'expérience de la mise en œuvre du guide relatif au calcul d'incertitude pour les mesurages automatiques, les difficultés rencontrées et les questions qui se posent sur la détermination des caractéristiques de performances des appareils.

En 2008, deux sessions de formation ont été organisées.

Une première session de formation a eu lieu les 7 et 8 octobre 2008 à Bordeaux dans les locaux du réseau de mesure AIRAQ pour les réseaux de mesure du grand Sud-Ouest et une seconde le 4 novembre 2008 à Strasbourg dans les locaux du réseau de mesure ASPA pour les réseaux de mesure du Grand Nord-Est.

En 2009, trois sessions de formation ont été organisées.

Une première session de formation a été organisée les 19 et 20 janvier 2009 à Montpellier dans les locaux du réseau de mesure AIR Languedoc Roussillon pour les réseaux de mesure du Sud-Est.

10 personnes ont participé à cette session, à savoir :

- ✓ Réseau AIR Languedoc Roussillon : Didier Martinez, Corinne Marzolf, Patrick Viala, Hamel Mouellef, Fabien Boutonnet,
- ✓ Réseau ATMO PACA : Francis Levaudel, Grégory Gille,
- ✓ Réseau AIRFOBEP : Boualem Mesbah, Frédéric Marty,
- ✓ Réseau Qualitair Corse : Floran Pin.

Les deux autres sessions de formation ont été organisées les 16-17 et 18-19 mars 2009 au LNE (Paris).

9 personnes ont participé à la session des 16-17 mars 2009, à savoir :

- ✓ Réseau Air Pays de la Loire : Claude Baron, Thierry Creuze, Arnaud Tricoire,
- ✓ Réseau ATMO NPDC : Bruno Decherf,
- ✓ Réseau ORA-La Réunion : Emmanuel Duriez,
- ✓ Réseau L'Air de l'Ain et des Pays de Savoie : Mario Duval,
- ✓ Réseau AIR COM : Jocelyne Lefranc, David Tribouillard,
- ✓ Réseau AIRPARIF : Christophe Debert.

11 personnes ont participé à la session des 18-19 mars 2009, à savoir :

- ✓ Réseau Air Pays de la Loire : Frédéric Bardalou, Arnaud Calvar, Gilles Levigoureux,
- ✓ Réseau LIG'Air : Camille Becquet,
- ✓ Réseau Air Breizh : Joël Grall,
- ✓ Réseau ATMO Picardie : Benoît Rocq, Etienne Rouillard,
- ✓ Réseau AIRPARIF : Christophe Debert, Claire Floc'h, Guy Guthertz, Léon Gort.

Les participants étant déjà sensibilisés à l'estimation des incertitudes, ils ont posé de nombreuses questions, ce qui a conduit à des stages très vivants avec de nombreux échanges.

9. AMELIORATION DE L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE SUR LES CONCENTRATIONS DE BENZENE MESUREES AVEC DES TUBES PASSIFS PERKIN-ELMER

9.1. INTRODUCTION

Au cours de l'année 2007, les travaux du LCSQA visant à déterminer l'incertitude de mesure sur les concentrations de benzène par tubes à diffusion ont été finalisés pour le tube à diffusion radiale, Radiello, et initiés pour le tube à diffusion axiale, Perkin-Elmer. Pour ces derniers, l'influence des paramètres environnementaux, (température, humidité, concentration) restaient à déterminer.

En 2008, une évaluation des performances de ces tubes à diffusion axiale sur le terrain a été organisée en collaboration avec le réseau de mesure ATMO LORRAINE NORD. Cette campagne de mesure avait pour objectif d'évaluer les capacités du tube de prélèvement passif à diffusion axiale Perkin-Elmer® à mesurer des concentrations élevées et variables en benzène (supérieures à la valeur limite, pouvant atteindre une centaine de $\mu\text{g}/\text{m}^3$), sur un site industriel¹ (en parallèle avec les tubes Radiello et des prélèvements actifs).

La campagne estivale, marquée par des concentrations particulièrement faibles, a permis d'évaluer les conditions d'utilisation limites basses de ce type de tubes qui ne semblent pas adaptés à des mesures de benzène, sur 7 jours, dans des atmosphères présentant des concentrations de l'ordre de 1 à 2 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

La campagne hivernale a en revanche permis d'exposer les tubes à des conditions de concentration extrêmes hautes. Les résultats de cette campagne suggèrent que les tubes Perkin-Elmer® pourraient être adaptés à la mesure de concentrations en benzène fortes et variables.

Même si les deux types d'adsorbants testés (Carbopack X, CPX et Carbopack B, CPB) présentent, de manière générale, des résultats comparables, les performances du CPX se sont révélées moins bonnes en particulier en ce qui concerne la reproductibilité.

9.2. OBJECTIF DE L'ETUDE

Des essais ont été menés en conditions dites extrêmes pour approfondir les observations faites lors des campagnes de mesure et pouvoir ainsi finaliser le calcul d'incertitude initié en 2007.

9.3. CONDITIONS EXPERIMENTALES

L'évaluation de l'influence des conditions environnementales sur les débits de diffusion nécessite la mise en œuvre d'essais en chambre d'exposition. Les travaux ont été réalisés dans la chambre de l'INERIS, spécialement conçue pour exposer un nombre important de tubes. Il a ainsi été possible de tester simultanément deux types d'adsorbant, le Carbopack X et le Carbopack B, adsorbants généralement employés pour la mesure du benzène.

¹ Rapport LCSQA 2008, Comparaison des mesures de benzène réalisées sur un site industriel par deux méthodes : analyseur automatique et tube passif Perkin-Elmer (Carbopack B et Carbopack X) (5/5), (S FABLE, L CHIAPPINI), disponible sur <http://www.lcsqa.org/thematique/metrologie/surveillance-du-benzene-2>

Des séries de 7 tubes dont un blanc, de chaque adsorbant, ont été exposées pendant 7 et 14 jours dans deux conditions "extrêmes" choisies pour estimer les valeurs maximale et minimale du débit d'échantillonnage du benzène (étendue de variation du débit d'échantillonnage) tel que recommandé dans l'annexe E de la norme NF EN 14662-4 de novembre 2005.

Le suivi des concentrations en benzène dans la chambre d'exposition a été réalisé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Perkin-Elmer fonctionnant en continu équipé d'un détecteur par ionisation de flamme (FID).

Les conditions expérimentales des essais ont été choisies comme suit :

- ✓ **Conditions limites basses** : 10 °C, 20 % d'humidité relative, $\sim 3 \mu\text{g.m}^{-3}$
- ✓ **Conditions limites hautes** : 30 °C, 80 % d'humidité relative, $\sim 25 \mu\text{g.m}^{-3}$

Pour chaque condition opératoire et chaque temps d'exposition, deux essais ont été réalisés. En ce qui concerne les conditions limites basses, la concentration de $3 \mu\text{g.m}^{-3}$ a été choisie en cohérence avec les conclusions de la campagne de terrain menée sur le site de Carling qui avait montré qu'en raison du faible débit de prélèvement et des niveaux de blanc, les tubes Perkin-Elmer à diffusion axiale n'étaient pas adaptés à des mesures de benzène à des niveaux de concentration de l'ordre de 1 à $2 \mu\text{g.m}^{-3}$ pendant 7 jours.

9.4. RESULTATS OBTENUS

Les tubes ainsi exposés ont été thermodésorbés et analysés par GC/FID dans des conditions de thermodésorption similaires pour les deux types de tubes (exceptée la température de désorption) et définies comme suit :

- ✓ Température de désorption : 350 °C pour les CPB et 400 °C pour les CPX
- ✓ Temps de désorption : 20 min
- ✓ Débit de désorption : 50 ml.min^{-1}
- ✓ Température de la ligne de transfert : 225 °C
- ✓ Température de piégeage : -30°C
- ✓ Température de réchauffement du trap : 350 °C
- ✓ Gradient de réchauffement du trap : 40 °C.min^{-1}
- ✓ Inlet split : 0
- ✓ Outlet split : 18 ml.min^{-1}
- ✓ Débit colonne : 2 ml.min^{-1}

Les résultats sont présentés dans le tableau ci-après.

Type de tube	Durée d'exposition	Vitesse de l'air (m.s ⁻¹)	T (°C)	HR (%)	[Benzène] (µg.m ⁻³) (*)	Débits (ml.min ⁻¹) (**)	Moyenne (***)
CPX	7 j	1	10	20	3,2	0,33 ± 0,02 0,29 ± 0,08	0,31
CPB	7 j	1	10	20	3,2	0,34 ± 0,03 0,42 ± 0,04	0,38
CPX	14 j	1	10	20	3,4	0,33 ± 0,04 0,28 ± 0,07	0,30
CPB	14 j	1	10	20	3,4	0,34 ± 0,03 0,34 ± 0,03	0,34
CPX	7 j	1	30	80	25,8	0,44 ± 0,03 0,49 ± 0,05	0,47
CPB	7 j	1	30	80	25,8	0,51 ± 0,02 0,46 ± 0,03	0,48
CPX	14 j	1	30	80	25,8	0,53 ± 0,02 0,50 ± 0,03	0,52
CPB	14 j	1	30	80	25,8	0,46 ± 0,01 0,43 ± 0,03	0,45

Tableau 3 : Influence du niveau de concentration et des paramètres météorologiques sur les débits d'échantillonnage du benzène pour le tube à diffusion axiale Perkin-Elmer remplis de CPX et de CPB

(*) Concentration en benzène générée dans la chambre (mesure Perkin-Elmer on-line)

(**) Moyenne sur les 6 tubes exposés ± écart type

(***) Moyenne sur les deux essais réalisés dans les mêmes conditions

Pour les essais réalisés dans des atmosphères à 80 % d'humidité, en raison de problèmes de désorption liés à la quantité d'eau piégée sur les tubes, certains résultats ont dû être éliminés (et ne rentrent donc pas dans le calcul de la dispersion sur le débit présenté dans le tableau).

9.5. DETERMINATION DE L'INCERTITUDE LIEE AUX FACTEURS ENVIRONNEMENTAUX

L'incertitude-type relative w_c due aux facteurs environnementaux (température, humidité et niveau de concentration) est calculée par la formule suivante :

$$w_c = \frac{u(X_{\text{Environnement}})}{X_{\text{Environnement}}} = \sqrt{\frac{(x_{ij} - y_{ij})^2}{12}} \times \frac{100}{D}$$

Avec :

- w_c l'incertitude-type relative sur le facteur de correction lié à l'environnement,
- $u(X_{\text{Environnement}})$ l'incertitude-type sur le facteur de correction lié à l'environnement,
- $X_{\text{Environnement}}$ le facteur de correction lié à l'environnement comprenant l'effet température, hygrométrie, vitesse d'air, interférents et de moyennage,

- x_{ij} le débit d'échantillonnage moyen maximal obtenu pour l'ensemble des essais (ml/min),
- y_{ij} le débit d'échantillonnage moyen minimal obtenu pour l'ensemble des essais (ml/min),
- D la valeur de référence du débit d'échantillonnage (ml/min).

Conditions standards						
Type de tube	Durée d'exposition	Vitesse de l'air (m.s ⁻¹)	T (°C)	HR (%)	[Benzène] (µg.m ⁻³)	Débits (ml.min ⁻¹)
CPX	7 j	1	20	50	5	0,6 = D
CPB	7 j	1	20	50	5	0,6 = D
Conditions limites basses						
Type de tube	Durée d'exposition	Vitesse de l'air (m.s ⁻¹)	T (°C)	HR (%)	[Benzène] (µg.m ⁻³)	Débits (ml.min ⁻¹)
CPX	7 j	1	10	20	~ 3	0,31 = y _{ij}
CPB	7 j	1	10	20	~ 3	0,38 = y _{ij}
Conditions limites hautes						
Type de tube	Durée d'exposition	Vitesse de l'air (m.s ⁻¹)	T (°C)	HR (%)	[Benzène] (µg.m ⁻³)	Débits (ml.min ⁻¹)
CPX	14 j	1	30	80	~ 25	0,52 = x _{ij}
CPB	14 j	1	30	80	~ 25	0,45 = x _{ij}

Tableau 4 : Conditions standards, limites basses et hautes considérées pour le calcul de l'incertitude liée aux conditions environnementales

Ainsi, l'incertitude-type relative liée aux conditions environnementales peut être évaluée à 9 et 2 % pour les tubes CPX et CPB respectivement.

Ces résultats corroborent les conclusions de la campagne menée à Carling au cours de laquelle les performances du CPX s'étaient révélées moins bonnes que celles du CPB en particulier en ce qui concerne la reproductibilité.

Ces valeurs d'incertitude sont faibles, mais il est important de rappeler que l'utilisation du tube à diffusion axiale Perkin-Elmer est limitée par les concentrations ambiantes en benzène devant être supérieures à 2 µg.m⁻³. Les masses en benzène prélevées sur les tubes dans ces conditions de concentration correspondent à 10 ng environ (pour un prélèvement à 0,6 ml.min⁻¹ pendant 7 jours dans une atmosphère à 2 µg.m⁻³ en benzène) soit à peine deux fois plus élevées que le niveau des limites de quantification de la méthode analytique (de l'ordre de 5 ng).

9.6. EXEMPLES D'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE POUR LES ECHANTILLONNEURS PERKIN-ELMER REMPLIS DE CPX/CPB

Des exemples de calcul de l'incertitude associée au mesurage de la concentration de benzène en utilisant des tubes à diffusion axiale Perkin-Elmer soit remplis de CPX, soit remplis de CPB, sont présentés ci-après avec un débit d'échantillonnage fixe de 0.6 ml min⁻¹.

Afin d'évaluer l'incertitude lors de prélèvements réalisés dans des atmosphères très peu concentrées, un exemple est également donné dans ces conditions.

Les calculs sont basés :

- sur des données issues d'essais réalisés par l'INERIS,
- sur des données issues de Météo France,
- pour certains paramètres d'influence, sur les valeurs des critères de performance spécifiés dans la norme européenne NF EN 14662-4 : 2005.

Il est rappelé que l'objectif de ces exemples numériques est de montrer de façon concrète comment mener le calcul d'incertitude et que les résultats des calculs ne doivent par conséquent pas être considérés comme une évaluation de la méthode de mesure.

Tableau 5 : Calcul de l'incertitude-type sur la masse de benzène (Perkin-Elmer / CPX)

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Unité de X_i	Contributions à $u(X_i)$	Données sources ayant servi à calculer $u(X_i)$	Source	$u(X_i)/X_i$	$(u(X_i)/X_i)^2$	Contribution à l'incertitude-type (en %)
$m_{\text{modélisée}}$	0,025	μg	Influence de la linéarité sur la masse analysée	1,58 %	Données INERIS	$1,580 \cdot 10^{-2}$	$2,496 \cdot 10^{-4}$	29,4
$X_{\text{Répétabilité}}$	1	-	Répétabilité de la méthode d'analyse	0,82 %	Données INERIS	$8,200 \cdot 10^{-3}$	$6,724 \cdot 10^{-5}$	7,9
X_{Etalons}	1	-	Influence des étalons liquides préparés par gravimétrie	2,00 %	norme	$2,000 \cdot 10^{-2}$	$4,000 \cdot 10^{-4}$	47,1
$X_{\text{Dérive}}$	1	-	Dérive entre deux étalonnages	1,15 %	Données INERIS	$1,150 \cdot 10^{-2}$	$1,323 \cdot 10^{-4}$	15,6
$X_{\text{Sélectivité}}$	1	-	Influence de la sélectivité de la méthode (interférents)	Négligeable	norme	-	-	-
$X_{\text{Stabilité}}$	1	-	Influence de la stabilité des échantillons	Négligeable	Données INERIS	-	-	-

Somme	$8,491 \cdot 10^{-4}$
Incertitude-type (%)	2,9
Incertitude-type (μg)	0,00073
U (k=2) (μg)	0,001

Tableau 6 : Calcul de l'incertitude sur la concentration de benzène (Perkin-Elmer / CPX)

Grandeur d'entrée Xi du modèle mathématique	Valeur de Xi	Unité de Xi	Contributions à u(Xi)	Données sources ayant servi à calculer u(Xi)		Source	u(Xi)/Xi	(u(Xi)/Xi) ²	Contribution à l'incertitude-type (en %)
$m_{mesurée}$	0,03	µg	Masse	0,0007	µg	Tableau n°5	0,0291	$8,49.10^{-4}$	5,9
D	0,6	ml/min	Répétabilité	0,02	ml/min	Données INERIS	0,03	$1,11.10^{-3}$	7,7
			Conditions environnementales	9,00	%	Données INERIS	0,09	$8,10.10^{-3}$	55,9
			Efficacité de l'adsorbant	Négligeable		Norme	-	-	-
			Corps diffusif	Négligeable		-	-	-	-
t	10080	min	Temps de prélèvement	Négligeable	%	Norme	-	-	-
d	1	%	Efficacité de désorption	3,50	%	Données INERIS	$3,50.10^{-2}$	$1,23.10^{-3}$	8,5
\bar{P}_{atm}	101,79	kPa	Pression moyenne de prélèvement	4,00	%	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00.10^{-2}$	$1,60.10^{-3}$	11,0
\bar{T}	285,21	K	Température moyenne de prélèvement	4,00	%	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00.10^{-2}$	$1,60.10^{-3}$	11,0

C(µg/m³) 4,00

Somme	0,0145
U(k=2) (%)	24,07
U(k=2) (µg/m ³)	1,0

Tableau 7 : Calcul de l'incertitude sur la concentration de benzène (Perkin-Elmer / CPB)

Grandeur d'entrée Xi du modèle mathématique	Valeur de Xi	Unité de Xi	Contributions à u(Xi)	Données sources ayant servi à calculer u(Xi)		Source	$u(X_i)/X_i$	$(u(X_i)/X_i)^2$	Contribution à l'incertitude-type (en %)
$m_{mesurée}$	0,03	µg	Masse	0,0007	µg	Tableau n°5	0,0291	$8,49.10^{-4}$	12,5
D	0,6	ml/min	Répétabilité	0,02	ml/min	Données INERIS	0,03	$1,11.10^{-3}$	16,4
			Conditions environnementales	2,00	%	Données INERIS	0,02	$4,00.10^{-4}$	5,9
			Efficacité de l'adsorbant	Négligeable		Norme	-	-	-
			Corps diffusif	Négligeable		-	-	-	-
t	10080	min	Temps de prélèvement	Négligeable	%	Norme	-	-	-
d	1	%	Efficacité de désorption	3,50	%	Données INERIS	$3,50.10^{-2}$	$1,23.10^{-3}$	18,1
\bar{P}_{atm}	101,79	kPa	Pression moyenne de prélèvement	4,00	%	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00.10^{-2}$	$1,60.10^{-3}$	23,6
\bar{T}	285,21	K	Température moyenne de prélèvement	4,00	%	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00.10^{-2}$	$1,60.10^{-3}$	23,6

C(µg/m³) 4,00

Somme	0,0068
U(k=2) (%)	16,47
U(k=2) (µg/m ³)	0,7

Tableau 8 : Calcul de l'incertitude-type sur la masse de benzène en condition de faible concentration (Perkin-Elmer / CPB)

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Unité de X_i	Contributions à $u(X_i)$	Données sources ayant servi à calculer $u(X_i)$	Source	$u(X_i)/X_i$	$(u(X_i)/X_i)^2$	Contribution à l'incertitude-type (en %)
$m_{\text{modélisée}}$	0,01	μg	Influence de la linéarité sur la masse analysée	1,58 %	Données INERIS	$1,580 \cdot 10^{-2}$	$2,496 \cdot 10^{-4}$	0,6
$X_{\text{Répétabilité}}$	1	-	Répétabilité de la méthode d'analyse	20,00 %	Données INERIS – campagne de Carling	$2,000 \cdot 10^{-1}$	$4,000 \cdot 10^{-2}$	98,1
$X_{\text{Étalons}}$	1	-	Influence des étalons liquides préparés par gravimétrie	2,00 %	Norme	$2,000 \cdot 10^{-2}$	$4,000 \cdot 10^{-4}$	1,0
$X_{\text{Dérive}}$	1	-	Dérive entre deux étalonnages	1,15 %	Données INERIS	$1,150 \cdot 10^{-2}$	$1,323 \cdot 10^{-4}$	0,3
$X_{\text{Sélectivité}}$	1	-	Influence de la sélectivité de la méthode (interférents)	Négligeable	Norme	-	-	-
$X_{\text{Stabilité}}$	1	-	Influence de la stabilité des échantillons	Négligeable	Données INERIS	-	-	-

Somme	$4,078 \cdot 10^{-2}$
Incertitude-type (%)	20,2
Incertitude-type (μg)	0,00202
U (k=2) (μg)	0,004

Tableau 9 : Calcul de l'incertitude sur la concentration de benzène en condition de faible concentration (Perkin-Elmer / CPB)

Grandeur d'entrée X_i du modèle mathématique	Valeur de X_i	Unité de X_i	Contributions à $u(X_i)$	Données sources ayant servi à calculer $u(X_i)$	Source	$u(X_i)/X_i$	$(u(X_i)/X_i)^2$	Contribution à l'incertitude-type (en %)
$m_{mesurée}$	0,01	μg	Masse	0,0020 μg	Tableau n°7	0,2019	$4,08 \cdot 10^{-2}$	87,3
D	0,6	ml/min	Répétabilité	0,02 ml/min	Données INERIS	0,03	$1,11 \cdot 10^{-3}$	2,4
			Conditions environnementales	2,00 %	Données INERIS	0,02	$4,00 \cdot 10^{-4}$	0,9
			Efficacité de l'adsorbant	Négligeable	Norme	-	-	-
			Corps diffusif	Négligeable	-	-	-	-
t	10080	min	Temps de prélèvement	Négligeable %	Norme	-	-	-
d	1	%	Efficacité de désorption	3,50 %	Données INERIS	$3,50 \cdot 10^{-2}$	$1,23 \cdot 10^{-3}$	2,6
\bar{P}_{atm}	101,79	kPa	Pression moyenne de prélèvement	4,00 %	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00 \cdot 10^{-2}$	$1,60 \cdot 10^{-3}$	3,4
\bar{T}	285,21	K	Température moyenne de prélèvement	4,00 %	Données météo + Incertitude de la norme	$4,00 \cdot 10^{-2}$	$1,60 \cdot 10^{-3}$	3,4

C($\mu\text{g}/\text{m}^3$) **1,60**

Somme	0,0467
U(k=2) (%)	43,23
U(k=2) ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0,7

Alors que les valeurs de l'incertitude globale sur les mesures de benzène dans des conditions de concentration d'environ $5 \mu\text{g.m}^{-3}$, sont de l'ordre de 16 et 24 % pour les tubes Perkin-Elmer remplis de CPB et ceux remplis de CPX respectivement, cette incertitude est largement plus élevée et peut atteindre des valeurs de l'ordre de 40 % pour les Perkin-Elmer-CPB lorsque les concentrations en benzène sont faibles (de $\sim 2 \mu\text{g.m}^{-3}$).

Il est à noter que pour le calcul d'incertitude dans des conditions de concentration faible, c'est essentiellement la répétabilité de la méthode qui est impactée. Une valeur de l'ordre de 20 % a été choisie alors que des valeurs supérieures à 50 % ont pu être observées certains jours au cours de la campagne de Carling. De ce fait, sous certaines conditions, des valeurs d'incertitude plus élevées que celle de 40 % présentée ici pourraient être envisagées.

9.6. CONCLUSIONS

Les travaux réalisés dans la chambre d'exposition de l'INERIS au cours de l'année 2009 afin de compléter le calcul d'incertitude de mesure du benzène par tubes à diffusion axiale Perkin-Elmer, corroborent les résultats de la campagne de mesure réalisés sur le site de Carling en 2008 qui avaient pour but d'évaluer les performances de ces tubes dans des conditions dites extrêmes hautes :

- Les performances des tubes Perkin-Elmer remplis de CPX sont moins bonnes en particulier en ce qui concerne la reproductibilité (observation terrain) et l'influence des paramètres environnementaux (9 % d'incertitude pour les Perkin-Elmer - CPX et 2 % pour les Perkin-Elmer - CPB).
- L'utilisation des tubes passifs Perkin-Elmer est limitée par les niveaux de concentration en benzène dans l'atmosphère du fait de leur faible débit de prélèvement. Il convient de s'assurer que la masse prélevée soit au moins dix fois plus importante que les niveaux de blanc des tubes. De manière générale, des mesures de benzène pendant 7 jours par tubes passifs Perkin-Elmer ne sont pas recommandées dans des atmosphères présentant des concentrations inférieures à $2 \mu\text{g.m}^{-3}$.
- De ce fait, malgré les faibles valeurs d'incertitude globale comprises entre 16 et 25 % avec du CPB, le tube à diffusion axiale Perkin-Elmer demeure une mesure indicative au sens de la directive.
- Contrairement au tube passif Radiello dont le débit de prélèvement est beaucoup plus élevé et dont la gamme de validité s'étend de concentrations en benzène inférieures à $2 \mu\text{g.m}^{-3}$ à $10 \mu\text{g.m}^{-3}$, le tube passif Perkin-Elmer peut être utilisé dans des conditions de concentrations élevées, c'est à dire de 2 à $25 \mu\text{g.m}^{-3}$ (voire au-delà comme cela a pu être montré au cours de la campagne de Carling), en privilégiant le CPB. Les deux types de tubes semblent donc complémentaires.
- Il est cependant important de rappeler qu'une mesure indicative peut se faire en deçà de la valeur limite de $5 \mu\text{g.m}^{-3}$, valeurs pour lesquelles les tubes Perkin-Elmer ne sont pas adaptés. Leur utilisation peut en revanche être envisagée pour des campagnes de mesure ponctuelles.

9.7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Rapport LCSQA 2008, Comparaison des mesures de benzène réalisées sur un site industriel par deux méthodes : analyseur automatique et tube passif Perkin-Elmer (Carbopack B et Carbopack X) (5/5), (S FABLE, L CHIAPPINI), disponible sur <http://www.lcsqa.org/thematique/metrologie/surveillance-du-benzene-2>

Norme européenne NF EN 14662-4 : 2005 (Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en benzène – Partie 4 : Prélèvement par diffusion suivi d'une désorption thermique et d'une analyse par chromatographie en phase gazeuse)

10. PERSPECTIVES

En 2010, le LCSQA propose de :

- ✓ Finaliser la partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique,
- ✓ Finaliser la partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans l'air ambiant (incluant la méthode de prélèvement avec les HVS),
- ✓ Finaliser la partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de plomb, de cadmium, d'arsenic et de nickel réalisés sur site dans l'air ambiant (incluant les méthodes de prélèvement avec les LVS),
- ✓ Publier ces 3 parties du guide sous la forme de fascicules de documentation AFNOR.

11. ANNEXES

11.1. ANNEXE 1 : PROGRAMME DE TRAVAIL 2009

Métrologie - Assurance qualité

Programme pluriannuel

REDACTION DE GUIDES PRATIQUES DE CALCUL D'INCERTITUDE ET FORMATION DES AASQA

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

1. OBJECTIF

L'objectif de cette étude est de :

- ✓ Rédiger un guide pratique de calcul d'incertitude structuré en plusieurs parties pour chaque polluant et chaque type de mesure, afin d'harmoniser les pratiques d'estimation des incertitudes mises en œuvre par les AASQA,
- ✓ Former les AASQA au calcul d'incertitudes en s'appuyant sur ce guide d'incertitudes.

2. CONTEXTE ET TRAVAUX ANTERIEURS

Depuis 2005, le LCSQA a entrepris de rédiger un guide pratique en plusieurs parties pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluants dans l'air ambiant.

- ✓ 1^{ère} partie : Généralités sur les incertitudes ⇒ Partie publiée sous la forme d'un fascicule de documentation en avril 2007 par l'AFNOR,
- ✓ 2^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site ⇒ Partie publiée sous la forme d'un fascicule de documentation en avril 2007 par l'AFNOR,
- ✓ 3^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse ⇒ Partie en cours de publication par l'AFNOR,
- ✓ 4^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisés sur site par tube à diffusion suivis d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire ⇒ Partie publiée sous la forme d'un fascicule de documentation en juillet 2008 par l'AFNOR,
- ✓ 5^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique ⇒ Partie en cours de rédaction,
- ✓ 6^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par pompage suivis d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse ⇒ Partie en cours de publication par l'AFNOR,
- ✓ 7^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans l'air ambiant ⇒ Partie en cours de rédaction,
- ✓ 8^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de plomb, de cadmium, d'arsenic et de nickel réalisés sur site dans l'air ambiant ⇒ Partie en cours de rédaction.

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

Le LNE anime le groupe de travail GT « Incertitudes » qui est composé de l'INERIS, de l'EMD et d'AASQA : ce groupe de travail a été mis en place en février 2005 afin d'examiner et de valider les documents élaborés par le LCSQA.

3. TRAVAUX PROPOSES POUR 2009

En 2009, le LCSQA propose de :

- ✓ Finaliser la 5^{ème} partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique,
- ✓ Finaliser les 7^{ème} et 8^{ème} parties du guide portant sur l'estimation des incertitudes pour les mesurages de HAP et de métaux lourds et incluant les méthodes de prélèvement avec les HVS et les LVS,
- ✓ Animer des sessions de formation des AASQA à l'estimation des incertitudes (3 sessions portant sur la mise en application de la 2^{ème} partie du guide concernant les mesures automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO effectuées dans l'air ambiant sont déjà programmées),
- ✓ Poursuivre l'animation du groupe de travail GT « Incertitudes ».

4. COLLABORATION

- AASQA
- MEEDDAT, ADEME

5. DUREE DES TRAVAUX

Ces travaux seront effectués sur un an.

6. PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX

- Tatiana Macé (coordinateur)
- Guillaume Labarraque, Béatrice Lalere

11.2. ANNEXE 2 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 26/01/2009 DU GT "INCERTITUDES"



COMPTE-RENDU DE LA REUNION DU 26/01/2009
REUNION INTERNE « LCSQA » SUR L'ELABORATION DES GUIDES DE
CALCUL D'INCERTITUDE

Participants : C. Raventos (INERIS)
F. Mathé, L. Alleman (EMD)
B. Lalere, G. Labarraque, T. Macé (LNE)

Date : Lundi 26 janvier 2009

Destinataires : C. Raventos, E. Leoz (INERIS)
F. Mathé, L. Alleman (EMD)
B. Lalere, G. Labarraque, T. Macé, S. Vaslin-Reimann (LNE)
E. Chambon (LCSQA)
C. Phillips (ADEME)
M. Rico, E. Chappaz (MEEDDAT)

Rédacteur : Tatiana Macé

Ordre du jour :

Dans le cadre de l'élaboration de guides de calcul d'incertitude, l'objectif de la réunion du 26 janvier 2009 était de définir et de planifier les travaux 2009 d'appui technique au dispositif national de surveillance de la qualité de l'air (cf. étude LCSQA 2009 n° 1/3).

Compte-rendu :

A ce jour, le guide d'estimation des incertitudes pour les mesures effectuées dans l'air ambiant (commencé en 2005) est constitué de 5 parties dont l'état est détaillé ci après:

- ✓ 1^{ère} partie : Généralités sur les incertitudes ⇒ *Partie publiée sous la forme du fascicule de documentation FD X43-070-1 en avril 2007 par l'AFNOR,*
- ✓ 2^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site ⇒ *Partie publiée sous la forme du fascicule de documentation FD X43-070-2 en avril 2007 par l'AFNOR,*
- ✓ 3^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisées sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse ⇒ *Partie publiée sous la forme du fascicule de documentation FD X43-070-3 en décembre 2008 par l'AFNOR,*
- ✓ 4^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de dioxyde d'azote réalisé sur site par la méthode manuelle du tube à diffusion suivie d'une analyse spectrophotométrique en laboratoire ⇒ *Partie publiée sous la forme du fascicule de documentation FD X43-070-4 en juillet 2008 par l'AFNOR,*
- ✓ 5^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique ⇒ *Partie en cours de rédaction,*
- ✓ 6^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de benzène réalisés sur site par la méthode de prélèvement par pompage suivie d'une désorption thermique et d'une analyse chromatographique en phase gazeuse ⇒ *Partie publiée sous la forme du fascicule de documentation FD X43-070-5 en décembre 2008 par l'AFNOR,*
- ✓ 7^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P réalisés sur site dans l'air ambiant ⇒ *Partie en cours de rédaction,*
- ✓ 8^{ème} partie : Estimation des incertitudes sur les mesurages de plomb, de cadmium, d'arsenic et de nickel réalisés sur site dans l'air ambiant ⇒ *Partie en cours de rédaction.*

Travaux à effectuer en 2009

Les travaux à effectuer en 2009 sont les suivants :

- ✓ Finaliser la 5^{ème} partie du guide portant sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique,
- ✓ Finaliser les 7^{ème} et 8^{ème} parties du guide portant sur l'estimation des incertitudes pour les mesurages de B[a]P et de métaux ; il sera nécessaire d'y inclure les méthodes de prélèvement avec les HVS et les LVS,
- ✓ Animer des sessions de formation des AASQA à l'estimation des incertitudes (3 sessions portant sur la mise en application de la 2^{ème} partie du guide concernant les mesures automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO effectuées dans l'air ambiant sont déjà programmées).

□ Planification des travaux sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations en métaux (Partie 8 du guide)

Programmation des travaux :

- ✓ **Jusqu'au 3 avril 2009 :** L. Alleman estime l'incertitude élargie (prélèvement + analyse) pour les métaux afin de pouvoir disposer d'un exemple d'application numérique dans la partie 8 du guide comme cela a été fait auparavant pour les autres composés (⇒ **EMD**) ;
- ✓ **3 avril 2009 :** L. Alleman envoie le calcul à T. Macé (⇒ **EMD**) ;
- ✓ **25 avril 2009 :** Après homogénéisation de la partie 8 par rapport à la partie 7, T. Macé renvoie une nouvelle version de la partie 8 du guide à L. Alleman (⇒ **LNE**) ;
- ✓ L. Alleman envoie le document aux laboratoires participant à l'EIL (Exercice Inter Laboratoire) sur l'analyse des métaux dans l'air ambiant organisé par l'EMD en 2009 en leur demandant d'estimer leurs incertitudes comme indiqué dans cette partie 8 du guide (⇒ **EMD**) ;
- ✓ **10, 12 ou 17 novembre 2009 (à définir ultérieurement) :** Organisation d'une réunion avec les laboratoires participant à l'EIL de façon à bénéficier de leur retour d'expérience (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ Prise en compte des commentaires des laboratoires participant à l'EIL (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Fin novembre 2009 :** renvoi d'une nouvelle version de la partie 8 aux AASQA membres du GT "Incertitudes" pour commentaires par mail (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Décembre 2009 :** Intégration des commentaires des AASQA membres du GT "Incertitudes" et envoi du document finalisé à l'AFNOR pour publication sous forme de fascicule de documentation (⇒ **LNE**).

□ Planification des travaux sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations en B[a]P (Partie 7 du guide)

Programmation des travaux :

- ✓ **Jusqu'en juin 2009 :** C. Raventos retravaille sur la partie prélèvement (DA80) et plus particulièrement sur le réglage du débit de consigne du préleveur DA80 d'une part et sur les étalonnages des différents capteurs effectués (théorie + essais) ; une enquête auprès de l'ensemble des AASQA sera effectuée pour connaître leurs modes opératoires. Puis, après synthèse des différents éléments, C. Raventos propose un ou plusieurs modes opératoires pour l'utilisation de cet appareil incluant l'estimation théorique des incertitudes (⇒ **INERIS**) ;
- ✓ **22 juin 2009 :** C. Raventos envoie les documents de travail à T. Macé (⇒ **INERIS**) ;
- ✓ **Fin juin 2009 :** Après relecture, T. Macé envoie le document décrivant le(s) mode(s) opératoire(s) aux AASQA pour commentaires éventuels (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Juillet 2009 :** Intégration des documents relatifs au prélèvement dans la partie 7 du guide (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Jusqu'en septembre 2009 :** C. Raventos estime l'incertitude élargie (prélèvement + analyse) pour le B[a]P afin de pouvoir disposer d'un exemple d'application numérique dans la partie 7 du guide comme cela a été fait auparavant pour les autres composés (⇒ **INERIS**) ;
- ✓ **18 septembre 2009 :** C. Raventos envoie le calcul à T. Macé (⇒ **INERIS**) ;
- ✓ **En novembre 2009 (à définir ultérieurement) :** voir avec E. Leoz si une réunion avec les laboratoires d'analyse peut être intéressante pour qu'ils fassent part de leur retour d'expérience ; si une réunion est organisée, leur envoyer au préalable le guide (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ Prise en compte des commentaires des laboratoires (⇒ **LNE**) ;

- ✓ **Fin novembre 2009 :** renvoi d'une nouvelle version de la partie 7 aux AASQA du GT "Incertitudes" pour commentaires par mail (⇒ **LNE**) ;
 - ✓ **Décembre 2009 :** Intégration des commentaires des AASQA du GT "Incertitudes" et envoi du document finalisé à l'AFNOR pour publication sous forme de fascicule de documentation (⇒ **LNE**).
- Planification des travaux sur l'estimation des incertitudes sur les concentrations en particules (Partie 5 du guide)

Programmation des travaux :

- ✓ **Janvier 2009 :** Lors de la réunion du GT "Incertitudes" du 12 novembre dernier, M. Bobbia (Air Normand) avait indiqué que les formules au paragraphe 4 de la partie 5 du guide ne rendaient pas totalement compte de la procédure d'ajustement des données et de l'incertitude associée. M. Bobbia avait accepté de reprendre les formules et de faire une proposition au GT "Incertitudes" au cours du premier trimestre 2009 (cf. CR du 12 novembre 2009). T. Macé reprend contact avec M. Bobbia (⇒ **LNE**) ;
 - ✓ **Jusqu'en mars 2009 :** F. Mathé est chargé dans le cadre du programme annuel du LCSQA de peser des filtres étalons et de les mettre ensuite à disposition des AASQA. Suite aux remarques des AASQA lors de la réunion du GT "Incertitudes" du 12 novembre dernier, les valeurs de pesées obtenues seront exploitées par F. Mathé pour estimer une erreur maximale tolérée pour la dérive de la masse du filtre étalon entre deux étalonnages du TEOM. De plus, F. Mathé reprendra le paragraphe 5.1. de la partie 5 du guide pour tenir compte d'une remarque formulée par D. Durant (ATMO Lorraine Nord) lors de cette réunion (cf. CR du 12 novembre 2009) (⇒ **EMD**) ;
 - ✓ **13 mars 2009 :** F. Mathé envoie ces éléments à T. Macé (⇒ **EMD**) ;
 - ✓ **Avril 2009 :** Prise en compte de ces éléments dans la partie 5 du guide (⇒ **LNE**) ;
 - ✓ **5 mai 2009 :** Lors de la réunion du GT "Incertitudes" du 12 novembre dernier, M. Bobbia avait indiqué que la formule (21) de la partie 5 du guide sous-estimait le plus souvent l'incertitude sur la concentration massique journalière de particules mesurées par le TEOM. Il souhaitait que les variables aléatoires et systématiques soient identifiées pour rendre la formule (21) plus précise. Il avait donc été décidé qu'une réunion en groupe restreint serait organisée pour classer les incertitudes en variables aléatoires et systématiques et pour faire une application numérique sur une concentration massique journalière. T. Macé reprend contact avec M. Bobbia (Air Normand) et C. Debert (AIRPARIF) pour organiser cette réunion (⇒ **LNE**) ;
 - ✓ **Jusqu'en septembre 2009 :** T. Macé intègre les nouveaux éléments traités dans la partie 5 du guide et renvoie une nouvelle version de cette partie aux AASQA membres du GT "Incertitudes" (⇒ **LNE**) ;
 - ✓ **29 septembre 2009 :** Réunion du GT "Incertitudes" pour examiner la nouvelle version de la partie 5 du guide (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
 - ✓ **Jusqu'en décembre 2009 :** Intégration des commentaires des AASQA du GT "Incertitudes" et envoi du document finalisé à l'AFNOR pour publication sous forme de fascicule de documentation (⇒ **LNE**).
- Planification des travaux sur la rédaction du document portant sur le retour d'expérience sur la mise en œuvre de la partie 2 du guide (Estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO_x, NO₂, O₃ et CO réalisés sur site)

Rappel du contexte :

Lors de la réunion du GT "Incertitudes" du 26 juin 2008, une présentation des problèmes rencontrés par les AASQA membres du GT « Incertitudes » lors de l'application de la partie 2 du guide avait été faite par C. Debert (AIRPARIF) et A. Bouchain (ASQAB).

Ce travail avait permis de discuter d'un certain nombre de points portant principalement sur l'estimation des incertitudes-types liées aux différentes contributions de l'incertitude de mesure des polluants gazeux « classiques ».

A partir de ce travail et des conclusions des différentes discussions, il avait été décidé de rédiger un document de synthèse qui serait complété à la suite des sessions de formation.

Une première version de ce document avait été rédigée au cours de l'été 2008.

- ✓ **Fin février 2009 :** T. Macé complète ce document de synthèse à partir des éléments évoqués lors des premières sessions de formation (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Début mars 2009 :** Envoi du document à F. Mathé, C. Raventos, C. Debert (AIRPARIF) et A. Bouchain (ASQAB) (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ **26 mars 2009 :** Réunion entre T. Macé, F. Mathé, C. Raventos, C. Debert (AIRPARIF) et A. Bouchain (ASQAB) pour discuter de ce document dans les locaux d'AIRPARIF (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ Intégration des commentaires et des remarques par T. Macé (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **Début juin 2009 :** C. Raventos finalise le tableau récapitulatif sur les caractéristiques de performance des analyseurs et l'envoi à T. Macé et F. Mathé (⇒ **INERIS**) ;
- ✓ **Début juin 2009 :** T. Macé reprend les tableurs de la partie 2 du guide et les modifie pour qu'ils puissent être diffusables à toutes les AASQA (un tableur pour NO et NO₂ et un tableur pour SO₂, CO et O₃) (⇒ **LNE**) ;
- ✓ **16 juin 2009 :** Réunion du GT "Incertitudes" pour examiner le document de synthèse, le tableau récapitulatif sur les caractéristiques de performance des analyseurs et les tableurs (concernant les tableurs, il est important de préciser dès à présent que l'emploi des tableurs est sous la responsabilité de l'utilisateur et que seuls les FD « font foi ») (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ **Courant dernier trimestre 2009 :** Envoi des documents à l'ensemble des AASQA (⇒ **LNE**).

□ Planification des sessions de formation à l'estimation des incertitudes pour les AASQA

Trois sessions de formation à l'estimation des incertitudes pour les AASQA sont programmées pour 2009 :

- ✓ **Les 19 et 20 janvier 2009 :** dans le sud-est (Montpellier) avec Air LR, ATMO PACA, Qualitair Corse et AIRFOBEP (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ **Les 16 et 17 mars 2009 :** à Paris avec AAP2, Air Pays de la Loire, ATMO Nord Pas de Calais, AIRCOM, ATMO Rhône-Alpes et ORA Réunion (⇒ **LNE/EMD/INERIS**) ;
- ✓ **Les 18 et 19 mars 2009 :** à Paris avec Qualitair Corse, Air Pays de la Loire, Air Breizh, Lig'Air, ATMO Picardie et AIRPARIF (⇒ **LNE/EMD/INERIS**).

□ Points divers

F. Mathé se demande quels sont les moyens à notre disposition pour recommander l'utilisation des fascicules de documentation pour l'estimation des incertitudes dans le domaine de l'air ambiant.

C. Raventos indique que les fascicules pourraient être mentionnés dans des arrêtés ministériels et/ou dans les référentiels du COFRAC.

Après la réunion, C. Raventos a repris ces référentiels pour déterminer si les fascicules de documentation y étaient nommés.

Il apparaît que l'arrêté relatif aux normes référence les normes applicables dans les domaines de l'émission, de l'air ambiant et de l'eau. Par contre, même dans la dernière version de mi-décembre, il n'est pas cité les fascicules sur les incertitudes ni pour le domaine de l'émission, ni pour celui de l'air ambiant.

Pour ce qui est de l'évolution du programme 97, le COFRAC a élaboré pour les mesures à l'émission le LAB REF 22 qui définit donc des exigences spécifiques au cas des mesures à l'émission. Dans ce document sont référencés les fascicules de documentation sur les incertitudes dans la liste des normes et il est écrit que les laboratoires sont invités à suivre ces documents pour estimer l'incertitude de leurs mesurages. C. Raventos a posé la question au COFRAC pour savoir s'il y aurait quelque chose d'équivalent pour l'air ambiant. Madame MEHAY (COFRAC) a répondu qu'il était prévu de faire un guide technique d'accréditation (LAB GTA) puisque jusqu'à présent le COFRAC n'avait pas d'exigences spécifiques (EA ou réglementaires). Le contenu sera le même qu'à l'émission, mais formulé en termes de recommandations et non d'exigences.

11.3. ANNEXE 3 : COMPTE-RENDU DE LA REUNION DES 15-16/10/2009 DU GT "INCERTITUDES"



**RELEVÉ DE DECISIONS DE LA REUNION DES 15-16/10/2009
DU GT "INCERTITUDES"**

Participants : D. Durant (ATMO Lorraine Nord)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ATMO Franche Comté)
S. Cloteaux (ASPA)
M. Duval (AIR APS)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
M. Charuel (AIR PL)
C. Raventos (INERIS)
T. Macé (LNE)

Date : 15-16 octobre 2009

Destinataires : C. Marzolf (AIR LR)
D. Durant (ATMO Lorraine Nord)
D. Loré (ATMO Rhône-Alpes)
C. Debert (AIRPARIF)
S. Lucas (ATMO PC)
A. Bouchain (ATMO Franche Comté)
M. Bobbia (AIR NORMAND)
F. Marty (AIRFOBEP)
M. Charuel (AIR PL)
G. Clauss, S. Cloteaux (ASPA)
M. Duval (AIR APS)
C. Raventos (INERIS)
F. Mathé (EMD)
E. Chambon (LCSQA)
G. Aymoz, C. Phillips (ADEME)
E. Chappaz (MEEDDM)
T. Macé, S. Vaslin-Reimann (LNE)

Rédacteur : Tatiana Macé

Ordre du jour :

La présente réunion a porté sur les 2 points suivants.

Le premier point a consisté à examiner le guide de recommandations techniques complémentaire au fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages automatiques de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO.

La démarche décrite dans le fascicule de documentation AFNOR FD X 43-070-2 et basée sur les préconisations du GUM a permis d'identifier les différentes contributions d'incertitude qu'il convient de combiner pour pouvoir estimer l'incertitude sur les mesurages de SO₂, NO, NO₂, NO_x, O₃ et CO dans les stations de mesure des AASQA.

Cependant, un retour d'expérience des AASQA et les sessions de formation organisées en 2008 et 2009 ont montré que certains points méritaient d'être plus détaillés pour que les AASQA puissent dérouler de façon autonome l'ensemble du calcul d'incertitude.

Pour cette raison, un guide de recommandations techniques complémentaire au fascicule AFNOR FD X 43-070-2 a été rédigé en 2009 par un sous-groupe de travail du GT "Incertainces" composé d'AIRPARIF, d'ATMO Franche Comté, d'ATMO PC et du LCSQA.

Le second point a consisté à examiner la partie 5 "Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique".

En 2009, un sous-groupe de travail du GT "Incertainces" composé d'AIRPARIF, d'AIR NORMAND et du LCSQA, a été constitué pour reprendre le chapitre sur l'ajustement des données PM de la partie 5 suite à la réunion du 12 novembre 2008.

Relevé de décisions :

□ Points divers

D. Loré (ATMO Rhône-Alpes), F. Marty (AIRFOBEP) et C. Marzolf (AIR LR) membres du GT "Incertainces", se sont excusés de ne pouvoir participer à la présente réunion.

□ Examen du guide de recommandations techniques

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

Lors de la réunion, suite aux discussions, M. Bobbia a proposé de re-rédiger le dernier paragraphe du chapitre 6.1.

Par ailleurs, concernant le tableau 4, il est décidé après discussion que l'incertitude de reproductibilité serait prise comme systématique sur l'ensemble des pas de temps allant de l'horaire à l'année : pour tenir compte de cette décision, le paragraphe portant sur "l'incertitude-type due à la reproductibilité" du chapitre 6.2 sera réécrit.

Dans les tableaux relatifs aux caractéristiques de performance des analyseurs, il sera précisé quelles caractéristiques sont issues directement des tableaux résumés des certificats établis par le TÜV ou par le MCERTS et quelles sont celles qui ont fait l'objet d'un retraitement des données.

□ Examen du chapitre portant sur l'ajustement des données PM de la partie 5 "Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique"

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

Pour être cohérent avec les décisions prises précédemment, l'incertitude de reproductibilité sera également considérée comme systématique : le document sera modifié en conséquence. Par contre, les covariances seront conservées en aléatoire. M. Bobbia reprendra l'application numérique en considérant l'incertitude de reproductibilité comme systématique.

Par ailleurs, M. Bobbia propose de mettre à disposition des AASQA un programme permettant d'estimer les covariances.

□ Poursuite des travaux

Suite à la présente réunion, les 2 documents seront repris par le LCSQA et renvoyés une dernière fois, aux membres du GT "Incertitudes".

Après prise en compte des remarques, la partie 5 sera envoyée à l'AFNOR pour diffusion sous la forme d'un fascicule de documentation.

T. Macé rappelle que les membres du GT "Incertitudes" sont sollicités pour fournir leurs remarques sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de métaux pour le 2 novembre 2009. Après prise en compte des remarques, il est décidé d'envoyer le document à l'AFNOR pour parution en fascicule de documentation.

T. Macé indique que la partie portant sur l'estimation des incertitudes sur les mesurages de B[a]P n'est pas complètement terminée : elle devrait être finalisée au début de l'année 2010. Le GT "Incertitude" sera sollicité pour donner des remarques par courrier. De même que précédemment, après prise en compte des remarques, le document sera transmis à l'AFNOR pour qu'il paraisse en fascicule de documentation.

M. Charuel demande s'il est toujours prévu que le LCSQA mette à disposition les tableurs excel qui ont été utilisés pour réaliser les applications numériques dans les guides : T. Macé indique que ces tableurs devraient être mis sur le site du LCSQA au début de l'année 2010.

T. Macé souligne que le GT "Incertitudes" ne se réunira plus pour l'instant, puisque les travaux pour lesquels il a été mandaté sont à présent pratiquement terminés.

T. Macé remercie chaleureusement l'ensemble des participants pour leur forte implication dans le groupe de travail depuis 5 ans, ce qui a permis de mener à bien les travaux prévus.

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

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
1	§1 page 2	/	Ge	Le calcul d'incertitude analyseur concerne quels analyseurs ? on parle de données issues des rapports d'approbation de type (soit les analyseurs approuvés) et dans le reste du document et dans les annexes ont fait référence à des rapports d'évaluation LCSQA (soit des analyseurs non approuvés) ? la partie 2 du guide porte exclusivement sur le calcul des incertitudes des analyseurs approuvés	Mieux préciser ce point à savoir soit le calcul ne concerne que les analyseurs approuvés soit ce guide de recommandation va un peu plus loin et traite également des autres analyseurs que nous avons en station.	Rajout d'une note à la fin du paragraphe 1.
2	§2.1 page 2	2 ^{ème} tiret	Ge	Injection du gaz en amont du porte filtre avec ou sans filtre (neuf ou usagé)	Préciser pour que le mode opératoire soit clair	Le deuxième tiret a été complété.
3	§2.1 page 2	/	Ge	Test perte de charge	Pourquoi ne pas détailler le test en entier	Non
4	§2.1 page 3	/	Ge	Test perte de charge inclus dans test influence de la ligne	Critère 2% ou 2+1=3%	Critère 2%
5	§2.1	2e item	Te	Avec ou sans filtre ?		Idem : le deuxième tiret a été complété.
6	§2.1	1%	te	1%: Critère non vérifiable si inclus dans les 2% de la ligne ? ne s'applique qu'en présence de pompe de collecteur ?		Critère 2%
7	§2.1		te	« Test influence de la ligne : ce test permettrait aussi d'évaluer la perte de charge dans la ligne » ⇒ Le test est à réaliser sur les collecteurs et non les lignes de prélèvement « simples ». Par ailleurs comment estimer la contribution de l'influence de la ligne et celle due à la perte de pression sur le résultat du test ?		Idem ci-dessus
8	§2.2	"il est admis (...)"	Te	Pas de correction ? comment le justifier face à un auditeur ?		Phrase du paragraphe 6.3 des normes 14611 et 14625 rajoutée dans le texte

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
9	§3.1	“réglé”	Te	Il pourrait être utile de préciser réglage en NO dans le cas des analyseurs NO/NO2/NOx, réglage également des analyseurs d'O3 (pas systématique dans les AASQA)		Pas de modification du texte
10	§ 3.2		te	Évoquer peut être l'effet de matrice ?		Rédaction d'une note au paragraphe 3.1
11	§3.2.1		ge	L'incertitude fournie par un laboratoire d'étalonnage associée à la prise en compte d'une dérive n'est pas proposée		Paragraphe complété
12	§3.2.1	2ppb ou 0.2ppm	Te	> limite détection (§ 9.6.1 sur les gaz d'essai des normes cen), pb vis-à-vis d'un auditeur ?		Non pris en compte
13	§3.2.2	Formule Emax	Te	Par expérience, maximalise bcp (médiane ? centile 90 ? modélisation si chute cte ?)		Idem ci-dessous
14	§3.2.2 à §4.3		ge	<p>« L'incertitude d'étalonnage sur les gaz points d'échelle à considérer à prendre en compte est la moyenne des incertitudes sur une année », c'est en décalage avec tout le reste du document car aucune moyenne n'est considérée, seuls des écarts/dérives/repro.....max sont utilisés.</p> <p>Il serait intéressant de</p> <ul style="list-style-type: none"> • préciser l'objectif du calcul d'incertitude : donner une incertitude représentative du parc d'instruments et/ou la pire des incertitudes qui risque d'ailleurs d'être bien supérieure à la cible des 15% et totalement décalé par rapport à l'ensemble du parc d'instrument • pour afficher une incertitude représentative du parc d'instruments, ajouter dans les propositions de calcul des estimateurs autres que les max constatés en loi uniforme, utiliser des moyennes/écart-types, la loi normale dès lors qu'on a suffisamment 		<p>E_{max} proposée suite aux sessions de formation : pratique la plus communément utilisée en AASQA d'où la proposition dans le document.</p> <p>Pas de modification du texte</p>

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
				de données		
15	§4	« moyen »	Te	Mesurage élémentaire=mesurage moyen -> Sur quel pas de temps ? (techniquement quelle type d'acquisition ?)		Pas de modification du texte.
16	§4.1	« Ces essais(...) »	Te	Ces essais ne sont imposés qu'en approbation type (par.8) et pas en fct sur site et contrôle qualité en routine (par.9)	préciser qu'on peut exploiter les résultats de rapports d'approbation type	Pas de modification du texte
17	§4.1.2	Fig.2	Te	Pourquoi des « sauts » sur le graphique ?		Phrase complétée dans le texte Après discussion, la figure 2 est enlevée Et la figure 1 est modifiée
18	§4.2.2 page 7	/	Ge	Cas ou on prend les écarts de concentration entre deux étalonnages : - sans intervention sur quoi ? les analyseurs et/ou les étalons - que faire quand on n'a pas utilisé le même étalon	préciser	Modification du texte
19	§4.3.1		Te	Linéarité à 6 niveaux : En approbation de type ou lors de l'installation initiale (cf. dernière phrase §9.3 EN14625 par exemple)	Remplacer « laboratoire » par « lors de l'installation initiale (en laboratoire avant l'installation ou sur site après l'installation) »	Modification du paragraphe 4.3.1
20	§4.3.2	« teneur de référence »	Te	Préciser que cela implique de posséder des niveaux de référence à différents points de concentration		Remplacer "teneurs de référence" par "teneurs générées"
21	§4.3.2	Xlinmax	Te	Xlin est min lorsque proche du point de réglage (le + souvent à la c° ou on nous demande de respecter les 15%, dommage dans ce cas de prendre le Xlin,max qui se trouvera probablement aux extrémités de plage)		Non pris en compte
22	§4.3.2 page 8	/	Ge	Mettre la même phrase que pour la répé « il est possible de considérer l'ens du parc.... »		La phrase a été rajoutée dans le paragraphe 4.3.2

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
						La note est également modifiée.
23	§4.4		Ge	Apparemment le type « proximité » ne serait plus utilisée en langage Ademe, les types d'implantation paramétrables sur XR sont « de fond », « industriel » ou « trafic », donc pour le SO ₂ : industriel ou trafic		Tableau non modifié, car le terme général "proximité" permet aux AASQA de choisir leurs sites
24	§4.4.1 page 8	/	Ge	A titre d'info d'où vient le tableau et est ce que les approbations de type ont respecté ce tableau		Idem rq 24
25	§4.5 page 8	/	Ed	Titre plutôt : incertitude due aux paramètres physiques		Titre modifié
26	§4.5.2	« conseillé de privilégier »	te	+ de valeurs que ceux réalisés en approbation type ?		Non pris en compte
27	§4.6.2	Coef de sensibilité	te	Je comprends : donnée d'entrée du calcul distincte d'un modèle à l'autre, c'est bien cela ?		Non pris en compte
28	§4.5.2		te	L'exemple de modélisation sur la température de gaz dans les lignes de prélèvement est réalisé à quelle température de la station : 20 °C ? Quid des lignes de diamètre 3 mm ?		Ajout "et une température en station de 20°C"
29	§4.5.2 page 9	/	Ed	Peut on mettre les références des normes pour le tableau 2		Sans objet
30	§4.5.2 page 10	/	Ed	Plage de variation T°: 20°C +/- ?? ou +/- 20°C		Pas de modification
31	§4.6	Après le tableau 3	ge	Essais de sensibilité des analyseurs aux interférents effectués par les AASQA, est-ce qu'ils sont à ce jour réalisés ou envisagés par une AASQA ?? Ces essais restent fastidieux à réaliser par une AASQA, s'il est nécessaire d'en réaliser, il serait intéressant couvert par les approbations de type ou si ce n'est pas possible qu'ils soient centralisés au niveau		Sans objet

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
				national par un seul laboratoire.		
32	§4.6.2	Tab 3	Te	Certains composés (toluène, xylènes) ne sont pas dans l'annexe technique A1 de la norme 14956, d'où proviennent alors ces données ? Par ailleurs pour l'H2O, l'annexe A1 du 14956 précise 30 à 90% dans l'air ambiant		Pas de modification
33	§5.	« arrondissage »	Te	Un retour d'expérience sur un test d'évaluation de l'arrondissement par iseo ou cegelec ?		Exemple numérique à rajouter. Paragraphe à finaliser
34	§6.1	« de ne pas utiliser »	te	Cela signifie t'il s(Cind,i)=0 ?		Modification de la phrase
35	§6.1		te	Définition de s(Cind,i)	Citer un ex : pour une moy horaire constituée de 3QH (manque 1QH), préciser que c'est l'écart type des 3 QH	Sans objet M. Bobbia proposera un texte sur le sujet.
36	§6.2		ed	Vr non défini il me semble.		A définir
37	§6.2	Cindi et Vr	Te	Préciser les définitions de ces 2 termes	Vr=incertitude type relative constante de Ci	Ok pour Vr, mais pas Cindi
38	§6.2	Incertitude-type due au raccordement	Te	« Vérification du réglage (...) en O3 » non cohérent avec le §3.1 (remarque n°4) précisant un réglage en 2 points.		Sans objet
39	§6.2	Rq générale sur ce §	Te	Remarque générale sur ce § : Cela signifie t'il qu'il faut utiliser les variances de chaque « élément constitutif » da manière décomposée ? Ex : pour le calcul d'une moyenne horaire, la variance composée u2Cmass, QH ne sera pas utilisée comme telle (c'est pourtant ce dont a quoi aboutissent les exemples de tableaux figurant en annexe de la partie 2 FD X43-070-2) mais chacune des variances la composant sera utilisée de manière individuelle, certaines en systématique, certaines en aléatoire ? c'est faisable pour les moyennes horaires mais devient très compliqué pour les moyennes qui		Modifier le tableau 4 pour la reproductibilité : mettre en systématique

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
				vont au-delà de l'horaire, les variances n'ayant été évaluées individuellement que pour le QH		
40	§6.2	Tableau 3	ge	Caractéristique systématique ou aléatoire d'une variable : Existe-t-il des enregistrements pour confirmer et documenter cette approche ?		Non
41	§7 page 18	/	Ed	Selon réponse commentaire 1 nécessité de mettre les données des rapports LCSQA pour les appareils non approuvés ?		Phrase modifiée dans le texte
42	§8	« exemple de tableur »	te	Ces tableurs Intégreront-ils la notion de moyenne temporelle ? (s'ils se limitent au calcul de l'incertitude globale sur le QH, cela risque d'être source d'incompréhension avec le §6)		Non
43	§9	Interférents : « (...) se simplifie (...) »	te	Pourtant à priori le calcul ne se limite pas à celui d'une seule valeur limite (ex SO2 : 350µg/m3 sur 1h, 125µg/m3 sur 24h, 20µg/m3 sur 1 an Dans ce cas, pourquoi ne pas prendre un Xlin min au niveau de la valeur limite si réglage à la valeur limite ?		Simplification mathématique
44	§9.3		Ge	Est-ce que l'analyseur TEC 49C est approuvé ?		Non
45	Annexes		Te/ed	Il manque les valeurs des normes CEN		A rajouter les critères de performance + une explication
46	Annexes		Te	Je n'ai pas vérifié tous les paramètres saisis mais à titre d'exemple : <ul style="list-style-type: none"> - coef sensibilité T° env APNA370 : vu 0.33ppb/K au lieu des 0.265ppb/K - sr, VLH 49i et APOA 370 : à priori Ctest = env 40ppb au lieu de 120ppb 		A vérifier

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
47	Annexe A1	Augmentation de la teneur en NO ₂ due au temps de résidence dans l'analyseur	Te	A prendre en compte ou pas ?		Non

1	2	3	4	5	6	7
N°	Article (ex : 3) Paragraphe (ex : 3.1) Annexe (ex : A ou A.1)	Alinéa Figure/ Tableau/Note (ex : Alinéa 2 Tableau 1)	Type commentaire (ge, te, ed) (1)	Vos commentaires	Votre proposition de texte modifié	Ne rien inscrire dans cette colonne qui sera utilisée pour donner suite à vos commentaires
1	Introduction	5è paragraphe	ed	au chapitre 4 pour ceux effectués par microbalance à variation de fréquence ajustés et au chapitre 4 par rapport aux données	Supprimer "et au chapitre 4"	Correction apportée dans le texte
2	Paragraphe 2.7	2è paragraphe	ed	... et en appliquant le raisonnement développé dans le chapitre 5 de la partie 2 du présent guide, ce qui conduit à l'équation (2).	Equation 22 et non 2	Correction apportée dans le texte
3	Paragraphe 4.3.1	Avant dernier paragraphe page 40	ed	Dans la parenthèse : 1 quarts d'heure en commun	1 quart d'heure en commun	Correction apportée dans le texte
4	Annexes B et C	Tableaux 12 et 14	te	A quoi correspond le tableau m_H : source pour la grandeur Δm_H ?		Mettre Tableau XXX plutôt que tableau m_H

11.4. ANNEXE 4 : QUESTIONNAIRE POUR LA PARTIE 7

**QUESTIONNAIRE dans le cadre du GT INCERTITUDES
sur l'étalonnage des DA80
et sur le mode de réglage du débit de consigne
au sein des AASQA**

Le présente questionnaire a pour objectif de rendre compte des pratiques des utilisateurs de préleveurs DA80 pour le mesurage des HAP, en matière d'étalonnage des préleveurs et de mode opératoire appliqué pour régler le débit de consigne du préleveur, afin d'adapter les calculs d'incertitudes aux pratiques.

Rappelons que deux opérations sont à distinguer :

- L'étalonnage du préleveur, c'est à dire des différents éléments de mesurage du préleveur, comme évoqué dans le « Rapport de recommandations pour le prélèvement et l'analyse des HAP dans l'air » (référence DRC-08-94289-04955A). Le guide préconise un étalonnage annuel de(s) capteur(s) de température et de pression, ainsi que la vérification du débit avec un compteur à gaz et un étalonnage au moyen d'un volumètre de référence ;
- Le réglage du débit de consigne du préleveur lors de son utilisation sur site : réglage du débit de consigne afin que le débit de prélèvement aux conditions ambiantes moyennes de température et pression sur la durée de prélèvement, soit de 500 l/min (débit requis pour prélever les PM10). Pour le réglage du débit de consigne, deux points font l'objet de questions : la fréquence de ce réglage et le mode opératoire suivi.

1. Etalonnage du DA80

Les opérations d'étalonnage ont pour objectif de s'assurer du bon fonctionnement et de la justesse des capteurs ou éléments de mesure du dispositif de prélèvement.

Dans le rapport référencé ci-dessus, la fréquence d'étalonnage recommandée est de 1 an.

Quel(s) modèle(s) de DA80 utilisez-vous ?	
Etalonnage du « débit » : c'est à dire comparaison du débit donné par le DA80 à un débit mesuré au moyen d'un autre dispositif ?	
- A quelle fréquence étalonnez-vous le(s) DA80 que vous utilisez ?	De façon annuelle / semestrielle / trimestrielle / autre ?

<ul style="list-style-type: none"> - Mode opératoire ? 	<p>Comparaison au volume donné par un compteur ? par un volumètre ? eux même raccordés au système SI d'unités ?</p> <p>Description succincte du mode opératoire :</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Est-il fixé un critère de performance à respecter ? - Si oui : lequel ? 	
<p>Etalonnage du ou des capteurs de température du DA80 (capteur de température interne et le cas échéant, au niveau de la tête de prélèvement)</p>	
<ul style="list-style-type: none"> - Un étalonnage est-il effectué ? 	<p>Oui / non</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Si oui, à quelle fréquence ? 	<p>Annuelle / semestrielle / trimestrielle /autre ?</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Mode opératoire ? 	<p>Comparaison à une sonde de température de référence ?</p> <p>Autres ?</p> <p>En 1 point ?</p> <p>En plusieurs points ?</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Est-il fixé un critère de performance à respecter ? - Si oui : lequel ? 	
<p>Etalonnage du ou des capteurs de pression du DA80</p>	
<ul style="list-style-type: none"> - Un étalonnage est-il effectué ? 	<p>Oui / non</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Si oui, à quelle fréquence ? 	<p>Annuelle / semestrielle / trimestrielle /autre ?</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Mode opératoire ? 	<p>Comparaison à un baromètre de référence ?</p> <p>Comparaison à des données de météo France ?</p> <p>Autres ?</p> <p>En 1 point ?</p> <p>En plusieurs points ?</p>
<ul style="list-style-type: none"> - Est-il fixé un critère de performance à respecter ? - Si oui : lequel ? 	

Demande subsidiaire : auriez vous des exemples de résultats d'étalonnage à communiquer (sous forme de tableaux de valeurs, d'ordre de grandeur d'incertitudes pour ces grandeurs ou de copie de certificat d'étalonnage/constat de confirmation métrologique) ?

Le but est d'évaluer de façon concrète, la justesse et l'incertitude associée à chacune des grandeurs auxquelles on peut s'attendre.

2. Réglage du débit de consigne

Attention : dans le mode opératoire du DA80, le débit de consigne est réglé en plaçant à la place de la tête de prélèvement, un rotamètre appelé « débitmètre étalon » ou « débitmètre de référence » selon les documentations.

Mais il s'agit bien d'un dispositif destiné à déterminer le débit de consigne à appliquer pendant la période de prélèvement et non pas d'un dispositif destiné à effectuer le contrôle métrologique du dispositif de prélèvement.

Il peut également être utilisé un autre dispositif pour calculer le débit de consigne, en prenant soin dans ce cas de tenir compte des températures et pression pendant le réglage du débit, par rapport aux température et pression ambiantes estimées a priori sur la période de prélèvement.

Selon le modèle (ou génération) du préleveur utilisé, celui-ci peut être équipé de capteurs de températures internes seulement (au niveau du rotamètre interne) ou de capteurs de température et pression internes et au niveau de la tête de prélèvement. Dans ce cas, cela permet de disposer des température et pression moyennes « réelles » sur la période de prélèvement.

Sinon, lorsque le préleveur n'est pas équipé de capteurs externes, par défaut la température ambiante est prise égale à la température ambiante moyenne à laquelle est soustraite une valeur de 3°C et la pression est prise égale à la pression interne quand la turbine est à l'arrêt.

Autre possibilité : utiliser ses propres capteurs de température et pression placés près de la tête de prélèvement.

Les DA80 que vous utilisez sont-ils équipés de :	
- Capteur de température externe	Oui / non
- Si non : ajoutez-vous un capteur de température au niveau de la tête de prélèvement ?	Oui / non
- Capteur de pression externe	Oui / non
- Si non : ajoutez-vous un capteur de pression au niveau de la tête de prélèvement ?	Oui / non
Appliquez-vous le mode opératoire décrit dans le manuel avec le « débitmètre étalon » positionné à la place en tête de la tête de prélèvement ?	Oui / non
Utilisez-vous un autre dispositif que le « débitmètre étalon » préconisé par le constructeur ?	Lequel ? Mode opératoire succinct :
Fréquence de réglage du débit de consigne :	Pour les DA80 utilisés en poste fixe à l'année : 1 fois par an ? 2 fois par an ? Pour les DA80 utilisés pour des campagnes ponctuelles : à chaque campagne pour tenir compte au mieux des conditions ambiantes et approcher au mieux le diamètre de coupure PM10 ? annuellement ?

Nous vous remercions du temps consacré à la lecture du présent document et aux éléments de réponse que vous fournissez.