



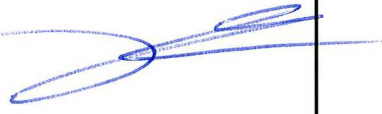


Inter-comparaison 2014 sur les granulomètres UFP 3031

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

INTER-COMPARAISON 2014 SUR LES GRANULOMETRES UFP 3031

O. LE BIHAN, M. DALLE, L. MEUNIER
Novembre 2014

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Morgane DALLE Olivier LE BIHAN	Olivier AGUERRE-CHARIOL Eva LEOZ	Nicolas ALSAC
Qualité	Technicienne et ingénieur de l'Unité NOVA Direction des Risques Chroniques	Responsables des Unités NOVA et CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle CARA Direction des Risques Chroniques
Visa			



LE LABORATOIRE CENTRAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de Mines Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Écologie, du Développement durable et de l'Énergie (MEDDE). Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au MEDDE et aux AASQA.

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

TABLE DES MATIERES

RESUME	7
REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS.....	8
1. INTRODUCTION	9
2. PRESENTATION DE L'INTER COMPARAISON.....	10
2.1 Participants.....	10
2.2 Station de mesure	10
2.3 Mise en œuvre du matériel.....	10
2.3.1 UFP 3031	10
2.3.2 SMPS de référence	11
2.3.1 Ligne de prélèvement.....	11
2.4 Déroulement de l'intercomparaison.....	12
2.5 Base de données	13
3. VALIDATION DE L'EXERCICE.....	13
3.1 Matériel.....	13
3.1.1 Vérification des appareils.....	13
3.1.1.1 Débits	13
3.1.1.2 Le zéro	14
3.1.1.3 Horloge	14
3.1.2 Ligne de prélèvement.....	14
3.2 Comportement atypique d'un appareil participant (3031_3) : oscillations	15
3.2.1 Oscillations lors de l'installation.....	15
3.2.2 Vérification en fin d'intercomparaison	16
3.2.3 Vérification des données avant et après l'intercomparaison	16
3.2.4 Conclusion	17
3.3 Valeur atypique du chargeur d'un instrument (3031_4).....	18
4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET UN SMPS DE REFERENCE.....	19
4.1 Pourcentage de points « hors limites »	19
4.1.1 Mode de calcul et critères.....	19
4.1.2 Résultats 2014	19
4.1.3 Evolution 2012-2014	20
4.1.3.1 Participant 3031_6	20

4.1.3.2	3031_5	21
4.1.4	Discussion.....	22
4.2	Régression orthogonale	23
4.2.1	Mode de calcul.....	23
4.2.2	Résultats.....	23
5.	COMPARAISON ENTRE 3031	26
5.1	Pourcentage de points « hors limites »	26
5.1.1	Mode de calcul (critères)	26
5.1.2	Résultats.....	26
5.1.3	Discussion.....	27
5.2	Régression orthogonale	28
5.2.1	Mode de calcul.....	28
5.2.2	Résultats.....	28
5.3	Intervalle de confiance de reproductibilité (incertitude sur la mesure)	30
5.3.1	Méthode.....	30
5.3.2	Résultats.....	31
6.	CONCLUSION ET PERSPECTIVES	33
7.	REFERENCES.....	34
8.	GLOSSAIRE	35
9.	LISTE DES ANNEXES.....	36

RESUME

Différentes AASQA sont aujourd'hui équipées de granulomètres UFP 3031, avec lesquels elles réalisent des études sur les particules ultrafines en air ambiant. Ces AASQA et le LCSQA/INERIS sont désormais fédérés au sein d'un groupe de travail spécifique, le GT « PUF », rattaché à la CS PM du dispositif national de surveillance de la qualité de l'air.

Un exercice d'intercomparaison a été réalisé en juillet 2014, rassemblant l'ensemble des UFP 3031 français. L'objectif a été d'une part d'évaluer les performances de cette technologie dans sa dernière configuration en date, et d'autre part de disposer d'un retour d'expérience sur les pratiques de mise en œuvre par les différents acteurs français.

Cet exercice a permis d'identifier différents points techniques sur lesquels progresser, désormais intégrés dans le programme de travail du GT, et pris en compte dans les discussions avec le constructeur.

Les données produites ont permis d'effectuer une évaluation quantitative des performances de l'UFP 3031. Le canal de mesure dédié à la gamme 200 – 800 nm présente des performances limitées : il est par conséquent recommandé de limiter son utilisation à un usage « informatif ». Le reste de la gamme de mesure (5 canaux allant de 20 à 200 nm) présente des performances jugées satisfaisantes.

REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS

Les auteurs remercient les participants à l'exercice (AIR RA, AIRAQ, AIR PACA, LCSQA/INERIS), Atmo Picardie pour l'accès au site, et les membres du GT PUF.

1. INTRODUCTION

A l'échelle de l'Europe, nombreux sont les acteurs engagés dans l'étude des particules submicroniques, et plus particulièrement des particules ultrafines (PUF) définies comme ayant un diamètre inférieur à 100 nm. Cela se traduit par des actions de recherche, des études opérationnelles, ainsi que par des travaux de normalisation sur le mesurage de la concentration en nombre et de la distribution en taille des particules (CEN TC 264 – GT 32).

Dans ce contexte, le LCSQA/INERIS assure des actions prospectives depuis 2003. Ces actions ont permis de développer une expertise sur le mesurage des PUF en air ambiant. En collaboration avec AIRPARIF, un suivi des particules submicroniques a été assuré sur le site urbain de fond de Gennevilliers jusqu'en 2011, *via* des campagnes de plusieurs semaines [Le Bihan, 2004-2012].

A partir de 2012, la mission du LCSQA/INERIS a évolué. Il s'agit d'apporter un support à différentes AASQAs désormais impliquées sur le mesurage des PUF, *via* des programmes régionaux. La mise en réseau de ces acteurs –désormais fédérés au sein d'un GT spécifique (« PUF »)- a permis de coordonner les efforts. Un choix commun a ainsi été opéré sur la technique de mesurage à privilégier : trois AASQA se sont équipées de modèles UFP 3031 fabriqués par la société TOPAS et commercialisés par la société TSI.

Ce travail concerté a permis de collaborer de manière efficace avec le consortium TOPAS-TSI, tant au niveau de la négociation d'achats, que de demandes d'amélioration au niveau du support et au niveau de l'appareil lui-même. Afin de conforter cette stratégie, les travaux de 2012 et 2013 ont essentiellement porté sur la préparation et la réalisation d'exercices d'intercomparaison de granulomètres de type UFP 3031 [Ustache 2012, 2014].

Il est à noter que les alternatives à l'UFP 3031 sont peu nombreuses. Il est possible, d'une part, de mettre en œuvre des SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer), à savoir la technologie principalement utilisée par le LCSQA de 2003 à 2010. Si les SMPS proposent une distribution en taille de haute résolution, ils génèrent des contraintes opérationnelles significatives pour une exploitation sur le long terme en AASQA. Il est possible, d'autre part, de mettre en œuvre des compteurs de particules (CPC), avec toutefois pour limite de ne pas disposer d'information sur la granulométrie de l'aérosol.

Le présent rapport rapporte les résultats obtenus lors d'un exercice d'intercomparaison rassemblant l'ensemble des 3031 des AASQAs françaises du mercredi 9 juillet 2014 au dimanche 20 juillet 2014 (hors installation/démontage). L'objectif de cet exercice a été d'évaluer les performances du 3031 dans une version bénéficiant d'améliorations demandées par les acteurs français, et d'obtenir un retour d'expérience sur les protocoles de mise en œuvre des différents acteurs français.

2. PRESENTATION DE L'INTER COMPARAISON

2.1 Participants

Cette intercomparaison a rassemblé quatre participants, dont trois AASQA, et mis en œuvre six appareils UFP 3031.

Les participants ont été les suivants :

- AIR Rhône-Alpes (2 appareils),
- AIR Aquitaine (2 appareils),
- AIR PACA (1 appareil),
- LCSQA/INERIS (1 appareil).

2.2 Station de mesure

L'intercomparaison a eu lieu dans la station de surveillance de la qualité de l'air d'ATMO PICARDIE, dite de la « Faïencerie » située à Creil (60). Cette station de 22 m² est classée urbaine de fond et mesure en continu différents polluants réglementaires.

Cette station dispose de toute une partie destinée à l'organisation d'essais et d'exercices interlaboratoires. Pour ce faire, elle est dotée de nombreux passages de toit (cf. Figure 1, Figure 2). De nombreux exercices interlaboratoires ont ainsi été organisés par le LCSQA, dans le cadre de la fiche QA/QC (ex. : intercomparaison PM₁₀ [Marlière 2010]).



Figure 1 : intérieur de la station de mesure.



Figure 2 : toit de la station de mesure.

2.3 Mise en œuvre du matériel

2.3.1 UFP 3031

Le granulomètre UFP 3031 a été conçu par la société TOPAS dans le cadre du projet européen UFIPOLNET [Ufipolnet]. Cet appareil est commercialisé par la société TSI (représentation française basée à Marseille), la production étant assurée par la société TOPAS (Dresde, Allemagne). Il est disponible sur le marché français depuis 2009.

Cet appareil est dédié au mesurage de la concentration en nombre dans la gamme allant de 20 à 800 nm, via 6 canaux : 20-30 nm ; 30-50 nm ; 50-70 nm ; 70-100 nm ; 100-200nm > 200 nm.

Cet instrument est un analyseur de mobilité électrique. Il est constitué de deux parties, d'une part le tri des particules par classe de taille et d'autre part leur dénombrement par un électromètre.

Lors de l'intercomparaison, les six instruments UFP 3031 ont été mis en œuvre dans les mêmes conditions de fonctionnement :

- Vérification annuelle chez TOPAS juste avant l'intercomparaison (maintenance, contrôle des débits, du chargeur, de l'électromètre, etc.).
- Réglages identiques : version de logiciel (firmware 201401105.3), modèle de chargeur, mise en œuvre de la ligne de prélèvement, données quart horaire.

Les UFP 3031 ont fonctionné sans interruption durant toute la durée de l'intercomparaison.

2.3.2 SMPS de référence

Un SMPS dit de référence a fonctionné parallèlement aux six UFP 3031. Le SMPS utilisé par le LCSQA/INERIS était un modèle de chez TSI -DMA 3080 associé à un compteur 3775, contrairement aux intercomparaisons effectuées à Leipzig où le SMPS utilisé était celui de l'institut TROPOS.

Le SMPS a été configuré de façon à mesurer la même gamme de taille que les UFP 3031, c'est-à-dire de 20 nm à 800 nm environ (impacteur : 0,0457, débit de l'aérosol : 0,3 L/min, débit du sheat air : 3 L/min, correction de la multi-charge et de la diffusion). La mesure d'un spectre granulométrique a été étalée sur 5 minutes. Une base de données quart-horaire a été constituée, chaque valeur quart-horaire étant la moyenne de 3 spectres.

2.3.1 Ligne de prélèvement

Les six UFP 3031 ont été mis en œuvre avec une ligne de prélèvement indépendante, fournies par chaque AASQA. Elle comprend une tête PM₁₀, un cyclone PM₁ et un sécheur (membrane nafion destinée à réduire l'humidité relative). Cette mise en œuvre a été réalisée en suivant les prescriptions du constructeur. Les débits de tête de ligne ont été ajustés à 16,7 L/min par le biais d'une pompe installée sur un circuit parallèle. Cette pompe permet également d'assurer le contre-flux nécessaire à la régénération de la membrane nafion (Figure 3).

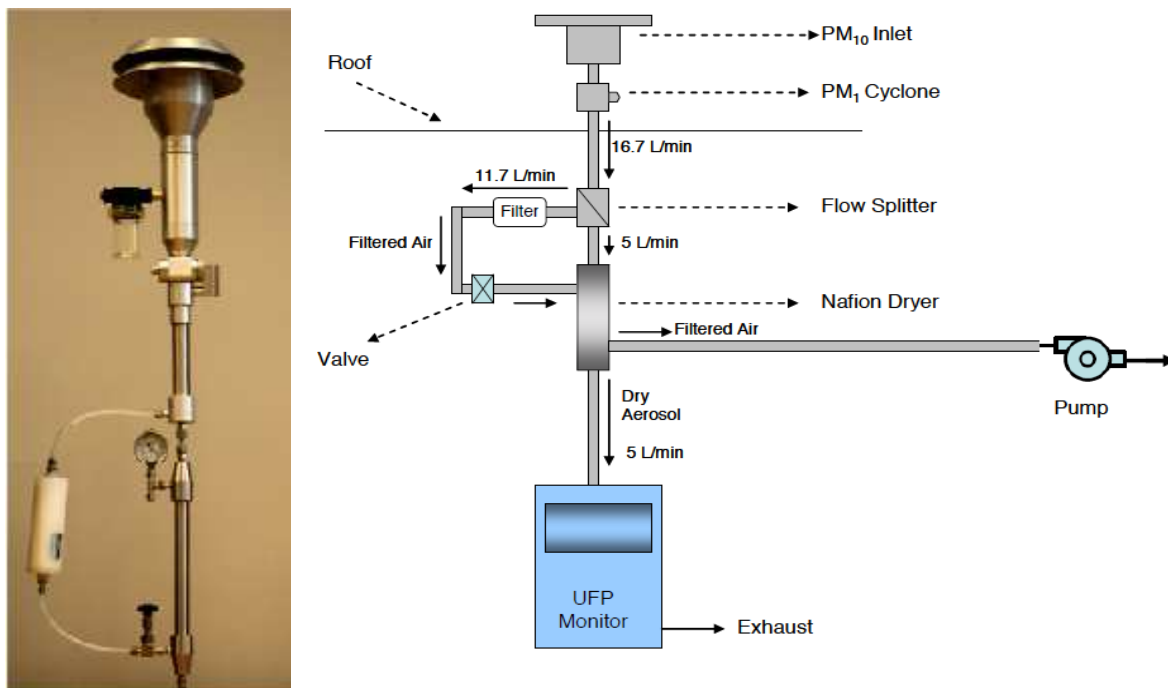


Figure 3 : schéma de la ligne de prélèvement pour l'UFP 3031

Afin de positionner les six lignes de prélèvement, l'atelier de l'INERIS a réalisé des pièces permettant le passage de toit, adaptées à la ligne de prélèvement propre au 3031. Le SMPS a été raccordé à une des six lignes de prélèvement *via* un flow-splitter.

2.4 Déroulement de l'intercomparaison

L'INERIS a installé l'ensemble du matériel (UFP 3031 + lignes de prélèvements) à partir du vendredi 4 juillet 2014.

L'intercomparaison a débuté le mercredi 9 juillet 2014 à 16H00 jusqu'au dimanche 20 juillet 2014 à 23H00. Le SMPS s'est arrêté le vendredi 11 juillet à 5H00 ; il a été relancé le jour même à 16H00. L'intercomparaison s'est donc déroulée sur 12 jours avec 261 données horaires validées. A titre informatif, l'objectif de la campagne était d'atteindre un minimum de 100 valeurs horaires validées (cf. chapitre 4).

Durant la période de l'intercomparaison, la concentration totale s'est située à une moyenne des 5 600 particules/cm³ avec des *minima* de l'ordre de 1 000 particules/cm³ et des pics allant jusqu'à 18 000 particules/cm³ (cf. Figure 4).

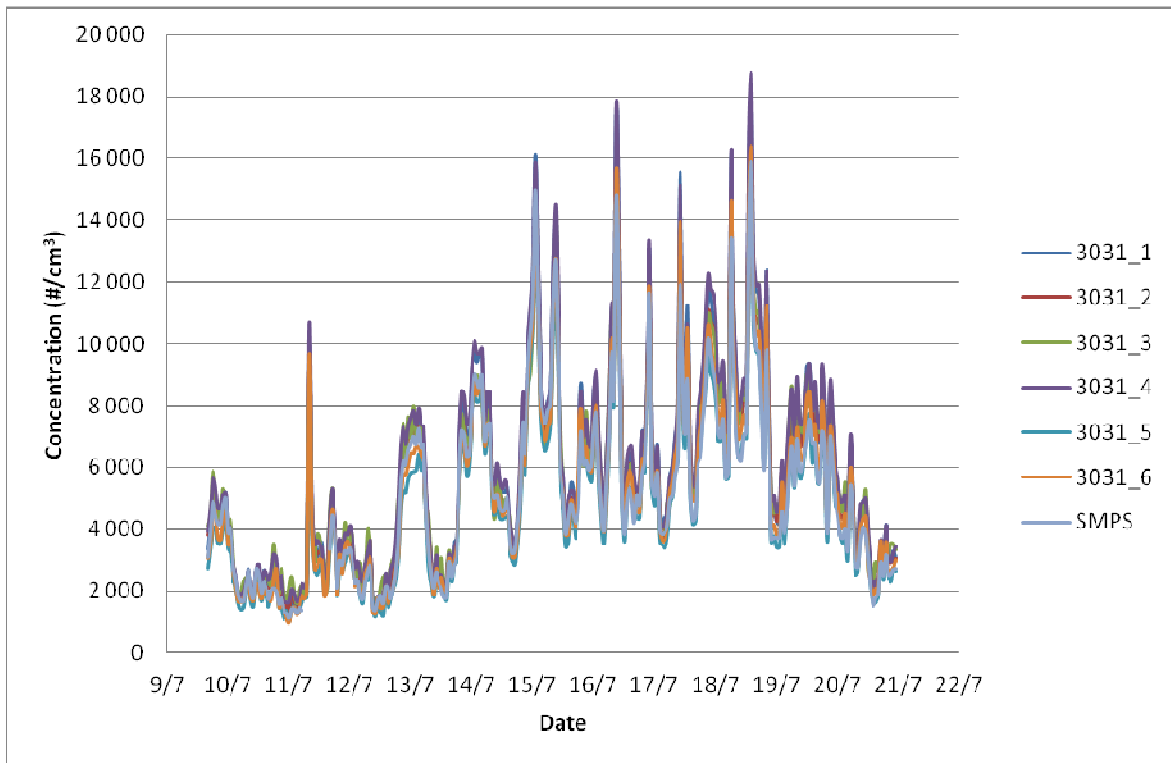


Figure 4 : suivi temporel de la concentration totale des UFP 3031 et du SMPS

2.5 Base de données

La base de données est constituée de valeurs quart horaire, car il s'agit du format de la donnée élémentaire fournie par l'UFP 3031. Cette base a ensuite été exploitée pour passer sous la forme de moyennes horaires, forme à partir de laquelle a été assurée l'exploitation statistique de la campagne.

3. VALIDATION DE L'EXERCICE

3.1 Matériel

3.1.1 Vérification des appareils

La vérification du bon fonctionnement des appareils repose notamment sur le contrôle de débit et du zéro des appareils. Les valeurs obtenues lors du contrôle sont fournies en Annexe 2.

3.1.1.1 Débits

Le débit de chaque tête de ligne a été ajusté à 16,7 L/min au début de l'inter-comparaison et a été vérifié à la fin de celle-ci. Les écarts observés sont inférieurs à 2%, ce qui est sans incidence sur la mesure du 3031 car il est centré sur les particules inférieures à 0,8 µm.

Les autres débits ont été vérifiés au début et à la fin de l'intercomparaison. Les écarts observés respectent les critères de validation des différents appareils (3031, SMPS, CPC).

3.1.1.2 Le zéro

L'étanchéité des six lignes de prélèvement a été vérifiée, en réalisant un zéro en tête de ligne, *via* un filtre absolu, au début et à la fin de l'intercomparaison.

3.1.1.3 Horloge

Le contrôle des horloges a mis en évidence une prise de retard pour l'ensemble des UFP3031, avec une dérive minimale de 12s (appareil 3031_1) et une dérive maximale de 42s (appareil 3031_3) à l'issue de 19 jours d'exercice.

3.1.2 Ligne de prélèvement

Il est apparu lors de la préparation de l'intercomparaison que plusieurs lignes de prélèvement nécessitaient une maintenance (cf. exemple en Figure 5). Par conséquent, l'INERIS a réalisé la maintenance de l'ensemble des lignes de prélèvement fournies par les AASQA, en suivant les instructions fournies par le constructeur (cf. document constructeur, Annexe 3).

Cela a mis en évidence que si le distributeur (TSI) propose une prestation de maintenance annuelle des UFP 3031 (« contrôle constructeur »), celle-ci n'inclut pas la ligne de prélèvement. Il est donc nécessaire que chaque utilisateur intègre les lignes de prélèvement dans ses procédures de contrôle et de maintenance.

Il est à noter que dans ce cadre, les filtres à particules des lignes de prélèvement de plus d'un an de fonctionnement ont été changés.

Cette préparation a également soulevé la question de la maintenance des membranes nafion présentes dans les lignes de prélèvement. A cette date, aucun opérateur n'avait procédé à un changement de membrane ou à son reconditionnement. La raison en est pour l'essentiel qu'aucun indicateur n'est à ce jour proposé par le constructeur pour connaître l'état d'une membrane, laquelle est très onéreuse. L'exercice d'intercomparaison a été réalisé sans changement de ces membranes.

Ce retour d'expérience a été intégré aussitôt dans le programme de travail du GT PUF.

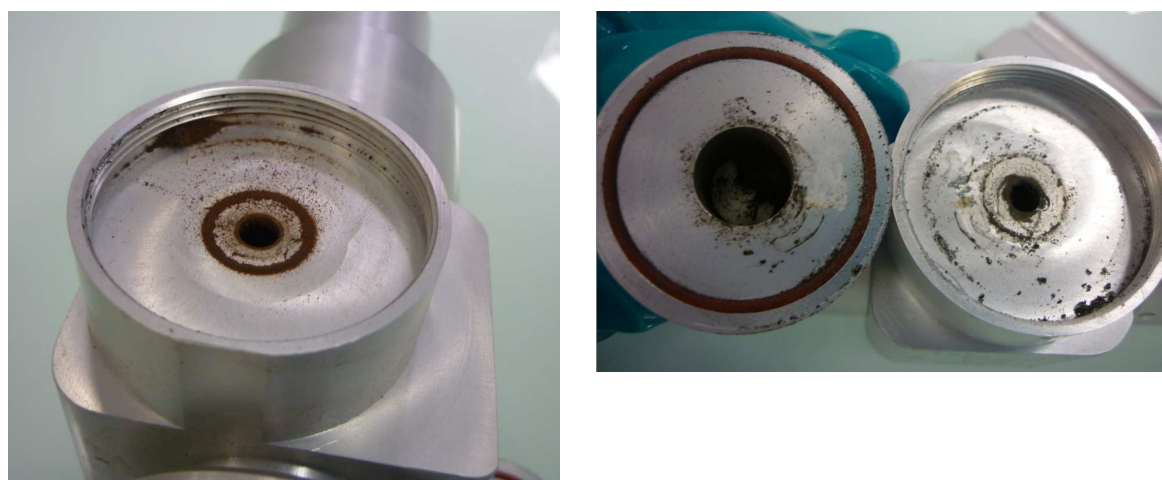


Figure 5 : exemple de dispositif de coupure PM_1 (cf. Figure 3) avant maintenance

3.2 Comportement atypique d'un appareil participant (3031_3) : oscillations

3.2.1 Oscillations lors de l'installation

Au moment de l'installation des appareils, il est apparu que la concentration en nombre mesurée par le 3031_3 oscillait fortement (cf. Figure 6). La comparaison avec les autres appareils a confirmé ce phénomène.

La principale piste de travail a porté sur l'influence éventuelle de la climatisation. En effet, le 3031_3 était positionné relativement près de la climatisation du fait de contraintes d'espace. De plus, par le passé, un phénomène similaire a été observé sur des microbalances TEOM (par exemple, cf. [Verlhac 2012]). En conséquence, la ligne de prélèvement a été soigneusement isolée thermiquement. Dans un second temps, l'UFP 3031_3 a été déplacé afin de l'éloigner de la climatisation. L'observation du suivi temporel (cf. Figure 6) peut laisser à penser que ces précautions ont quelque peu réduit les oscillations ; toutefois, celles-ci ont bel et bien persisté par la suite. Le constructeur TSI a été alerté.

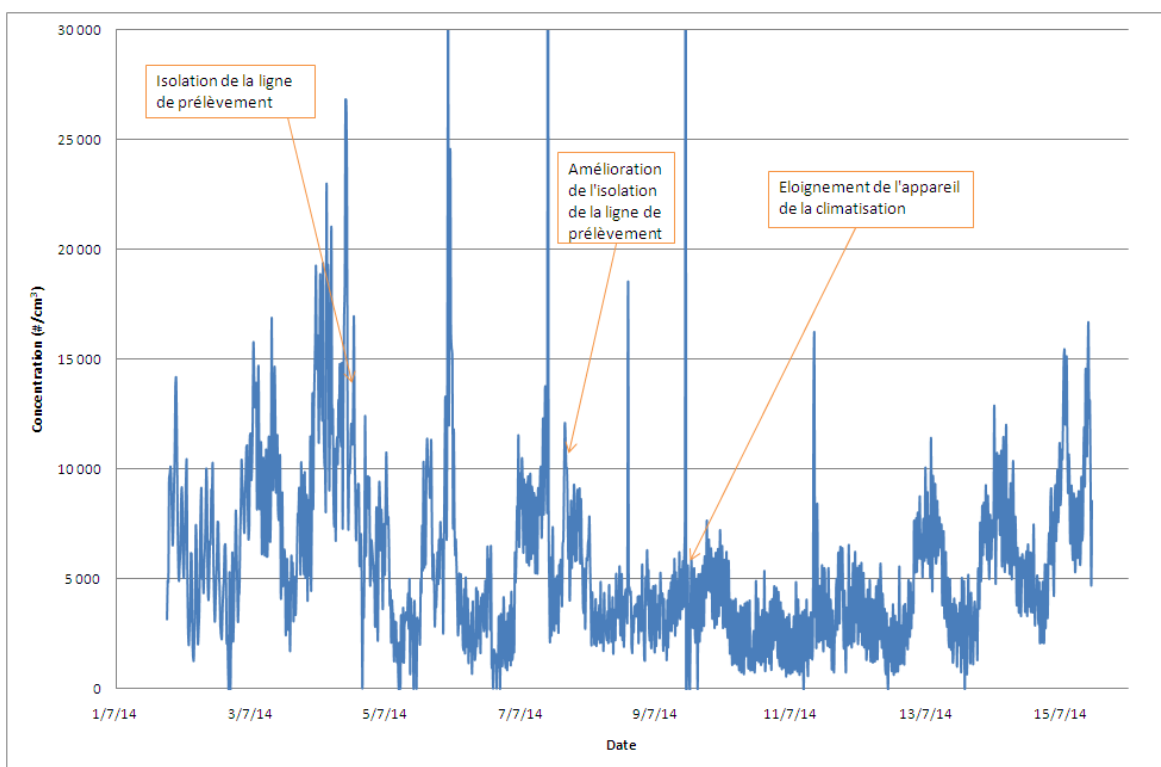


Figure 6 : suivi temporel de la concentration totale mesurée par UFP 3031_3

3.2.2 Vérification en fin d'intercomparaison

A la fin de l'intercomparaison, sur proposition de TSI, des essais complémentaires ont été réalisés afin de voir si les oscillations provenaient de la ligne de prélèvement ou de l'UFP 3031. La ligne de prélèvement du 3031_3 qui oscillait a été échangée avec celle du 3031_2. Après l'échange des lignes, le 3031_3 oscillait toujours tandis que le 3031_2 n'oscillait pas. Le problème des oscillations n'était donc pas imputable à la ligne de prélèvement.

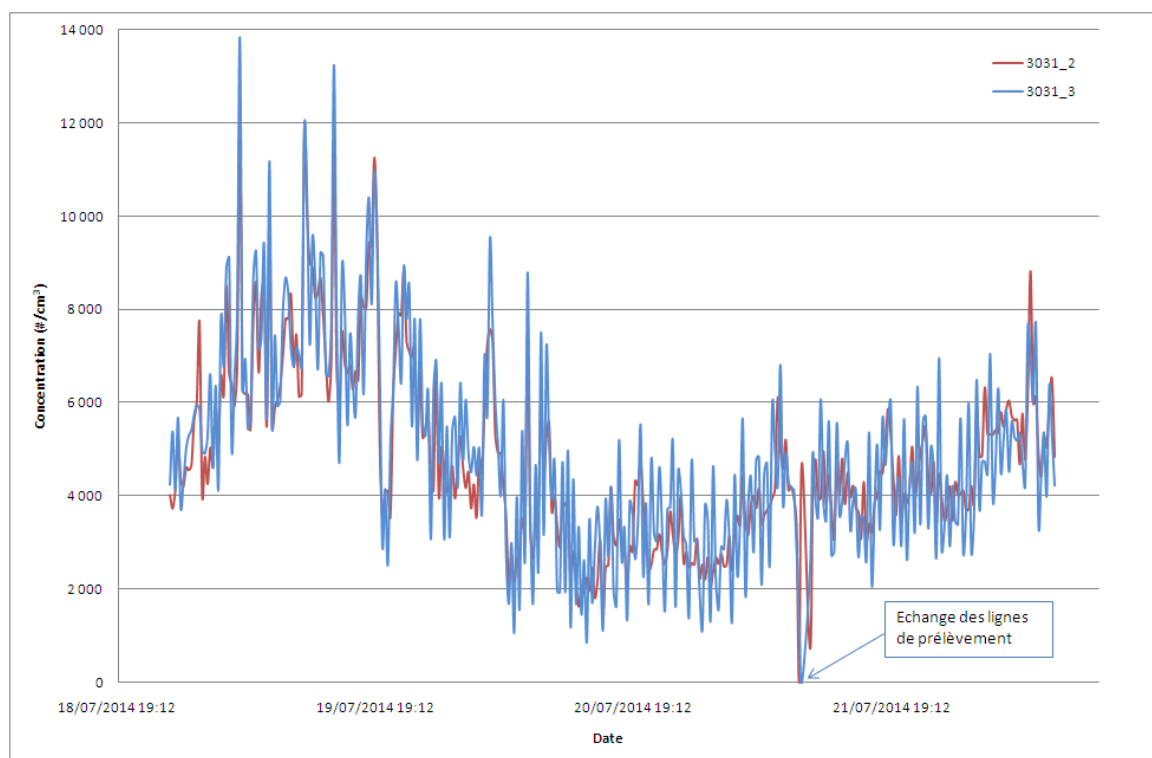
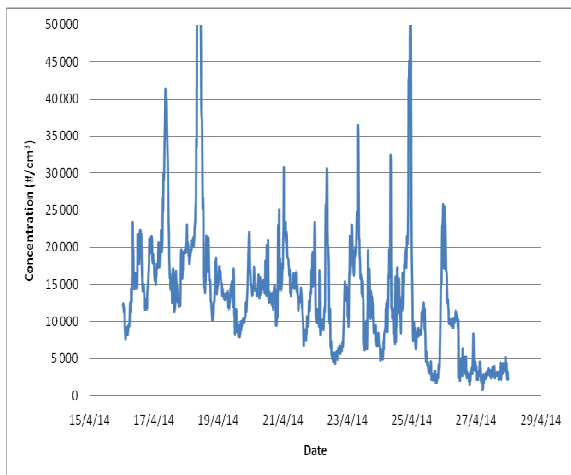


Figure 7 : suivi temporel de la concentration des appareils 3031_2 et 3031_3 durant leur permutation.

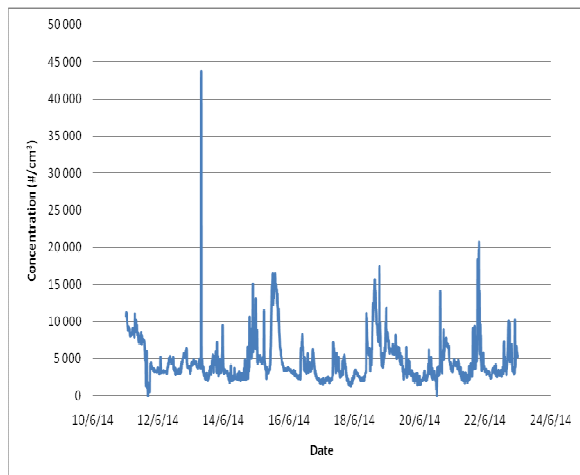
3.2.3 Vérification des données avant et après l'intercomparaison

Un travail a été mené avec l'AASQA propriétaire de l'appareil. L'objectif a été d'étudier des données produites par l'AASQA, sur le terrain, dans la période précédant et suivant l'intercomparaison.

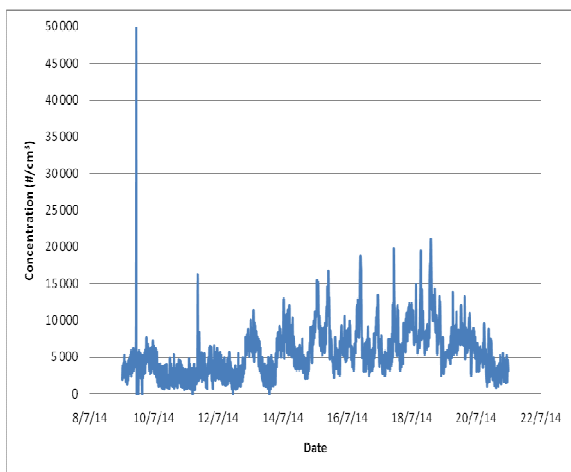
L'examen de ces données met en évidence l'absence d'oscillations. A ce jour, ces dernières n'auraient donc été observées qu'à l'occasion de l'exercice d'intercomparaison (Figure 8).



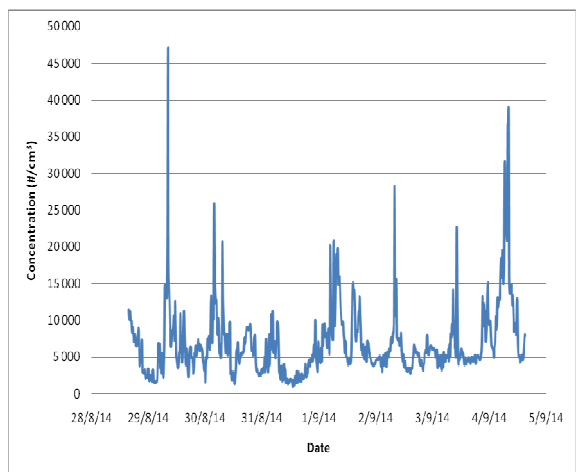
a. Suivi temporel en AASQA, avant l'intercomparaison



b. Suivi temporel lors du contrôle constructeur



c. Suivi temporel lors de l'intercomparaison



d. Suivi temporel en AASQA, après l'intercomparaison

Figure 8 : suivi temporel du 3031_3 en AASQA, chez le constructeur, et durant l'intercomparaison. Concentration totale avec échelle fixe à 50 000 p/cm³.

3.2.4 Conclusion

En ce qui concerne la problématique de l'oscillation de la concentration mesurée par un appareil, il apparaît en résumé que :

- Les oscillations ont été observées sur un des six appareils,
- Le constructeur a été immédiatement alerté, l'utilisateur a été alerté et reste vigilant,
- L'impact est réduit en moyenne horaire,
- Le constructeur n'a pas donné de diagnostic pour l'instant.

Ceci ayant été fait, les données ont été exploitées dans le cadre du calcul des résultats de l'intercomparaison.

3.3 Valeur atypique du chargeur d'un instrument (3031_4)

Le chargeur du 3031 a pour fonction de mettre en charge les particules. Son bon fonctionnement repose notamment sur le suivi de la mesure du débit d'air le traversant. Le capteur de débit fournit une valeur exprimé en bits, la consigne du constructeur étant de se situer à 400 bits environ. Cette valeur est mesurée en temps réel par l'appareil et prise en compte par le logiciel gérant le 3031. Il est à noter que l'utilisateur n'a pas la possibilité de mener d'action corrective (réglage) sur ce paramètre.

En l'occurrence, le débit de l'UFP 3031_4 a montré un écart vis-à-vis des spécifications constructeurs, dès la phase de préparation (Figure 9).

Le comportement de cet appareil pour ce paramètre a été étudié sur une période plus large (Figure 10) : il apparaît, à chaque démarrage de l'appareil, que le débit se situe aux alentours de 100 L/min pour ensuite remonter vers la valeur cible.

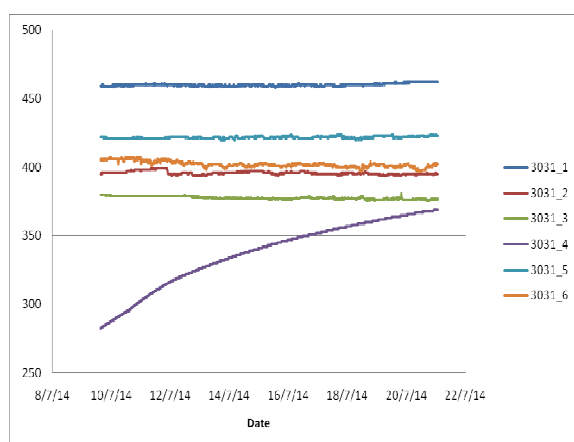


Figure 9 : évolution du débit du chargeur des six UFP 3031 durant l'intercomparaison. Unité : bits.

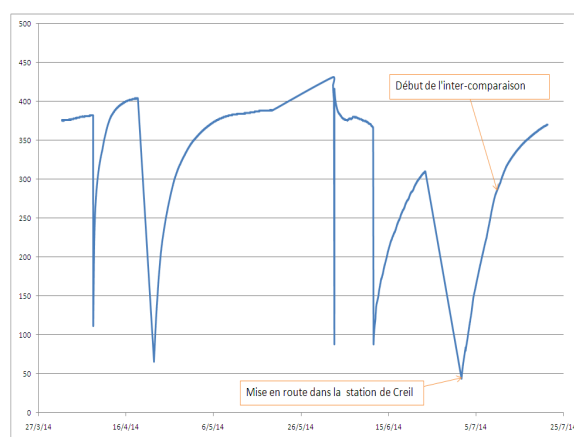


Figure 10 : évolution du débit du chargeur de l'UFP 3031_4 depuis avril 2014. Unité : bits.

Un échange a été assuré avec le constructeur sur ce point : il indique que si ces fluctuations sont inattendues, elles n'impacteraient pas la qualité des données fournies par l'appareil.

En conclusion :

- Une valeur atypique du chargeur a été observée sur un des six appareils,
- Le constructeur a été immédiatement alerté,
- L'utilisateur a été alerté,
- Le constructeur considère qu'il n'y a pas d'impact sur la qualité de la mesure. Un changement de pièce sera effectué lors du prochain retour chez le constructeur.

Ceci ayant été fait, les données ont été exploitées dans le cadre du calcul des résultats de l'intercomparaison.

4. COMPARAISON ENTRE LES UFP 3031 ET UN SMPS DE REFERENCE

L'exploitation statistique présentée dans ce chapitre est issue pour l'essentiel d'un protocole défini avec le fabricant en 2011 (cf. Annexe 1).

Elle est complétée par une discussion sur l'écart moyen observé entre chaque 3031 et un granulomètre SMPS pris en référence (comparaison par régression orthogonale).

4.1 Pourcentage de points « hors limites »

4.1.1 Mode de calcul et critères

La courbe de suivi temporel des données horaires de l'UFP 3031 (moyenne de données quart-horaires en nombre de particules/cm³) doit suivre la courbe des données horaires du SMPS avec une marge d'erreur de :

- +/- 20% pour la concentration mesurée dans chaque canal (de 1 à 5)
- +/- 15% pour la concentration totale (somme des 6 canaux)

La marge d'erreur est calculée sur chaque donnée horaire de l'appareil de référence (SMPS).

Critères de succès : 95 % des données validées doivent respecter le critère.

4.1.2 Résultats 2014

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 11 et le Tableau 1. Les valeurs correspondent au pourcentage de données ne respectant pas les critères de 20% d'écart pour les canaux 1 à 6, et de 15% d'écart pour la concentration totale.

Pour être satisfaisant, un canal doit présenter une conformité pour 95 % de ses données ; en d'autres termes, il ne doit pas avoir plus de 5% de données non-conformes.

L'examen des données montre que la totalité des résultats est au dessus de 5 % : aucun appareil, aucun canal ne présente un résultat conforme aux exigences du protocole.

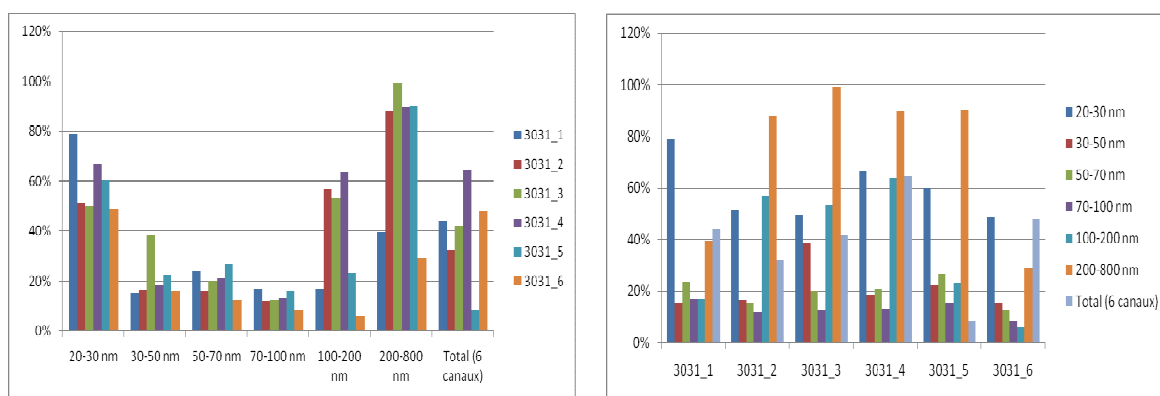


Figure 11 : pourcentage de points « hors limites »

Tableau 1 : Pourcentage de points « hors limites »

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6	moyenne
20-30 nm	79%	51%	50%	67%	60%	49%	59%
30-50 nm	15%	17%	38%	18%	23%	16%	21%
50-70 nm	24%	16%	20%	21%	27%	13%	20%
70-100 nm	17%	12%	13%	13%	16%	8%	13%
100-200 nm	17%	57%	53%	64%	23%	6%	37%
200-800 nm	40%	88%	99%	90%	90%	29%	73%
Total (6 canaux)	44%	32%	42%	64%	8%	48%	40%

4.1.3 Evolution 2012-2014

Nous avons la chance de disposer, lors de l'exercice de 2014, de deux appareils qui ont par ailleurs participé à différents exercices d'inter-comparaison, dès 2012. Par conséquent, cela rend possible l'étude de leur évolution dans le temps, ce que nous proposons ci-dessous.

Trois campagnes d'inter-comparaison en laboratoire ont eu lieu à l'institut TROPOS (Institut für Troposphärenforschung) de Leipzig afin d'étudier une éventuelle dérive dans le temps [Ustache 2012, 2014]. Ces campagnes ont été effectuées en janvier 2012 (« 1 »), en octobre 2012 (« 2 »), et en mars 2013 (« 3 »). Le SMPS pris en référence était un granulomètre considéré comme méthode de référence par la communauté scientifique européenne (SMPS dit « TROPOS »).

La quatrième inter-comparaison prise en considération ici, a eu lieu à Creil en juillet 2014, dans des conditions réelles d'utilisation, avec un SMPS commercial de chez TSI.

4.1.3.1 Participant 3031_6

Les résultats obtenus pour le 3031_6 sont présentés sur la Figure 12 et dans le Tableau 2

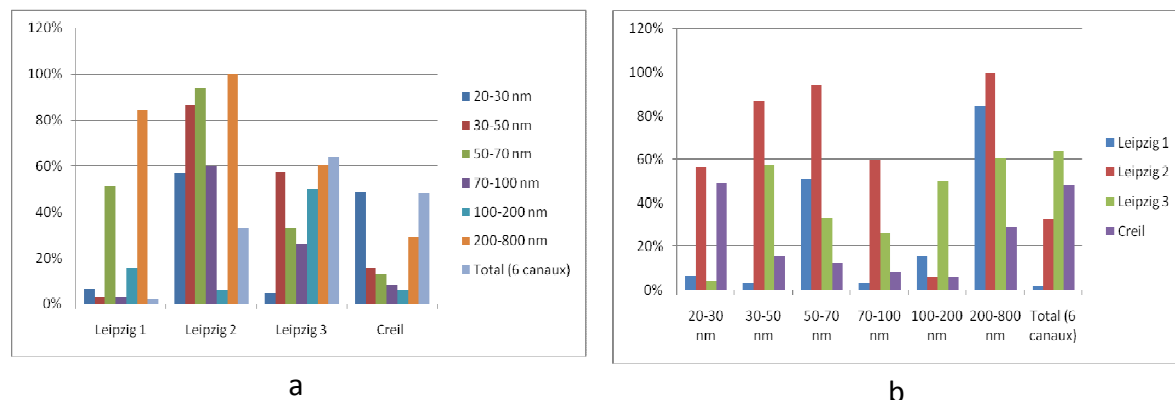


Figure 12: pourcentage de points « hors limites »

Tableau 2 : pourcentage de points « hors limites »

	Leipzig 1	Leipzig 2	Leipzig 3	Creil
20-30 nm	6%	57%	4%	49%
30-50 nm	3%	87%	57%	16%
50-70 nm	51%	94%	33%	13%
70-100 nm	3%	60%	26%	8%
100-200 nm	16%	6%	50%	6%
200-800 nm	84%	100%	60%	29%
Total (6 canaux)	2%	33%	64%	48%

Il n'est pas aisé de commenter les tendances en raison de la dispersion des résultats. La première et la dernière intercomparaison sont clairement les meilleures. La seconde intercomparaison est la moins bonne, les résultats s'améliorant ensuite progressivement (troisième, puis quatrième intercomparaison).

Il n'en demeure pas moins que seuls quatre canaux sur 28 respectent la limite de 5 %.

4.1.3.2 3031_5

Les résultats obtenus pour le 3031_5 sont présentés sur la Figure 13 et dans le Tableau 3. Cet appareil présente des résultats proches de l'appareil précédent, avec notamment un respect des limites pour 4 canaux sur 28.

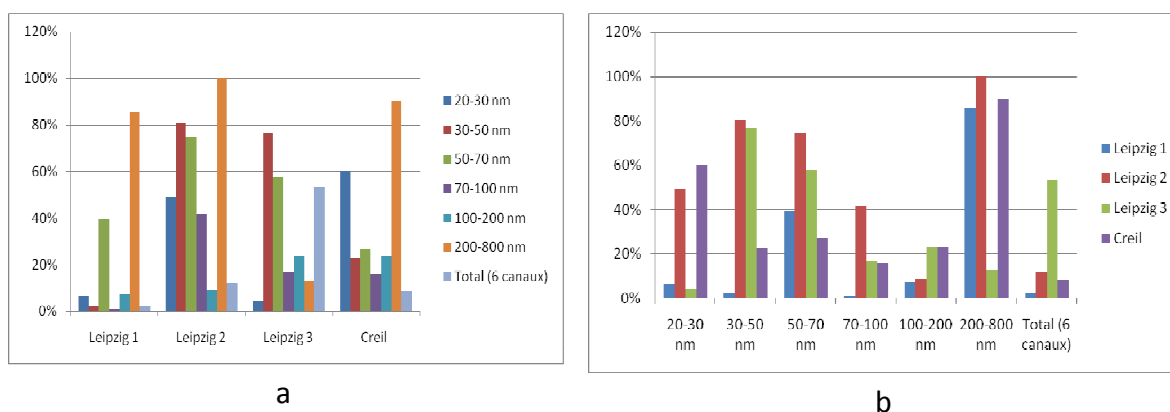


Figure 13 : pourcentage de points « hors limites »

Tableau 3 : pourcentage de points « hors limites »

	Leipzig 1	Leipzig 2	Leipzig 3	Creil
20-30 nm	6%	49%	4%	60%
30-50 nm	2%	81%	77%	23%
50-70 nm	40%	75%	57%	27%
70-100 nm	1%	42%	17%	16%
100-200 nm	7%	9%	23%	23%
200-800 nm	85%	100%	13%	90%
Total (6 canaux)	2%	12%	53%	8%

4.1.4 Discussion

L'application du protocole élaboré en 2011, permet de jauger les performances du 3031 au regard de critères définis à l'époque. Les résultats obtenus montrent que ces critères ne sont pas respectés.

Toutefois, il est intéressant d'étudier ces données. Pour ce faire, nous avons calculé l'écart moyen obtenu pour chaque canal de chaque appareil, par rapport au SMPS, ceci sur l'ensemble de l'exercice (cf. Figure 14 et Tableau 4). Les canaux peuvent être classés en trois groupes :

- Le canal 200-800 nm présente un écart allant -suivant les appareils- de 21 % à 239 %. Ces valeurs élevées confirment les résultats obtenus précédemment, à savoir le manque de fiabilité de ce canal. Un statut « informatif » pourrait –au mieux- lui être attribué.
- Les canaux 20-30 nm et 100-200 nm présentent respectivement des écarts de 24 à 41 % et de 8 % à 28 %.
- Les trois canaux restant (gamme de taille allant de 50 à 100 nm) présentent un écart globalement inférieur à 15 %.

En conclusion, si la gamme de taille allant de 20 nm à 200 nm ne présente pas les performances espérées à l'origine du projet, il n'en demeure pas moins que les écarts observés sont globalement inférieurs à 30 % voire même 15 % (gamme 20 – 200 nm). Ce niveau de performance en fait une technologie intéressante, dans la mesure où l'incertitude sur la mesure est connue de l'utilisateur, et répond à ses besoins ; ce point sera abordé de manière plus formelle à travers la détermination de l'incertitude sur la mesure (cf. 5.3).

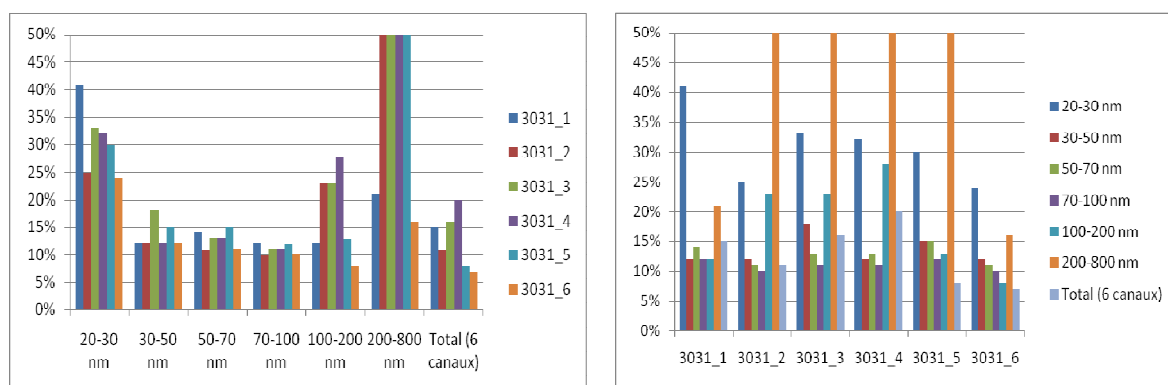


Figure 14 : écarts moyens

4.2 Régression orthogonale

4.2.1 Mode de calcul

Cette deuxième évaluation est menée sur le même jeu de données que celui utilisé pour le suivi temporel des concentrations horaires. Les concentrations en nombre de particules/cm³ sont évaluées en établissant une régression orthogonale des données : de l'UFP 3031 en fonction du SMPS ainsi que d'un UFP 3031 en fonction d'un autre UFP 3031, conformément aux méthodes de démonstration d'équivalence préconisées par le CEN/TC 264.

Les droites de régression orthogonale sont tracées pour chaque canal (de 1 à 6) ainsi que pour la concentration totale (somme des 6 canaux), pour les données horaires selon l'équation standard : $Y = a X + b$

Avec

Y : les données de l'UFP 3031

X : les données du SMPS (ou d'un second l'UFP 3031)

a : le coefficient directeur de la droite de régression orthogonale

b : l'ordonnée à l'origine de la droite de régression orthogonale

Evaluation des résultats :

Ce type d'évaluation est généralement basé sur une exigence réglementaire en matière d'incertitude sur la mesure. C'est le cas par exemple pour les PM₁₀ et les PM_{2,5}. Cette exigence permet de définir une exigence sur le coefficient directeur « a », et l'ordonnée à l'origine « b ».

En l'occurrence, il n'existe aucune valeur réglementaire en ce qui concerne la concentration en nombre ou la distribution en taille en nombre. C'est pourquoi, afin de discuter les résultats, nous proposons un code couleur permettant de classer les différentes valeurs de « a », « b » et du coefficient de corrélation (cf. *Tableau 4*).

Tableau 4 : évaluation - proposition d'un code couleur

	a	b (p.cm ⁻³) par canal	b (p.cm ⁻³) concentration totale	R ²
vert	[0,85 – 1,15]	[-50 à +50]	[-250 à +250]	≥ 0,95
orange	[0,70 – 0,85[ou]1,15 – 1,30]	[-100 à -50[ou]+50 à +100]	[-500 à -250[ou]+250 à +500]	[0,90 – 0,95[
rouge	< 0,70 ou > 1,30	<-100 ou >+100	<-500 ou >+500	< 0,90

4.2.2 Résultats

Les résultats de cette régression orthogonale sont présentés de la Figure 15 à la Figure 17 et du Tableau 5 au Tableau 7.

Le canal 200 – 800 nm se distingue à nouveau par des performances limitées, si l'on considère les trois indicateurs (a, b, R²) et la classification proposée dans le présent document.

A l'opposé, les canaux 50 -70 nm et 70 – 100 nm ont la totalité de leurs valeurs dans la classe « verte » pour a et b, et des valeurs de R² en classe orange (mais proche de la classe verte).

La concentration totale présente également un classement de très bonne qualité à m'exception de la constante b.

Restent les canaux 20 – 30 nm, 30 – 50 nm et 100 – 200 nm, qui présentent une partie de leurs valeurs en classe « orange », voire « rouge ».

Au final, on obtient des résultats convergents avec les observations présentées et discutées dans le chapitre précédent.

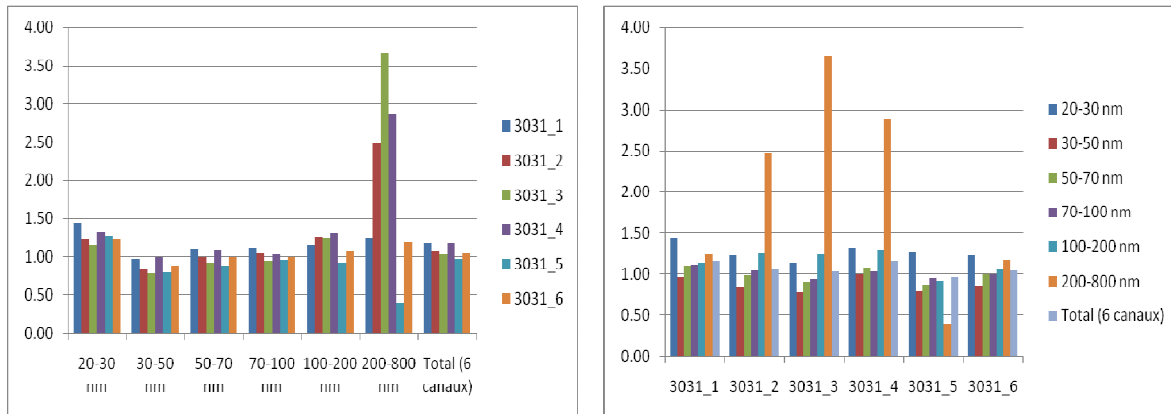


Figure 15 : coefficient directeur a

Tableau 5 : coefficient directeur a

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6
20-30 nm	1.44	1.23	1.15	1.32	1.27	1.23
30-50 nm	0.97	0.84	0.78	1.00	0.79	0.87
50-70 nm	1.10	0.99	0.91	1.08	0.88	1.00
70-100 nm	1.11	1.04	0.95	1.03	0.96	1.00
100-200 nm	1.15	1.26	1.24	1.30	0.92	1.07
200-800 nm	1.25	2.48	3.66	2.88	0.40	1.18
Total (6 canaux)	1.17	1.06	1.03	1.17	0.97	1.04

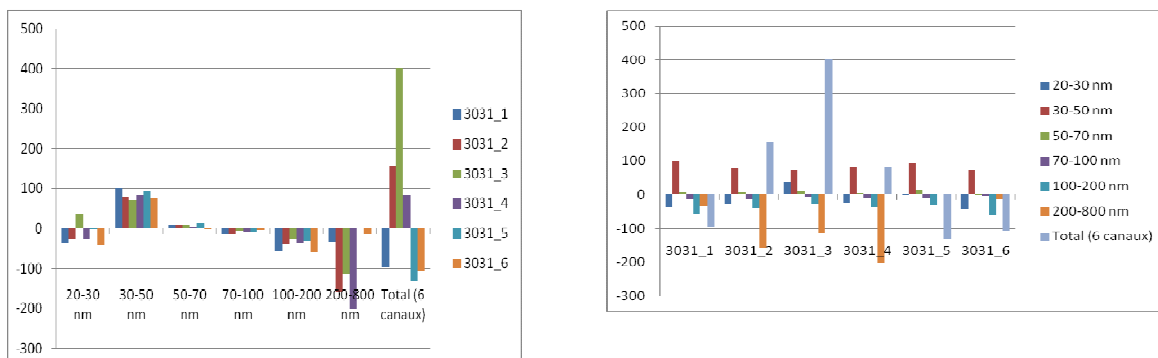


Figure 16 : constante b

Tableau 6 : constante b

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6
20-30 nm	-36.90	-27.06	36.59	-25.73	-0.01	-42.25
30-50 nm	100.98	78.58	72.17	81.91	91.86	75.34
50-70 nm	7.13	7.42	10.17	4.26	12.67	-0.91
70-100 nm	-12.80	-13.01	-7.15	-10.47	-9.80	-3.56
100-200 nm	-55.14	-39.90	-27.74	-36.08	-29.57	-59.77
200-800 nm	-33.21	-159.24	-114.01	-203.14	1.59	-12.06
Total (6 canaux)	-97.15	156.06	401.54	83.47	-131.71	-107.70

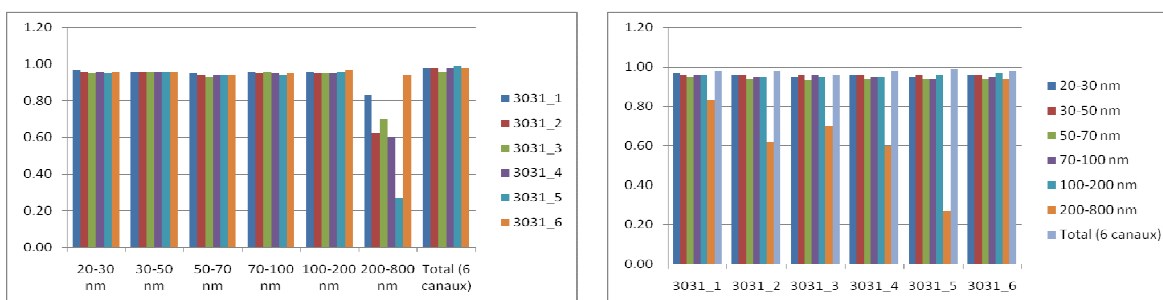


Figure 17 : coefficient de corrélation

Tableau 7 : coefficient de corrélation

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6
20-30 nm	0.97	0.96	0.95	0.96	0.95	0.96
30-50 nm	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96	0.96
50-70 nm	0.95	0.94	0.93	0.94	0.94	0.94
70-100 nm	0.96	0.95	0.96	0.95	0.94	0.95
100-200 nm	0.96	0.95	0.95	0.95	0.96	0.97
200-800 nm	0.83	0.62	0.70	0.60	0.27	0.94
Total (6 canaux)	0.98	0.98	0.96	0.98	0.99	0.98

5. COMPARAISON ENTRE 3031

5.1 Pourcentage de points « hors limites »

5.1.1 Mode de calcul (critères)

Le mode de calcul est identique à celui décrit précédemment dans le chapitre 4.1, à ceci près que les critères sont plus exigeants, comme indiqué en Annexe 1, et rappelé ci-dessous.

5.1.2 Résultats

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 18 et le Tableau 8. Les valeurs correspondent au pourcentage de données ne respectant pas les critères de 10% d'écart pour les canaux 1 à 6, et de 15% d'écart pour la concentration totale.

Pour être satisfaisant, un canal doit présenter une conformité pour 95 % de ses données ; en d'autres termes, il ne doit pas avoir plus de 5% de données non-conformes.

En l'occurrence, aucun canal ne respecte ce critère de 5%.

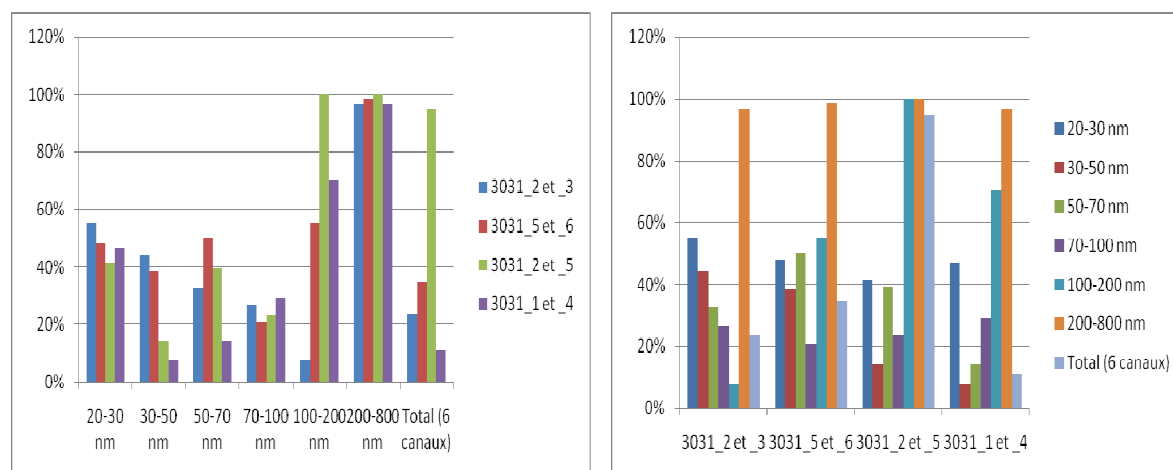


Figure 18 : pourcentage de points « hors limites »

Tableau 8 : pourcentage de points « hors limites »

	3031_2 et 3	3031_5 et 6	3031_2 et 5	3031_1 et 4
20-30 nm	55%	48%	41%	47%
30-50 nm	44%	38%	14%	8%
50-70 nm	33%	50%	40%	14%
70-100 nm	27%	21%	23%	29%
100-200 nm	8%	55%	100%	71%
200-800 nm	97%	99%	100%	97%
Total (6 canaux)	24%	35%	95%	11%

5.1.3 Discussion

L'application du protocole élaboré en 2011, permet de jauger les performances des 3031 entre eux au regard de critères définis à l'époque. Les résultats obtenus montrent que ces critères ne sont pas respectés.

Toutefois, il est intéressant d'étudier les données. Pour ce faire, nous avons calculé l'écart moyen obtenu pour chaque canal de chaque appareil, par rapport à un autre appareil pris au hasard, ceci sur l'ensemble de l'exercice (cf. Figure 19, Tableau 9). Nous avons choisi de limiter ce travail à 4 paires d'instruments. Les canaux peuvent être classés en trois groupes :

- Le canal 200-800 nm présente un écart systématiquement supérieur à 40%, deux comparaisons sur quatre menant à un écart supérieur à 100%. Ces valeurs élevées confirment le manque de fiabilité observé par ailleurs pour ce canal.
- Les canaux 20-30 nm et 100-200 nm présentent respectivement des écarts de 11 à 20 % et de 4% à 27 %.
- Les trois canaux restant (gamme de taille allant de 50 à 100 nm) présentent un écart inférieur à 12 %.

En conclusion, si la comparaison entre UFP 3031 ne présente pas les performances espérées à l'origine du projet, il n'en demeure pas moins que les écarts observés sont globalement inférieurs à 20 % voire même 12 % (gamme 30 – 200 nm).

Il est à noter que les écarts entre UFP 3031 (« intra-technologie ») sont inférieurs à ceux observés lors de la comparaison avec le granulomètre pris en référence (cf. Chapitre 4). Ce résultat est attendu, dans la mesure où, habituellement, la dispersion « intra-technologie » est inférieure à la dispersion entre technologies différentes.

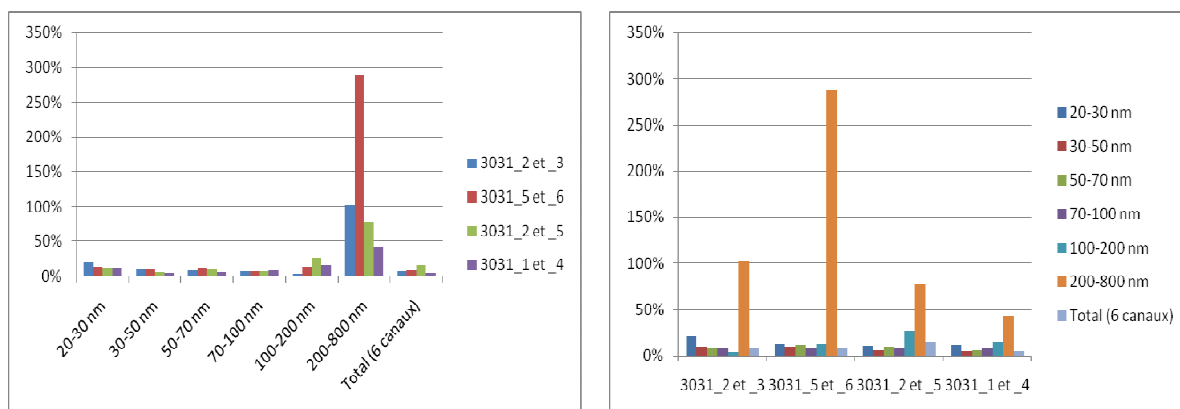


Figure 19 : écarts moyens

Tableau 9 : écarts moyens – [0 – 10] : vert,]10 à 30%] : bleu, >30% : rouge

	3031_2 et _3	écart-type	3031_5 et _6	écart-type	3031_2 et _5	écart-type	3031_1 et _4	écart-type
20-30 nm	20%	28%	13%	11%	11%	11%	12%	10%
30-50 nm	10%	8%	10%	6%	6%	5%	5%	4%
50-70 nm	9%	6%	12%	9%	10%	5%	6%	5%
70-100 nm	8%	5%	8%	9%	8%	5%	9%	6%
100-200 nm	4%	4%	13%	8%	27%	3%	15%	8%
200-800 nm	102%	109%	288%	340%	78%	8%	43%	14%
Total (6 canaux)	8%	8%	9%	5%	15%	6%	5%	5%

5.2 Régression orthogonale

5.2.1 Mode de calcul

Le mode de calcul est présenté au chapitre 4.2.1.

5.2.2 Résultats

Les résultats de cette régression orthogonale sont présentés de la Figure 20 à la Figure 22 et du Tableau 10 au Tableau 12.

Le canal 200 – 800 nm se distingue à nouveau par des performances limitées.

Par contre, les autres canaux et la concentration totale ont la quasi-totalité de leurs valeurs dans la classe « verte ».

Au bilan, à l'exception du canal 200 – 800 nm, les performances *intra*-techniques sont de bonne qualité.

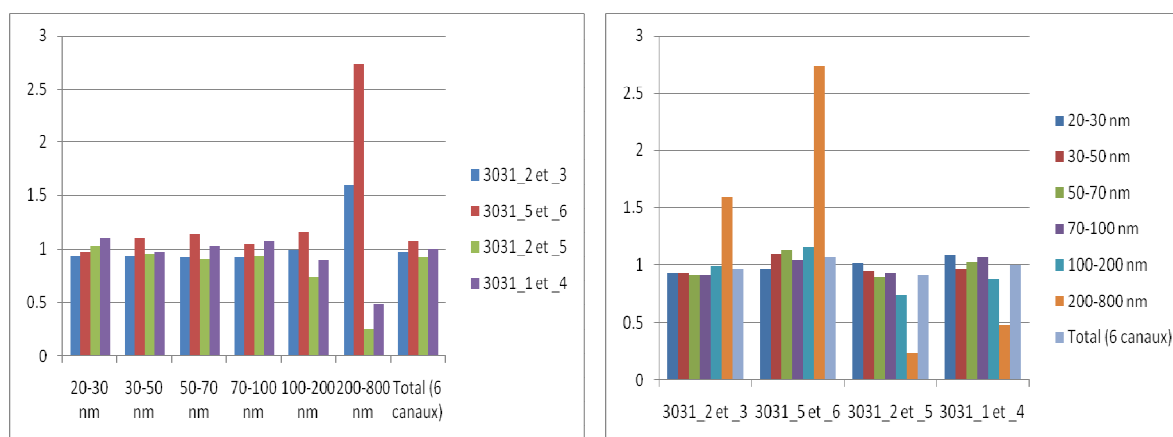


Figure 20 : coefficient directeur a

Tableau 10 : coefficient directeur a

	3031_2 et_3	3031_5 et_6	3031_2 et_5	3031_1 et_4
20-30 nm	0.93	0.97	1.02	1.09
30-50 nm	0.93	1.1	0.95	0.97
50-70 nm	0.92	1.13	0.9	1.02
70-100 nm	0.92	1.04	0.93	1.07
100-200 nm	0.99	1.16	0.74	0.89
200-800 nm	1.59	2.73	0.24	0.49
Total (6 canaux)	0.97	1.07	0.92	1.00

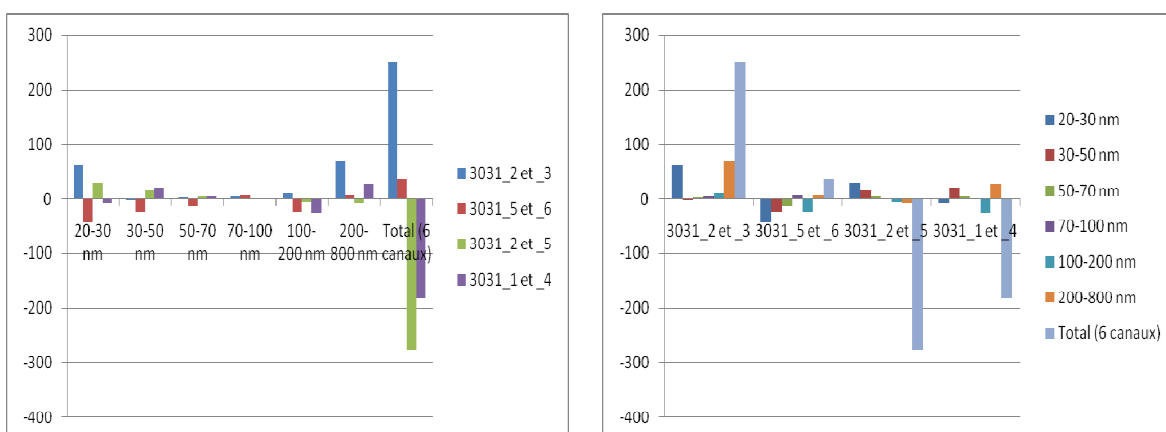


Figure 21 : constante b

Tableau 11 : constante b

	3031_2 et_3	3031_5 et_6	3031_2 et_5	3031_1 et_4
20-30 nm	63.03	-43.16	30.04	-8.16
30-50 nm	-2.63	-23.77	15.66	20.88
50-70 nm	1.57	-12.83	3.65	2.87
70-100 nm	3.73	7.11	1	-0.99
100-200 nm	11.2	-23.61	-5.95	-26.14
200-800 nm	69.24	7.29	-9.08	28.75
Total (6 canaux)	251.38	36.6	-276.68	-182.52

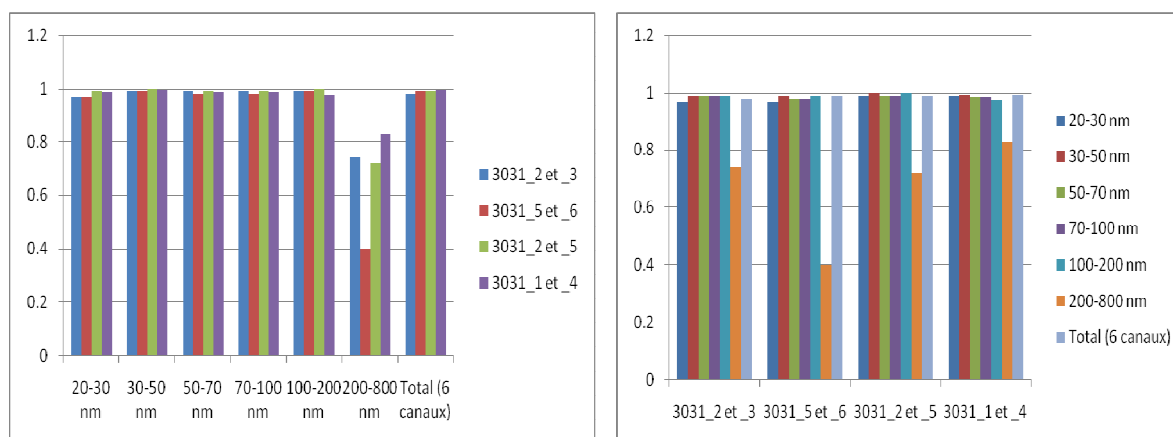


Figure 22 : coefficient de corrélation

Tableau 12 : coefficient de corrélation

	3031_2 et_3	3031_5 et_6	3031_2 et_5	3031_1 et_4
20-30 nm	0.97	0.97	0.99	0.99
30-50 nm	0.99	0.99	1	0.99
50-70 nm	0.99	0.98	0.99	0.99
70-100 nm	0.99	0.98	0.99	0.99
100-200 nm	0.99	0.99	1	0.98
200-800 nm	0.74	0.4	0.72	0.83
Total (6 canaux)	0.98	0.99	0.99	0.99

5.3 Intervalle de confiance de reproductibilité (incertitude sur la mesure)

5.3.1 Méthode

L'organisation d'exercices d'intercomparaison, sur le terrain, est assurée de manière continue depuis la création du LCSQA. Le lecteur souhaitant disposer d'une illustration et d'un descriptif détaillé du traitement des données et du calcul statistique, pourra se référer à un exemple récent [Marlière, 2013].

Dans le cas précis de l'intercomparaison d'instruments de type UFP 3031 de juillet 2014, le nombre de participants et le nombre d'appareils impliqués sont moins importants que de coutume pour ce type d'exercice.

Cela nous a amené à simplifier la démarche appliquée habituellement, en se limitant au calcul de l'intervalle de confiance de reproductibilité (ou incertitude de mesure), en considérant chaque entité participante (AASQA, LCSQA/INERIS) comme un laboratoire, qu'il dispose d'un ou de deux appareils ; nous avons ainsi disposé de 4 « participants », 2 équipés d'un appareil, 2 équipés de 2 appareils.

5.3.2 Résultats

Pour un canal donné, 6 niveaux de concentration ont été choisis de manière représentative de la gamme de concentration observée lors de la campagne de mesure ; l'intervalle de confiance de reproductibilité a été calculé pour chacun de ces niveaux. Les résultats détaillés sont présentés en Annexe 4. Une synthèse est présentée dans le Tableau 13.

Tableau 13 : intervalle de confiance de reproductibilité des différents canaux et pour la concentration totale. Valeurs basse et haute ; valeur correspondant à la médiane de la gamme de concentration. ≤ 25% : vert –]25%-50 %] : orange - >50% : rouge.

	Palier de concentration		
	Bas	Médian	Haut
20-30 nm	46%	25%	22%
30-50 nm	37%	35%	33%
50-70 nm	26%	28%	28%
70-100 nm	17%	19%	19%
100-200 nm	57%	42%	40%
200-800 nm	250%	200%	180%
Total (6 canaux)	38%	27%	23%

La Directive européenne 2008/50/CE du Parlement Européen et du Conseil du 21 mai 2008 fixe des objectifs en matière d'incertitude sur la mesure (Annexe I, Objectifs de qualité des données pour l'évaluation de la qualité de l'air ambiant).

Ce texte réglementaire distingue deux niveaux de qualité en termes d'instrumentation : une exigence supérieure est demandée pour les mesures fixes des paramètres réglementés, par opposition à des mesures dites « indicatives » pour le reste de la surveillance.

Pour les mesures des Particules (PM₁₀/PM_{2,5}), la Directive 2008/50/CE spécifie que l'incertitude sur la mesure ne doit pas dépasser 25% pour les mesure fixes, et 50 % pour les mesures indicatives.

En l'absence de réglementation ou de recommandations en matière de comptage, nous avons repris ces seuils, et les avons appliqués à nos résultats.

On constate à nouveau le manque de qualité du canal 200 – 800 nm : avec par exemple un intervalle de confiance de reproductibilité de 200 % au niveau de la concentration médiane, il est très éloigné du seuil de 50 %.

En ce qui concerne la concentration totale, et les autres canaux, on constate une amélioration progressive lorsque l'on passe du palier de concentration basse, au palier médian puis au palier haut. Cette baisse est observée de manière assez classique dans ce genre d'exercice (cf. par exemple [Marlière 2010, 2013]) ; cela s'explique notamment par le fait qu'il s'agit d'une valeur relative.

Au final, dans le cas du palier de concentration haut, l'intervalle de confiance de reproductibilité de la concentration totale ainsi que des canaux 20-30 nm et 70 – 100 nm se situe au dessous de 25 % ; le canal 50 – 70 nm en est très proche. Les canaux 30 – 50 nm et 100 – 200 nm relèverait plus des mesures « indicatives ». Il est à noter que ce palier correspond à une concentration de 12 000 p/cm³ environ, c'est à dire une valeur modeste par rapport aux niveaux pouvant être rencontrés en station de mesure de proximité ou en épisode de pollution photochimique [Le Bihan et al., 2012].

En conclusion, si les paliers et les seuils considérés ici (25% et 50%) sont à ce stade purement arbitraires, et nécessiteraient d'être discutés dans le cas du mesurage en nombre des particules, il est intéressant de noter les résultats très encourageants du 3031 dans la gamme 20 – 200 nm . Par contre, les mesures fournies par le canal 200 – 800 nm doivent être considérées avec prudence ; cette gamme de taille présente des niveaux de concentration bien moins importants que pour les autres canaux. La technologie du 3031 (DMA-électromètre) montre ici ses limites. Par conséquent, pour cette gamme de taille, il conviendrait de rechercher une technologie plus adaptée, par exemple un compteur optique.

Il est à noter que le calcul de l'intervalle de confiance de reproductibilité a été réalisé en considérant les participants en tant que « laboratoires ». Ceci mène à un nombre de 4 participants, c'est-à-dire à une base statistique modeste. Il serait nécessaire à l'avenir d'essayer d'améliorer cette base statistique, ce qui peut être réalisé en augmentant le nombre de participants, mais aussi en considérant les appareils de manière indépendante (plutôt que sous la forme de « laboratoires »).

6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Un exercice d'intercomparaison rassemblant l'ensemble des 3031 des AASQAs françaises a été organisé en juillet 2014.

Il a permis d'identifier un problème d'instabilité sur un appareil et un problème pour le chargeur d'un second instrument, problèmes désormais pris en compte en partenariat avec le constructeur. Il a également mis en évidence que la ligne de prélèvement est un maillon sous-estimé en matière de maintenance et de contrôle : ce thème est désormais intégré dans le programme de travail du GT PUF.

Par ailleurs, l'exercice a permis de mener une évaluation quantitative des performances de l'UFP 3031, d'une part par comparaison avec un granulomètre de haute résolution, d'autre part en « intra-technique » (entre appareils 3031).

Dans un premier temps, cette évaluation a été menée en fonction d'un cahier des charges annexé à la commande des appareils d'Air Rhône-Alpes, en 2011. Les résultats montrent que plusieurs critères ne sont pas respectés.

Dans un second temps, ces résultats ont été discutés, et complétés par un calcul d'intervalle de confiance de reproductibilité. De manière générale, on constate que si le canal de mesure allant de 200 à 800 nm fournit des données intéressantes, ses performances sont limitées.

La gamme allant de 20 nm à 200 nm présente des performances *intra*-techniques de bonne qualité. Par contre, la comparaison avec un granulomètre de haute résolution montre des résultats un peu plus contrastés : si les canaux 50-70 nm et 70-100 nm montrent des performances satisfaisantes, les écarts par rapport à la méthode prise en référence sont significatifs pour les canaux 20-30 nm, 30-50 nm, et 100-200 nm.

Au final, nous disposons grâce à cet exercice d'intercomparaison d'une évaluation expérimentale significative de l'UFP 3031. Si les critères de qualité initiaux ne sont pas satisfaits, il n'en demeure pas moins que le 3031 propose des informations utiles et suffisamment fiables pour un mesurage indicatif, tout particulièrement dans la gamme allant de 20 à 200 nm.

Ce bilan incite à la poursuite de ces exercices d'intercomparaison, pour maintenir et continuer à développer les compétences sur cet appareil.

7. REFERENCES

Le Bihan 2004 – « Surveillance des particules submicroniques », rapport LCSQA, 2004.

Le Bihan et Mathé, 2005 – « Surveillance des particules submicroniques », rapport LCSQA DRC/AIRE-05-64997-OLe-n°745-V2a, 2005.

Le Bihan et Mathé, 2006 - « Connaissance de la pollution par les particules submicroniques », rapport LCSQA DRC/AIRE-06-74752-OLe-N°0803-v4, 2006.

Le Bihan et Malherbe, 2008 – “Connaissance de la pollution par les particules submicroniques”, rapport LCSQA DRC-08-94293-15182A, 2008.

Le Bihan, Malherbe et Ustache, 2012 - Connaissance du nombre et de la distribution granulométrique des particules submicroniques - Suivi dans le temps, métrologie : bilan des travaux 2003-2011, rapport LCSQA DRC-11-118212-13897A, 2012.

Marlière 2013 – « Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison des moyens mobiles nationaux (Besançon 2013) », rapport LCSQA, 2013.

Marlière 2010 - Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Intercomparaison européenne PM10 avec TEOM FDMS

Ufipolnet - <http://www.umwelt.sachsen.de/umwelt/luft/4890.htm>

Ustache 2012 - Note sur intercomparaison de Leipzig, note LCSQA.

Ustache 2014 – Particules submicroniques : bilan des travaux 2012-2013 sur le granulomètre 3031, rapport LCSQA. DRC-14-144358-12629A

Verlhac 2012 – Suivi et optimisation de l'utilisation des TEOM-FDMS : efficacité de séchage des modules FDMS. Rapport LCSQA, DRC-11-118196-13891A, 2012.

8. GLOSSAIRE

Abréviations	Libellés
PUF	Particules ultrafines, c'est à dire particules de diamètre inférieur à 100 nm
SMPS	Scanning Mobility Particle Sizer. Granulomètre permettant de réaliser la mesure en temps réel de la distribution en taille, dans une gamme allant généralement de 10-20 nm jusqu'au voisinage du micron.

9. LISTE DES ANNEXES

Annexes	titres
Annexe 1	Protocol of intercomparison for devices UFP 3031
Annexe 2	Vérification des appareils
Annexe 3	Préconisations de TSI en matière de maintenance
Annexe 4	Intervalle de confiance de reproductibilité : résultats détaillés

ANNEXE 1

PROTOCOL OF INTERCOMPARISON FOR DEVICES UFP 3031

This inter-comparison protocol will be used for the assessment of two UFP 3031 devices marketed by TSI France.

In a view of homogeneity with the EMEP, ACTRIS and GUAN networks/programs and in the absence of standardized European methodology, the SMPS used by IfT (Institut für Troposphärenforschung, Leipzig) for European intercomparison purposes will be considered as the reference instrument.

Inter-comparison will be conducted by the LCSQA/INERIS (Aurélien USTACHE) and IfT (Alfred WIEDENSOHLER).

The first criteria of in this Protocol (§1-a) must be respected, in accordance with the specifications established between TSI France (seller) and the GIE Atmo-RhôneAlpes (purchaser)¹.

Otherwise, TSI France is committed to find a valid solution within 2 months or Exchange devices.

The other criteria of this protocol (§1-b) must also be verified, in accordance with the methodology recommended by INERIS and the AQUILA.

For non-compliance of one of these evaluation criteria, the inter-comparison will not be considered as satisfactory by INERIS. Then, a valid solution will have to be found between TSI France and GIE Atmo-RhôneAlpes.

¹ cf. document interne Air RA, Réf : 201109_NANO_3031

1. Evaluation of devices in ambient air

For this first phase of inter-comparison in ambient air, UFP 3031 and the SMPS devices will collect particles from outside (ambient air) and will be configured to count particle size on a quarter-hourly time step. A CPC from IfT will be also installed in parallel, to have a comparison with IfT SMPS.

But IfT SMPS will remain the reference for evaluating the 3031 devices during all the protocol.

1-a / temporal monitoring of the concentration:

This first assessment corresponds with the validation of the criteria defined in the specifications between TSI France and GIE Atmo-RhôneAlpes.

It is based on temporal evolution of hourly concentrations (in number of particles/cm³) for each device. To be valid, all devices must have sampled a set of data with a minimum of 100 hourly values "technically" valid (i.e: with at least 75% of measured quarter-hourly values).

➤ Comparison of each apparatus UFP 3031 with the reference SMPS (IFT):

The UFP 3031 hourly data monitoring curve will have to follow the curve of the SMPS with a margin of error of:

- \pm 20% for measurement in each channel (from 1 to 5)
- \pm 15% for the total concentration (sum of the 6 channels)

The margin of error will be calculated on each hourly data for the reference monitor (SMPS).

➤ Comparison between two devices UFP 3031:

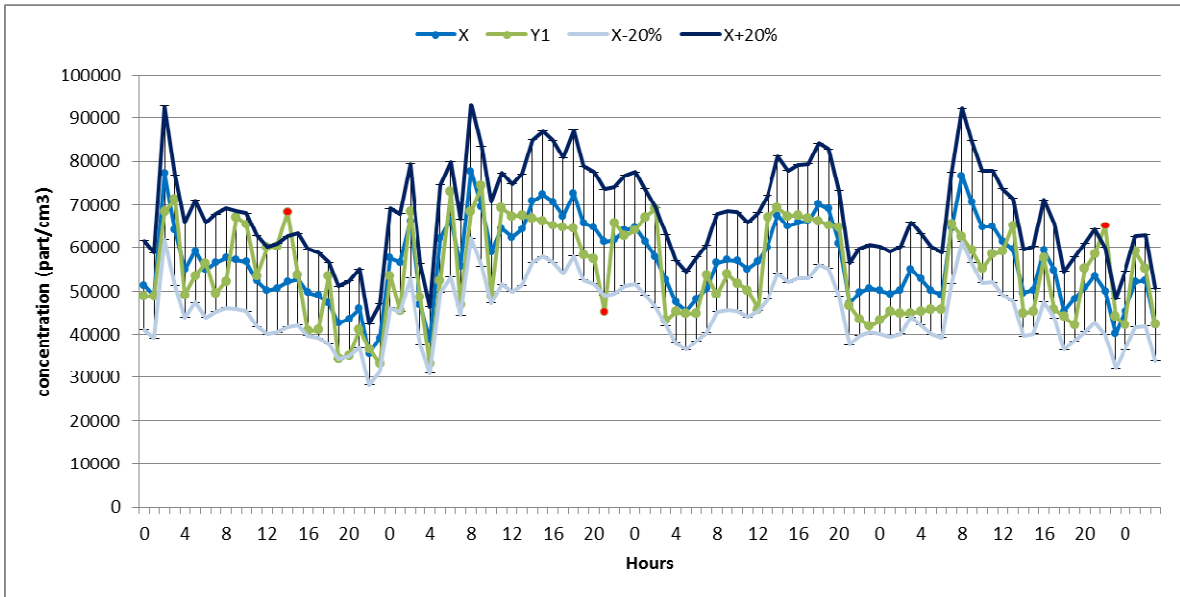
The hourly data of one of the UFP 3031 monitoring curve will have to follow the curve of the other UFP 3031, with a margin of error of:

- \pm 10% for the measurement of each channel (from 1 to 5)
- \pm 10% for the total sum of the 6 channels

The margin of error will be calculated on each hourly data for one of the UFP 3031

Success criteria: Each hourly data which do not meet the criteria of evaluation will be invalidated.

To be valid, the protocol of inter-comparison should get 95% of validated data for each curve of comparison (i.e. maximum 5 voided data, on a set of 100 technically valid hourly values).



Example of curve comparison with 3 points invalidated (in red)

1-b / orthogonal regression:

This second evaluation will be done on the same set of data used for tracking hourly concentrations (§1-a). Concentrations will be evaluated in the number of particles/cm³ by establishing an orthogonal regression: of the UFP 3031 vs the SMPS (IfT), and a UFP 3031 vs the another UFP 3031.

The orthogonal regression lines will be drawn for each channel (from 1 to 5) and for the total concentration (sum of 6 channels), for the hourly and quarter-hourly data , according to the standard equation: $Y = a X + b$

With

Y: data of the UFP 3031

X: data of the SMPS IfT (or the second UFP 3031)

a: the main coefficient of the orthogonal regression line

b: the ordinate at the origin of the orthogonal regression line

Success criteria:

Inter-comparison will be validated if the 2 following criteria are met:

1/ "a" must be significantly close to 1:

$$|1 - a| \leq 2.U_a^*$$

2/ "b" must be significantly close to zero:

$$|b| \leq 2.U_b$$

U_a and U_b being the standard uncertainties of the slope and the intercept respectively (calculated as the square root of their variance).

Concerning the R² value: There is no standard for it, but it's up to ATMO Rhône-Alpes and TSI to fix later an inferior limit value for this parameter.

ANNEXE 2

VERIFICATION DES APPAREILS

Installation : le 09/07/14

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6	SMPS
débit 3031	5.1	5.13	5.08	5.13	5.21	5.15	/
débit boucle	12.5	12.2	12.0	12.2			/
débit tête	16.7	16.7	16.7	16.7	16.7	16.7	16.7
3031/horloge parlante	0 sec	0 sec	0 sec 0	0 sec	0 sec	0 sec	0 sec
zéro	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
SMPS avant impacteur	/	/	/	/	/	/	0.325
SMPS après impacteur	/	/	/	/	/	/	0.325
débit affiché	/	/	/	/	/	/	0.3
débit 3775	/	/	/	/	/	/	0.32

Désinstallation : le 28/07/14

	3031_1	3031_2	3031_3	3031_4	3031_5	3031_6	SMPS
débit 3031	5.08	5.15	5.10	5.11	5.19	5.15	/
débit boucle	11.82	12.03	12.00	12.15	12.06	12.12	/
débit tête	16.5	16.6	16.5	16.65	16.55	16.6	/
zéro	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
3031/horloge parlante	-12 sec	-15 sec	-42 sec	-34 sec	-21 sec	-20 sec	+17 sec
SMPS avant impacteur	/	/	/	/	/	/	0.325
SMPS après impacteur	/	/	/	/	/	/	0.325
débit affiché	/	/	/	/	/	/	0.3
débit 3775	/	/	/	/	/	/	0.33

ANNEXE 3

PRECONISATIONS DE TSI EN MATIERE DE MAINTENANCE



Continuous, Long Term Monitoring of Ultrafine Particles in Urban Air

Operation and Maintenance Short Guide
Dr. A. Zerrath



© 2008, TSI Incorporated

Environmental Sampling System



Model 3031200

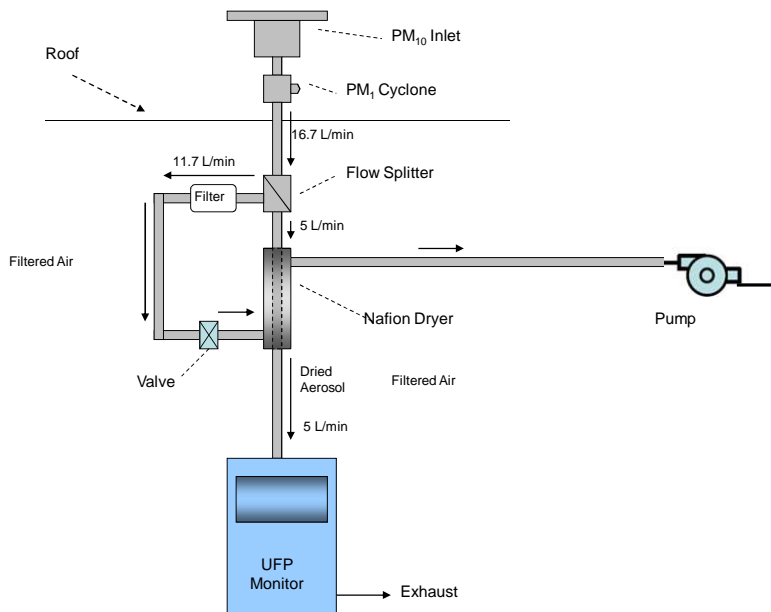
- **Standard PM10 inlet**
Standardized size-selective sampling of outdoor aerosol
- **Sharp cut PM1 cyclone**
Removes large particles to avoid contamination of UFP Monitor
- **Flow splitter**
Splits inlet sample flow to enable sub-sampling portion of flow into particle measurement system
- **Nafion® dryer**
Conditions sample to remove effects of RH on aerosol



TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Typical Field Setup



TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance UFP



Wartung	Intervall	Fachkraft
Cyclone	typ. 1-2 weeks	Trained technician
Inlet orifice	As needed (e.g. When inlet flow < 5 L/min)	Trained technician
Charcoal filter	3 months	Trained technician
Charger filter	3 months	Trained technician
Sheath flow filter	6 months	Trained technician
DMA column	6 months	Service technician
Electrometer filter	12 months	Service technician
Aerosol pump outlet filter	3 months	Trained technician

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance UFP



Cleaning of the inlet orifice

Interval: as needed, e.g. when inlet flow too low

Abstract

1. Shutdown (!) and switch off instrument
2. Open left side door
3. Remove the retaining screw of the inlet
4. Pull the inlet straight out from the instrument
5. Clean the orifice with isopropanol and clean, pressurized air
6. Inspect and grease o-rings as needed
7. Re-insert the inlet into the instrument and align the retaining screw hole
8. Close the left door
9. Turn the instrument on and measure the inlet flow

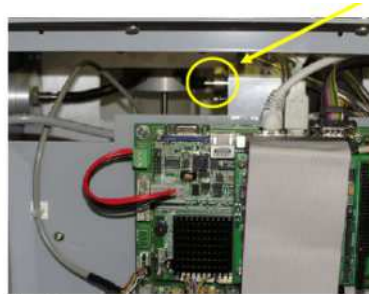


Figure 6-6
Aerosol Inlet Orifice Location

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance UFP



Replace both charger filters

Interval: 3 months

Abstract

1. Shutdown (!) and switch off instrument
2. Open front panel
3. Replace standard filter (blue) and charcoal filter (blue transparent) in the same flow direction
4. Close front panel
5. Turn the instrument on

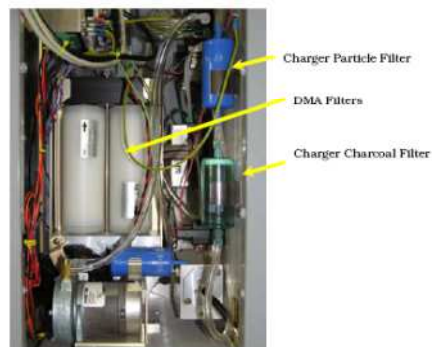


Figure 6-7
Location of Charger Charcoal and Particle Filters and DMA Filters

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance UFP



Replace aerosol pump outlet filter

Interval: 3 months

Abstract

1. Shutdown (!) and switch off instrument
2. Open front panel
3. Replace the blue filter in the same flow direction
4. Close front panel
5. Turn instrument on



Figure 6-16
Location of the Pump Exhaust Filter

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

UFP Consumables Kit for 1 year of operation



Part number 1031588

- 4 HEPA capsules,
2x installed in sheath air flow
- 8 Balston DFU-BX filters,
1x in charger flow, 1x at aerosol pump outlet
- 4 char coal filters,
1x in charger flow
- 1 wire core micro fibre filter
- 3 ft. Tygon tubing (0.312" OD x 0.187" ID)

Offer: USD ____ (Juni 2009)

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenace Environmental Sampling System



Maintenance	Interval
HEPA filter	12 months
PM 10 head	6 months
PM 1 cyclone	1 month / 6 months
Flow splitter	6 months or as needed
Steel liner	6 months or as needed
Nafion dryer	12 months or as needed

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenace Environmental Sampling System



Cleaning the PM10 head
Interval: 6 months



Figure 3-1
The Components of the PM₁₀ Inlet. The Impaction Surface is Located in the Bottom Part.

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance Environmental Sampling System



Cleaning PM₁₀ cyclone
Interval: 1 to 6 months

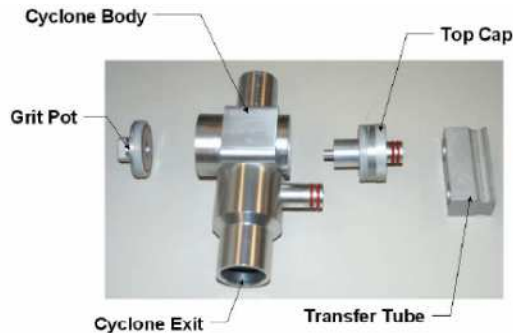


Figure 3-2
The Components of the Sharp Cut Cyclone

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Maintenance Environmental Sampling System



Cleaning the flow splitter
Interval: 6 months or as needed

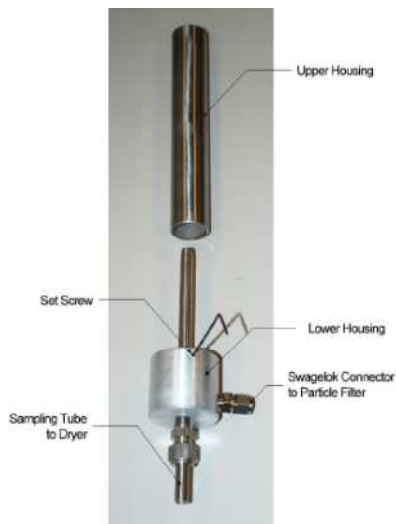


Figure 3-3
The Components of the Flow Splitter

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

Operation



Critical parameters

- Charger: Voltage 2.2 to 2.3 kV at 1 mA current
- Inlet flow = 5 L/min
- Flow through environmental sampling system 11.7 L/min for the bypass and 16.7 L/min in total

TRUST. SCIENCE. INNOVATION.

© 2008, TSI Incorporated

ANNEXE 4

INTERVALLE DE CONFIANCE DE REPRODUCTIBILITE : RESULTATS DETAILLES, APRES TEST DE GRUBBS

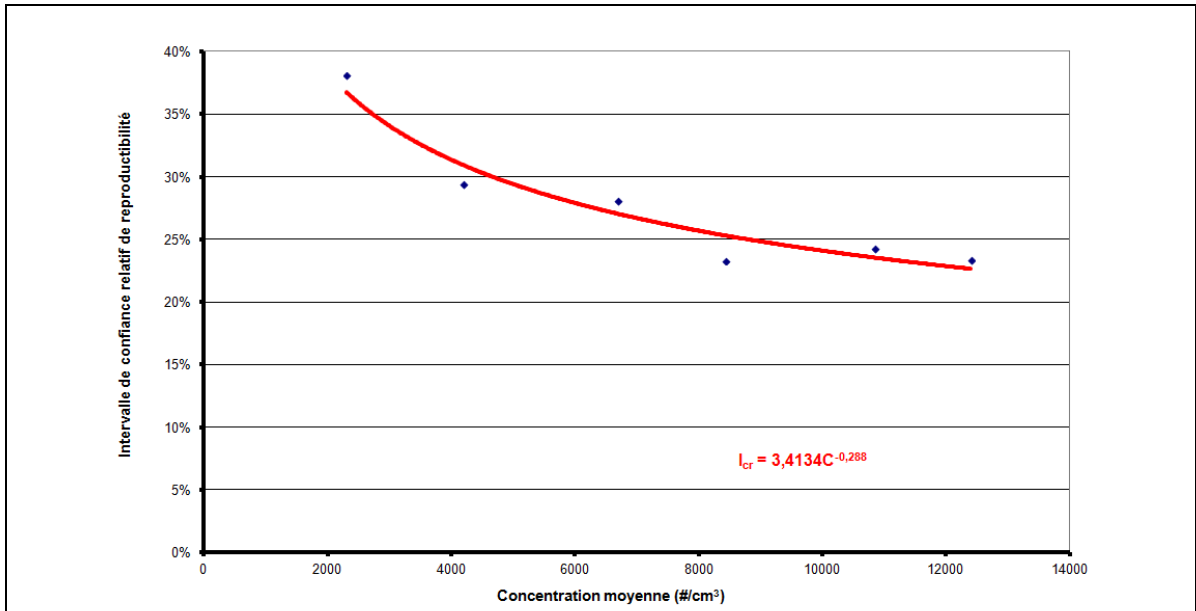


Figure 23 : concentration totale (6 canaux)

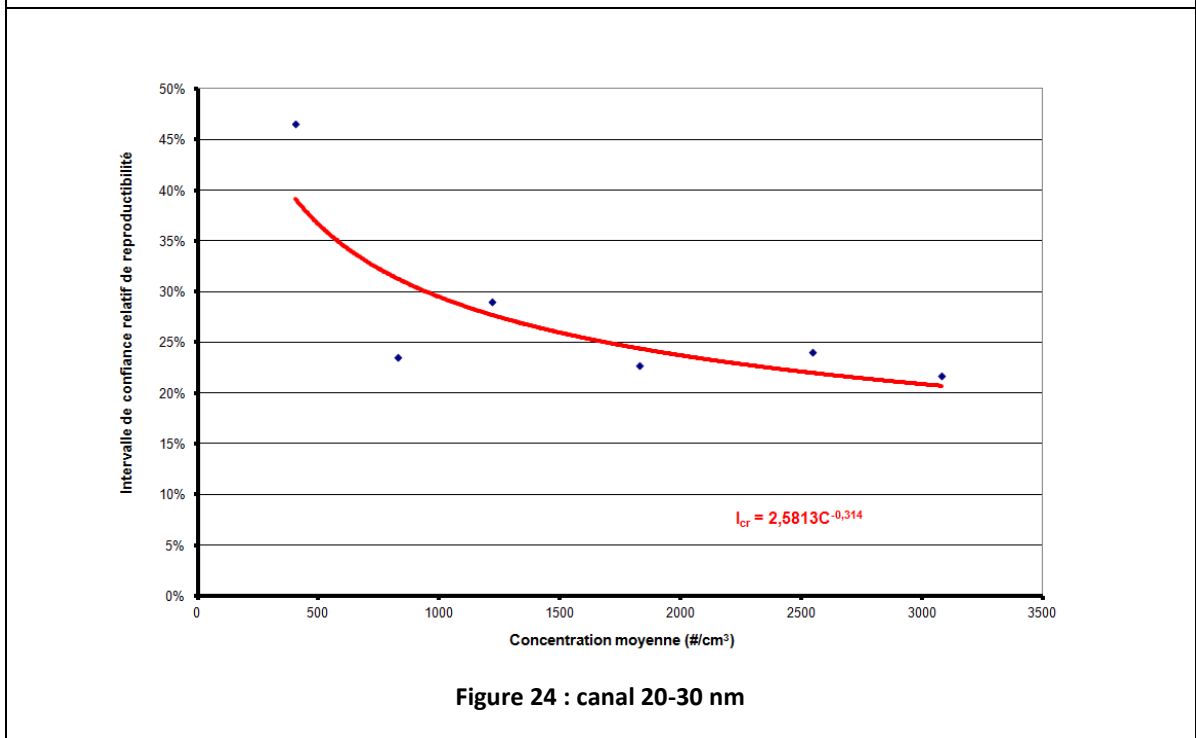


Figure 24 : canal 20-30 nm

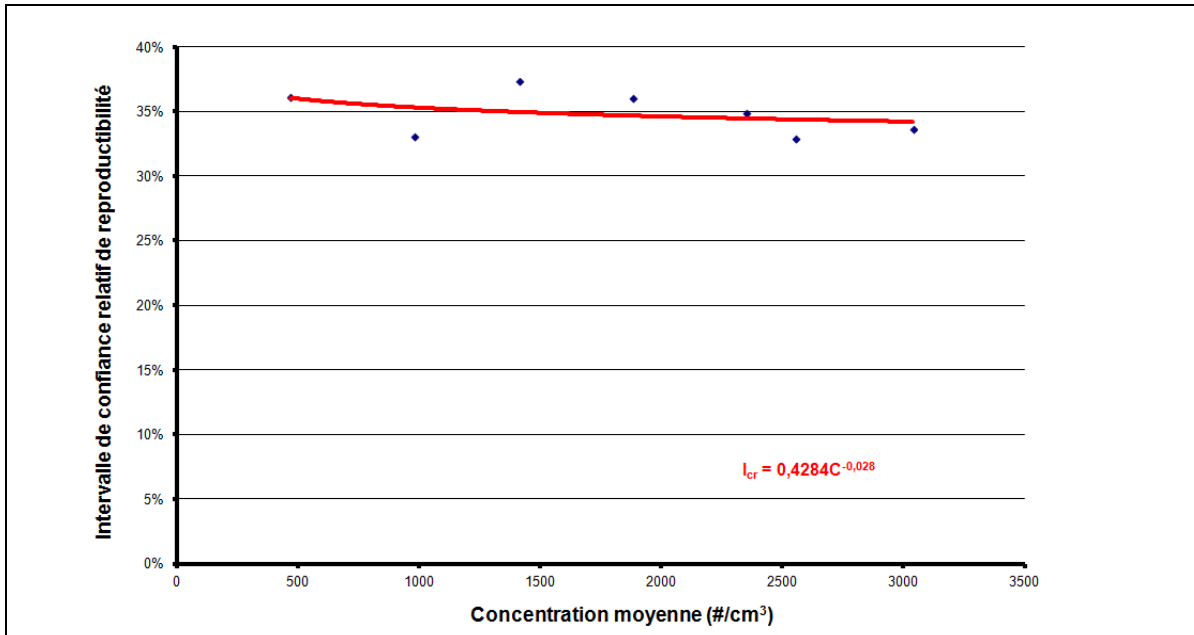


Figure 25 : canal 30-50 nm

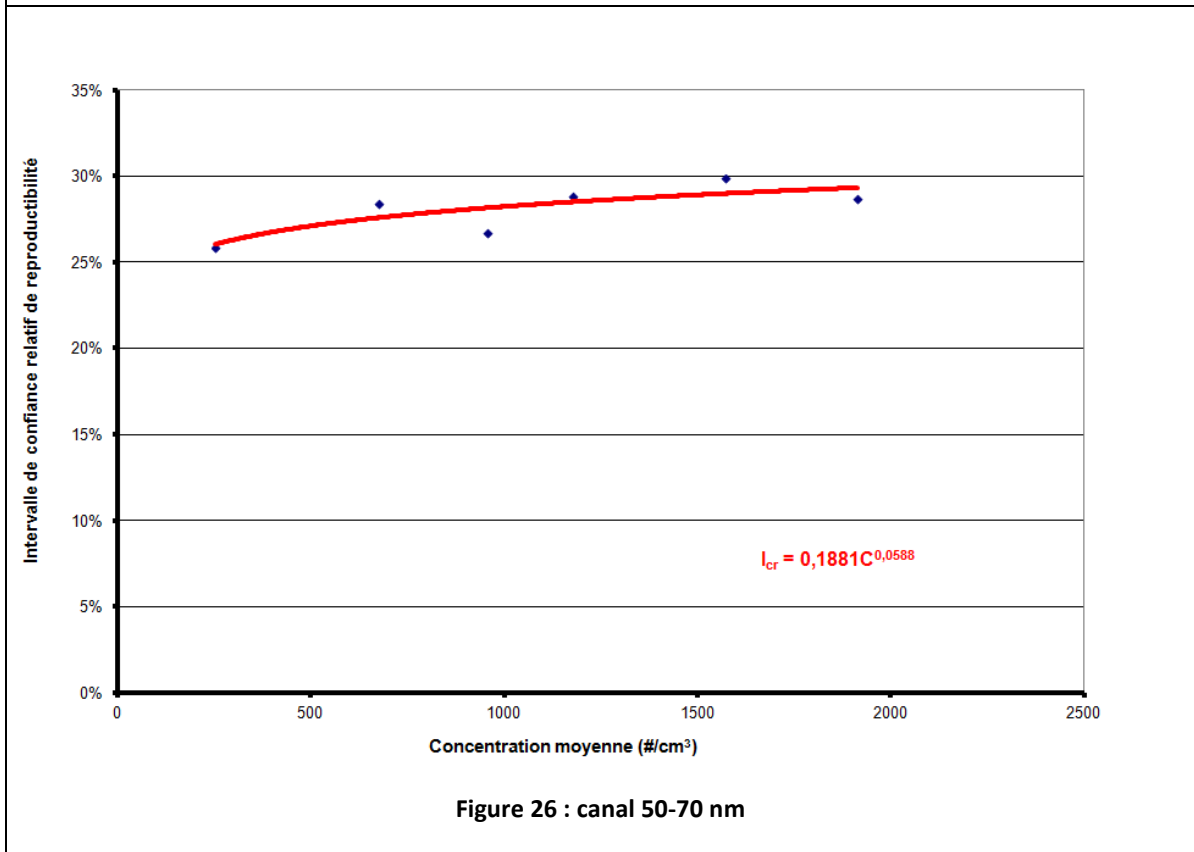
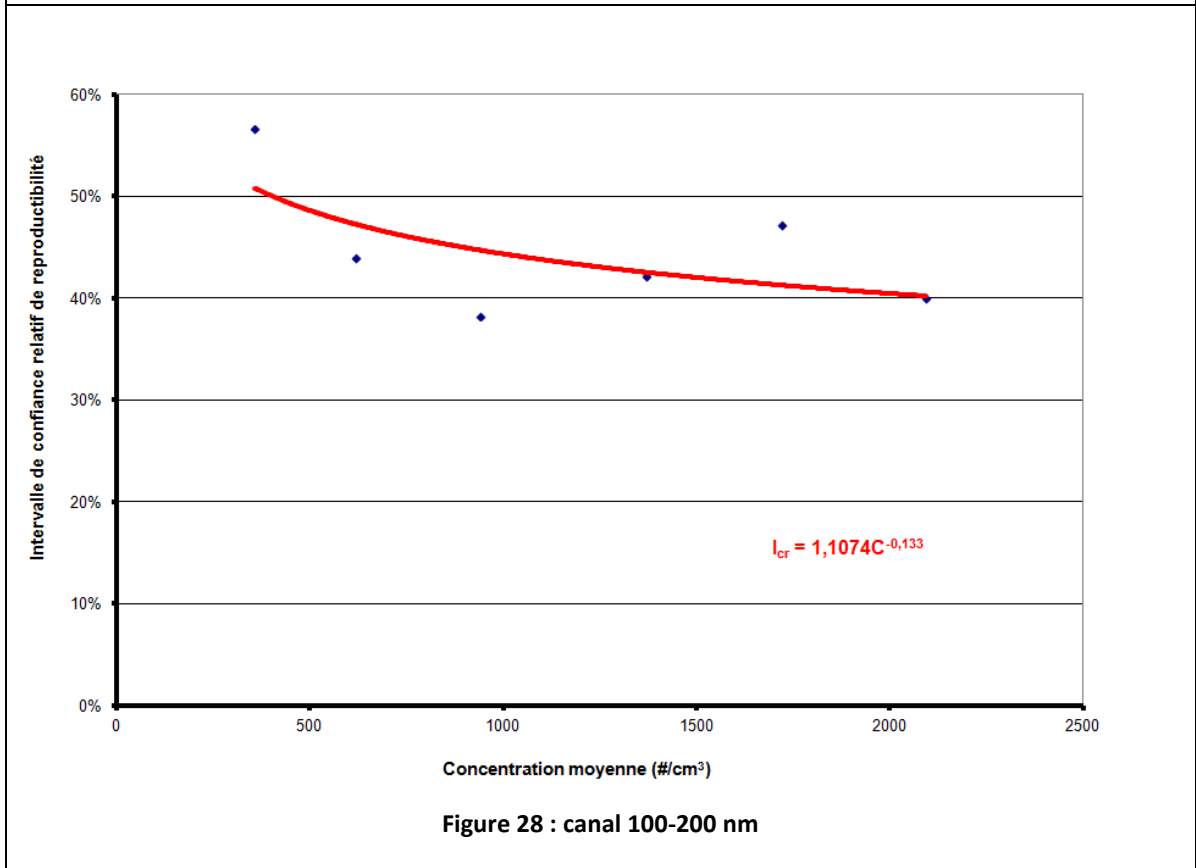
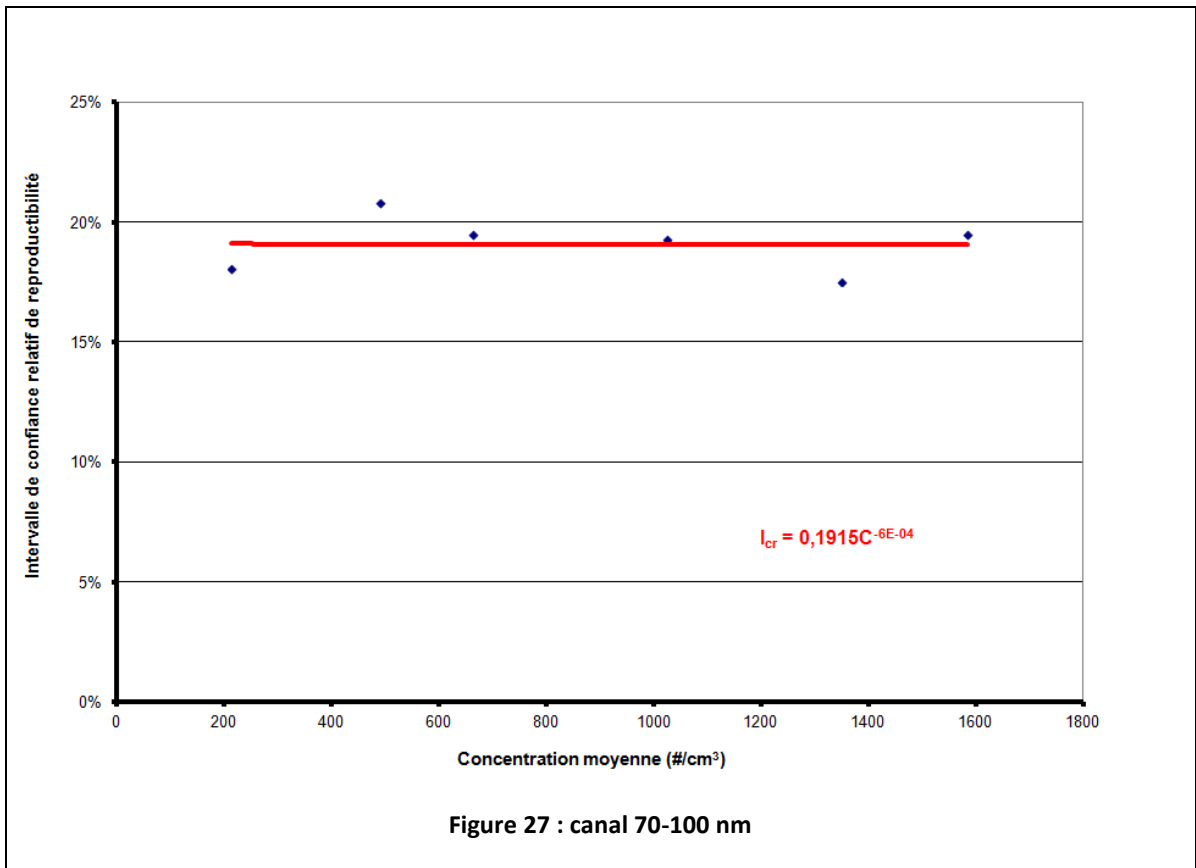
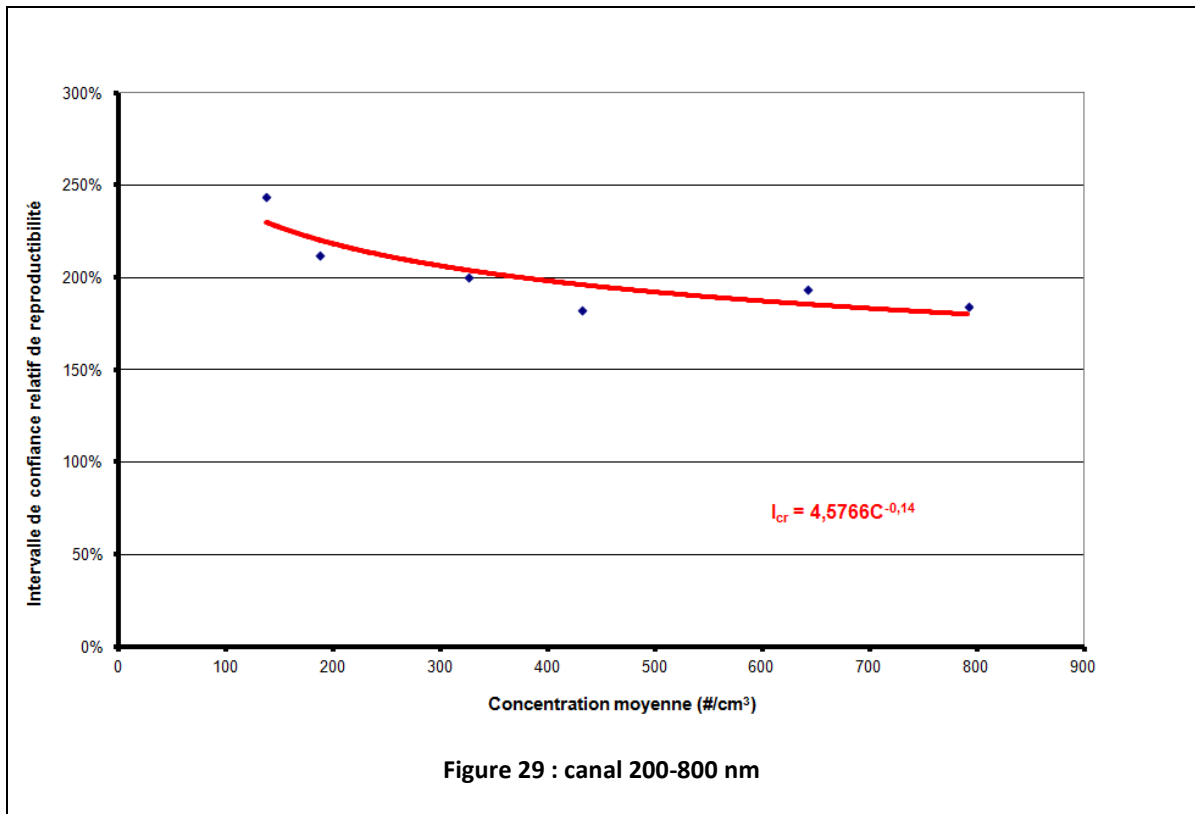


Figure 26 : canal 50-70 nm







direction et secrétariat du LCSQA

INERIS - parc technologique Alata - BP 2 - F60550 Verneuil-en-Halatte
tél. 03 44 55 64 04 - www.lcsqa.org