



Maintien et amélioration des chaînes nationales d'étalonnage

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

**MAINTIEN ET AMELIORATION DES CHAINES NATIONALES
D'ETALONNAGE**

**Jérôme Couette, Fabien Mary, Laurent Saragoza, Christophe Sutour,
Thomas Venault, Tatiana Macé (LCSQA-LNE)**

Octobre 2015



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	6
1. INTRODUCTION	8
2. OBJECTIFS.....	10
3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2015	11
3.1 Type et nombre de raccordements effectués en 2015.....	11
3.1.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2	11
3.1.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2015.....	13
3.1.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA-INERIS.....	14
3.1.4 Raccordements de l'ORA.....	15
3.1.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2015 par le LCSQA-LNE15	
3.1.6 Etablissement du nouveau planning de raccordements Niveau 1/Niveaux 2 pour l'année 2016	16
3.2 Synthèse des problèmes rencontrés en 2015.....	17
3.2.1 Problèmes rencontrés sur les matériels du LCSQA-LNE	17
3.2.1.1 Dysfonctionnement du chromatographe utilisé pour les étalonnages des mélanges gazeux BTEX des AASQA.....	17
3.2.1.2 Dysfonctionnement d'une pompe turbomoléculaire.....	19
3.2.1.3 Dysfonctionnement des générateurs d'ozone portables ANSYCO	19
3.2.1.4 Dysfonctionnement des climatisations.....	19
3.2.1.5 Coupure électrique générale fin juin 2015	21
3.2.1.6 Dérive du capteur de pression du photomètre NIST SRP 40	21
3.2.2 Problèmes rencontrés au niveau des raccordements	22
3.2.2.1 Raccordement en SO ₂ du laboratoire d'étalonnage d'Airparif.....	22
3.2.2.2 Raccordement en BTEX du laboratoire d'étalonnage de l'ASPA	22
3.2.2.3 Raccordement en CO du laboratoire d'étalonnage de l'ASPA.....	23
3.2.2.4 Raccordement exceptionnel du laboratoire d'étalonnage d'Air Pays de la Loire	23

RESUME

En 1996, sous l'impulsion du Ministère chargé de l'Environnement, un dispositif appelé « chaîne nationale d'étalonnage » a été conçu et mis en place afin de garantir, sur le long terme, la cohérence des mesures réalisées dans le cadre de la surveillance de la qualité de l'air pour les principaux polluants atmosphériques gazeux réglementés.

Ce dispositif a pour objectif d'assurer la traçabilité des mesures de la pollution atmosphérique en raccordant les mesures effectuées dans les stations de surveillance à des étalons de référence spécifiques par le biais d'une chaîne ininterrompue de comparaisons appelée « **chaîne d'étalonnage** ».

Compte tenu du nombre élevé d'Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), il était peu raisonnable d'envisager un raccordement direct de l'ensemble des analyseurs de gaz des stations de mesure aux étalons de référence nationaux, malgré les avantages métrologiques évidents de cette procédure.

Pour pallier cette difficulté, il a été décidé de mettre en place des procédures de raccordement intermédiaires gérées par un nombre restreint de laboratoires d'étalonnage régionaux ou pluri-régionaux (appelés également niveaux 2) choisis parmi les acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA et LCSQA-MD).

Par conséquent, ces **chaînes nationales d'étalonnage** sont constituées de 3 niveaux : le **LCSQA-LNE** en tant que Niveau 1, **des laboratoires d'étalonnage inter-régionaux (au nombre de 8)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3.

Dans le cadre de ces chaînes nationales d'étalonnage, **le LCSQA-LNE raccorde tous les 3 mois les étalons de dioxyde de soufre (SO₂), d'oxydes d'azote (NO/NO_x), d'ozone (O₃), de monoxyde de carbone (CO) et de dioxyde d'azote (NO₂) de chaque laboratoire d'étalonnage.**

De plus, depuis plusieurs années, le LCSQA-LNE raccorde directement les étalons de benzène, toluène, éthylbenzène et o,m,p-xylène (BTEX) de l'ensemble des AASQA, car au vu du nombre relativement faible de bouteilles de BTEX utilisées par les AASQA, il a été décidé en concertation avec le MEDDE qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

Le tableau ci-après résume les étalonnages effectués depuis 2006 par le LCSQA-LNE **pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA-INNERIS et LCSQA-MD), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX et Air zéro).**

	Nombre									
	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	146	180	180	180	180	180	181	180	180	185
Raccordements Madinair	16	24	13	25	19	13	27	14	27	27
Raccordements BTEX	38	42	37	40	38	33	23	25	26	30
Raccordements LCSQA-INERIS	12	21	18	20	36	39	32	44	36	33
Raccordements ORA	0	8	6	6	5	7	4	4	3	12
Raccordements « Air zéro »	-	-	-	-	-	-	-	8	18	18
Somme totale des raccordements	212	275	254	271	278	272	257	275	290	305

Ce rapport fait également la synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2015 par le LCSQA-LNE lors des raccordements des polluants gazeux, à savoir :

- Les problèmes rencontrés sur les matériels du LCSQA-LNE,
- Les problèmes rencontrés au niveau des raccordements.

1. INTRODUCTION

Au sein du dispositif de surveillance de la qualité de l'air, le rôle du LCSQA-LNE est d'assurer la cohérence des mesures de qualité de l'air sur le long terme, en maintenant des chaînes nationales d'étalonnage pour les principaux polluants atmosphériques gazeux.

Les objectifs de la chaîne nationale d'étalonnage sont les suivants :

- Le raccordement des mesures effectuées en station aux étalons de référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons, ce qui permet d'assurer la traçabilité des mesures aux étalons de référence,
- La maîtrise des moyens de mesure mis en œuvre par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA),
- L'estimation des incertitudes de mesure à chaque étape,
- L'amélioration de l'assurance qualité du dispositif de surveillance de la qualité de l'air.

Cette **chaîne nationale d'étalonnage** est constituée de **3 niveaux** : le **LCSQA-LNE** en tant que Niveau 1, **des laboratoires d'étalonnage inter-régionaux (au nombre de 8)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3 (cf. figure 1 ci-après).

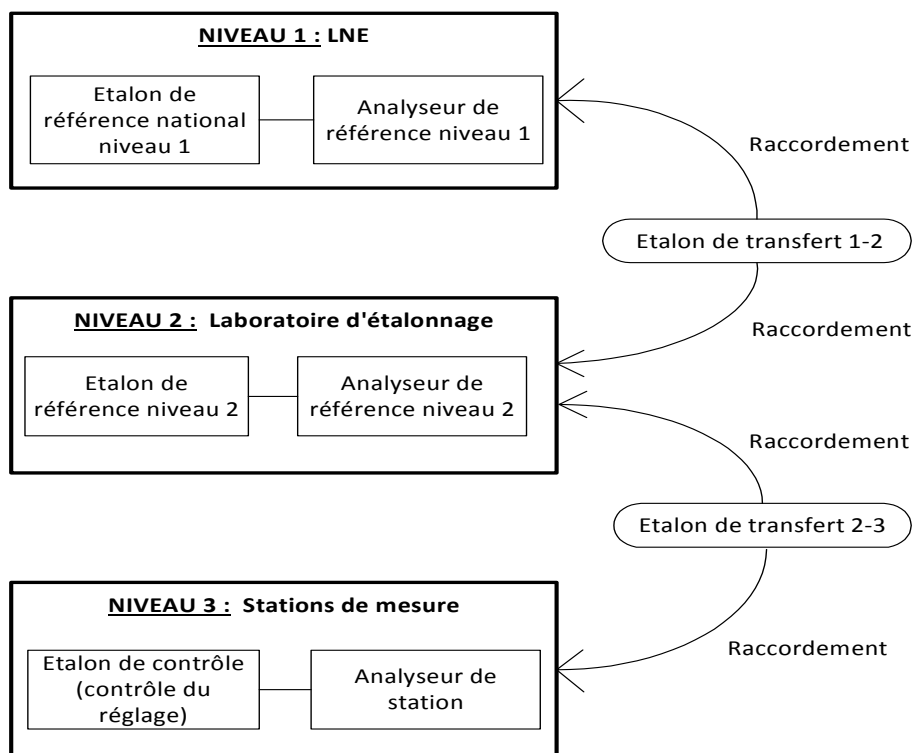
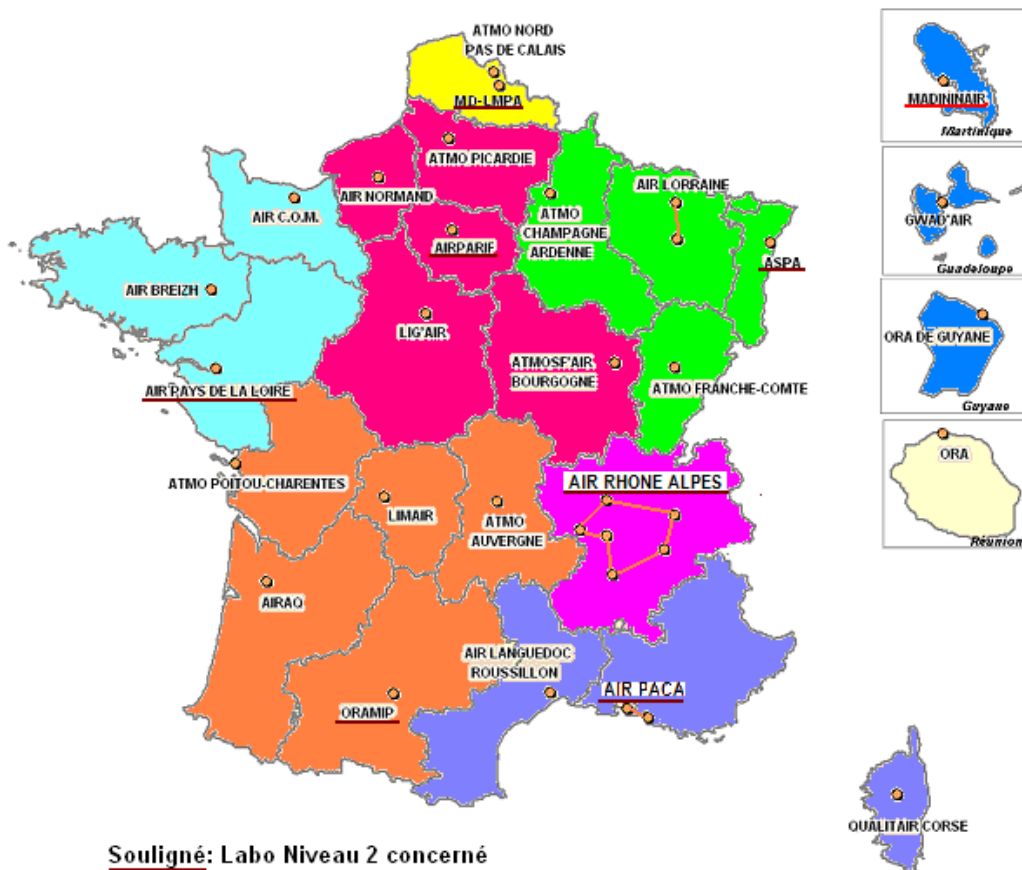


Figure 1 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

Dans ce contexte, 8 zones géographiques permettant le raccordement des stations de mesure aux étalons de référence nationaux ont été mises en place en France (cf. figure 2), soit :

- **La zone Ouest** regroupe 3 niveaux 3 (Air Pays de la Loire, Air Breizh et Air C.O.M.) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à Air Pays de la Loire.
- **La zone Grand Est** regroupe 4 niveaux 3 (ASPA, Air Lorraine, ATMO Champagne Ardenne et ATMO Franche Comté) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à l'ASPA.
- **La zone Bassin Parisien** regroupe 5 niveaux 3 (AIRPARIF, Lig'Air, Air Normand, Atmosf'Air Bourgogne et ATMO Picardie) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à AIRPARIF.
- **La zone Grand Sud-Ouest** regroupe 5 niveaux 3 (ORAMIP, AIRAQ, ATMO Poitou Charentes, ATMO Auvergne et Limair) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à l'ORAMIP.
- **La zone Sud** regroupe 3 niveaux 3 (AIR PACA, Air Languedoc Roussillon et Qualitair Corse) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à AIR PACA.
- **La zone Rhône-Alpes** comportait à l'origine 6 niveaux 3 qui se sont regroupés en une seule structure (Air Rhône-Alpes) ; le niveau 2 de cette zone est localisé dans les locaux d'Air Rhône-Alpes à Lyon.
- **La région Nord Pas de Calais** comportait à l'origine 4 AASQA qui se sont regroupées en une seule structure (ATMO Nord Pas de Calais) ; son niveau 2 est le LCSQA-MD.
- **La zone Caraïbes** regroupe 3 niveaux 3 (MADININAIR, GWADAIR et ORA Guyane) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à MADININAIR.

Quant à l'ORA (La Réunion), cette AASQA est directement rattachée au LCSQA-LNE et ne raccorde aucune autre AASQA.



Souligné: Labo Niveau 2 concerné

Figure 2 : Représentation des 8 zones géographiques mises en place pour couvrir l'ensemble du territoire français

Ces chaînes nationales d'étalonnage concernent le dioxyde de soufre (SO₂), les oxydes d'azote (NO/NO_x), l'ozone (O₃) et le monoxyde de carbone (CO).

Dans ce cadre, les étalons de transfert 1-2 de chaque laboratoire d'étalonnage (Niveau 2) sont raccordés par le LCSQA-LNE tous les 3 mois.

De plus, des raccordements sont également effectués pour d'autres polluants (BTEX, NO₂, air zéro) et d'autres acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (LCSQA-INERIS, LCSQA-MD).

2. OBJECTIFS

Les objectifs de ce rapport sont :

- De faire le point sur les raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA-INERIS et LCSQA-MD), tous polluants gazeux confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX et Air zéro) en 2015 ;
- De réaliser une synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2015 par le LCSQA-LNE lors des raccordements.

3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2015

3.1 Type et nombre de raccordements effectués en 2015

3.1.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2

La planification des étalonnages réalisés en 2015 est indiquée sur la figure 3 ci-après.

Les étalonnages sont planifiés annuellement avec les 7 laboratoires d'étalonnage de métropole. Concernant les raccordements effectués pour le niveau 2 de Madinair, il n'est pas possible de les planifier à l'année, compte-tenu des délais de transport.

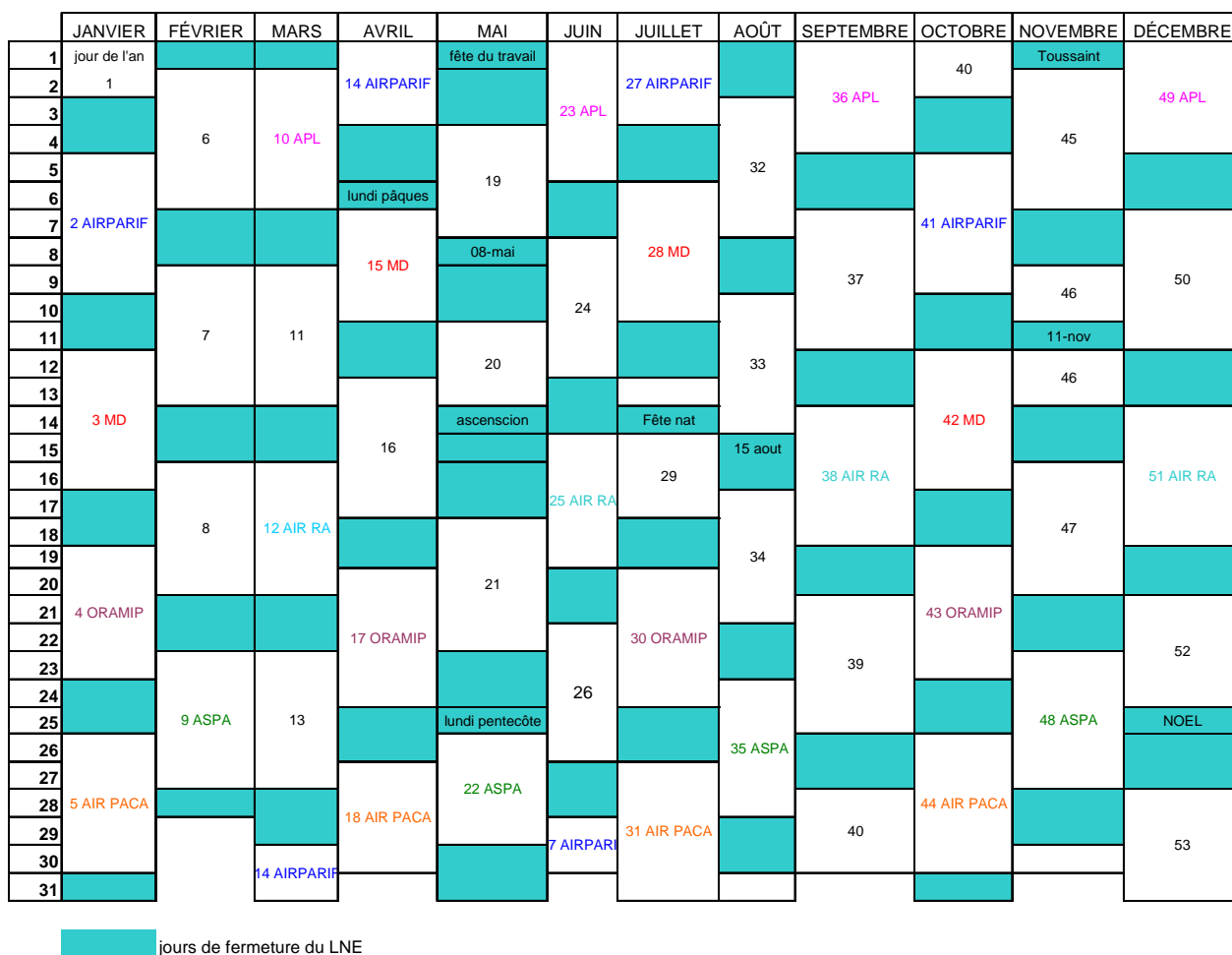


Figure 3 : Planning des raccordements des étalons de transfert 1-2 pour 2015

Les tableaux 1 et 2 ci-après font le bilan des matériels que le LCSQA-LNE a raccordés en 2015 pour les laboratoires d'étalonnage (Niveaux 2) et pour les composés CO, SO₂, NO/NO_x, NO₂ et O₃.

Nom du niveau 2	Matériel à étalonner				
	Nombre de bouteilles de NO	Nombre de bouteilles de CO	Nombre de bouteilles de SO ₂	Nombre de bouteilles de NO ₂	Nombre de générateurs d'ozone
Laboratoire d'étalonnage d'AIR PL	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage de l'ASPA	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2
Laboratoire d'étalonnage d'AIR RA	1 (à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2
Laboratoire d'étalonnage du LCSQA-MD	2 (à 200 et à 400 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	2 (à 100 et à 200 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage d'ORAMIP	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage d'AIR PACA	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2
Laboratoire d'étalonnage d'AIRPARIF	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	2 (à 9 et à 15 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	1

Tableau 1 : Bilan des matériels des niveaux 2 de métropole étalonnés par le LCSQA-LNE en 2015

Madininair		
Matériel testé	Composé	Nombre de raccordements effectués
2 diluteurs 146i (TEI) + mélange gazeux haute concentration	NO	10 (100, 200, 300, 500 et 800 nmol/mol)
	SO ₂	6 (100, 200 et 300 nmol/mol)
	CO	10 (2, 3, 5, 8 et 10 µmol/mol)
Générateur d'ozone 49CPS (TEI)	De 0 à 400 nmol/mol	1

Tableau 2 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour le niveau 2 de MADININAIR en 2015

En conclusion, pour 2015, 180 étalonnages ont été effectués par le LCSQA-LNE pour les niveaux 2 de métropole et 27 pour le niveau 2 de MADININAIR, soit un total de 207 étalonnages pour l'ensemble des niveaux 2.

3.1.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2015

Compte-tenu du nombre de bouteilles de COV utilisées par les AASQA qui est relativement faible et afin d'éviter de créer une nouvelle chaîne inutilement lourde à gérer, la procédure suivante a été adoptée en concertation avec le MEDDE : les concentrations des bouteilles neuves achetées par les AASQA sont systématiquement déterminées par le LCSQA-LNE. Ces bouteilles peuvent ensuite être titrées à nouveau à la demande des AASQA.

Depuis août 2011, le LNE certifie les concentrations d'éthylbenzène, de m-xylène et de p-xylène en plus du benzène, du toluène et de l'o-xylène pour les mélanges gazeux de BTEX des AASQA.

Le tableau 3 ci-après fait un bilan des AASQA s'adressant directement au LCSQA-LNE et du nombre de raccordements BTEX effectués par le LCSQA-LNE pour l'ensemble des AASQA et le LCSQA-INERIS en 2015.

Nom de l'AASQA	Matériel étalonné	Nombre de raccordements effectués
ATMO NPDC	Bouteille de BTEX basse concentration	2
ATMO PC	Bouteille de BTEX basse concentration	2
AIR RA	Bouteille de BTEX basse concentration	2
AIRPARIF	Bouteille de BTEX basse concentration	8
ASPA	Bouteille de BTEX basse concentration	2
AIR PL	Bouteille de BTEX basse concentration	2
AIR PACA	Bouteille de BTEX basse concentration	4
AIR NORMAND	Bouteille de BTEX basse concentration	1
AIR LORRAINE	Bouteille de BTEX basse concentration	1
AIR LR	Bouteille de BTEX basse concentration	1
LCSQA-LNE	Bouteille de BTEX basse concentration	4
LCSQA-INERIS	Bouteille de BTEX basse concentration	1

Tableau 3 : Bilan des raccordements BTEX effectués par le LCSQA-LNE en 2015 pour l'ensemble des AASQA

Le tableau 3 montre qu’en 2015 :

- 10 AASQA et le LCSQA-INERIS se sont adressés au LCSQA-LNE pour le raccordement de leurs bouteilles de BTEX ;
- 30 étalonnages BTEX ont été réalisés par le LCSQA-LNE pour l’ensemble des AASQA, le LCSQA-INERIS et dans le cadre du suivi de la qualité pour le LCSQA-LNE.

3.1.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA-INERIS

Le planning des raccordements effectués pour le LCSQA-INERIS est représenté sur la figure ci-après.

JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
jour de l’an				fête du travail						Toussaint	
1			14		23	27		36	40		49
	6 INERIS	10					32			45	
2			lundi pâques	19					41		
			15	08-mai	24	28		37		46	50
	7 INERIS	11								11-nov	
3			16	ascension		Fête nat			42	46	
							15 aout	38			51
	8	12			25	29				47	
4			17	21		30	34		43		52
					26			39			
	9	13	lundi pentecôte				35 INERIS			48	NOEL
5 INERIS			18	22		31		40	44		
		14			27						53
	jours de fermeture du LNE										

Figure 4 : Planning des raccordements effectués en 2015 pour le LCSQA-INERIS

Le tableau 4 fait état des raccordements effectués pour le LCSQA-INERIS en 2015.

Matériel testé	Concentration	Nombre de raccordements effectués
Bouteille de NO	60 nmol/mol	3
Bouteille de NO	200 nmol/mol	3
Bouteille de NO	800 nmol/mol	2
Bouteille de NO	9 µmol/mol	1
Bouteille de SO ₂	50 nmol/mol	3
Bouteille de SO ₂	200 nmol/mol	4
Bouteille de CO	3 µmol/mol	3
Bouteille de CO	9 µmol/mol	2
Bouteille de CO	15 µmol/mol	2
Bouteille de NO ₂	100 nmol/mol	4
Bouteille de NO ₂	200 nmol/mol	4
Générateur d'ozone	-	2

Tableau 4 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour le LCSQA-INERIS en 2015

Le tableau 4 montre que le LCSQA-LNE a réalisé **33 raccordements pour le LCSQA-INERIS en 2015**.

3.1.4 Raccordements de l'ORA

Le LCSQA-LNE a raccordé en novembre 2015 les étalons de l'ORA, à savoir :

- 3 mélanges gazeux en bouteille de NO (200 nmol/mol),
- 3 mélanges gazeux en bouteille de SO₂ (100 nmol/mol),
- 2 mélanges gazeux en bouteille de NO₂ (200 nmol/mol),
- 3 mélanges gazeux en bouteille de CO (9 µmol/mol)
- 1 générateur d'ozone.

3.1.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2015 par le LCSQA-LNE

Le nombre de raccordements effectués en 2015 par le LCSQA-LNE est reporté dans le tableau ci-après.

	Nombre									
	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	146	180	180	180	180	180	181	180	180	185
Raccordements Madinair	16	24	13	25	19	13	27	14	27	27
Raccordements BTEX	38	42	37	40	38	33	23	25	26	30
Raccordements LCSQA-INERIS	12	21	18	20	36	39	32	44	36	33
Raccordements ORA	0	8	6	6	5	7	4	4	3	12
Raccordements « Air zéro »	-	-	-	-	-	-	-	8	18	18
Somme totale des raccordements	212	275	254	271	278	272	257	275	290	305

Tableau 5 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA-LNE de 2006 à 2015

L'écart entre le nombre de raccordements Niveau 1/Niveaux 2 de 2006 et de 2007 provient du fait que le nombre de raccordements de 2006 n'intégrait pas les raccordements effectués pour le composé NO₂.

Le tableau 5 montre que globalement le LCSQA-LNE a effectué **300 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA-INERIS et LCSQA-MD), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX, air zéro) en 2015.**

3.1.6 Etablissement du nouveau planning de raccordements Niveau 1/Niveaux 2 pour l'année 2016

Le planning des raccordements Niveau 1 / Niveaux 2 pour l'année 2016 a été transmis aux 7 laboratoires d'étalonnage de métropole en septembre 2015 par courrier électronique et par courrier.

Le planning ci-après ayant été accepté par l'ensemble des niveaux 2, il sera donc appliqué en 2016.

JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
jour de l'an			13	fête du travail		26		35 APL		Toussaint	48 APL
	5	9 APL		18	22 APL		31			44	
1 AIRPARIF			14 AIRPARIF	ascension		27 AIRPARIF			40 AIRPARIF		
				08-mai	23 AIR RA			36 AIR RA			49 AIR RA
	6	10 AIR RA		19 AIR PACA			32			45 AIR PACA	
2 MD			15 MD	AIR ZERO		28			41 MD	11-nov	
					24	Fête nat	15 aout	37			50
	7	11		lundi pentecôte						46	
3 ORAMIP			16 ORAMIP		20	29 MD	33 AIR PACA		42 ORAMIP		
								38	AIR ZERO		51
	8 ASPA	12			25		34 ASPA			47 ASPA	
4 AIR PACA											NOEL
			17			30 ORAMIP			43		
	9 APL				26			39		48 APL	52
		13		22 APL			35 APL				
jours de fermeture du LNE											

Figure 5 : Planning des raccordements des étalons de transfert 1-2 pour 2016

Ce planning indique la périodicité des raccordements des étalons de transfert 1-2 qui seront effectués pour l'ensemble des 7 laboratoires d'étalonnage en 2016.

Il ne tient pas compte du raccordement des étalons du LCSQA-INERIS, du raccordement des niveaux 2 et 3 concernant les BTEX et des raccordements divers (Air zéro...).

3.2 Synthèse des problèmes rencontrés en 2015

3.2.1 Problèmes rencontrés sur les matériels du LCSQA-LNE

3.2.1.1 Dysfonctionnement du chromatographe utilisé pour les étalonnages des mélanges gazeux BTEX des AASQA

Les étalonnages des mélanges gazeux de BTEX des AASQA sont effectués au moyen d'un chromatographe équipé d'une pré-concentration de type Compact GC de marque Interscience.

En janvier 2015, il a été constaté un problème de régulation de température au niveau du piège qui se produisait de façon aléatoire. La température indiquée "trap heating" au moment du prélèvement sur le piège de l'échantillon à analyser n'était plus régulée correctement. En principe, la mesure se situe autour de 0°C. Or, il était observé des températures souvent bien supérieures. Après plusieurs heures d'analyses, plus aucune

température n'était réglée et le message d'alarme 'TMAX POWER RELAY OFF » apparaissait.

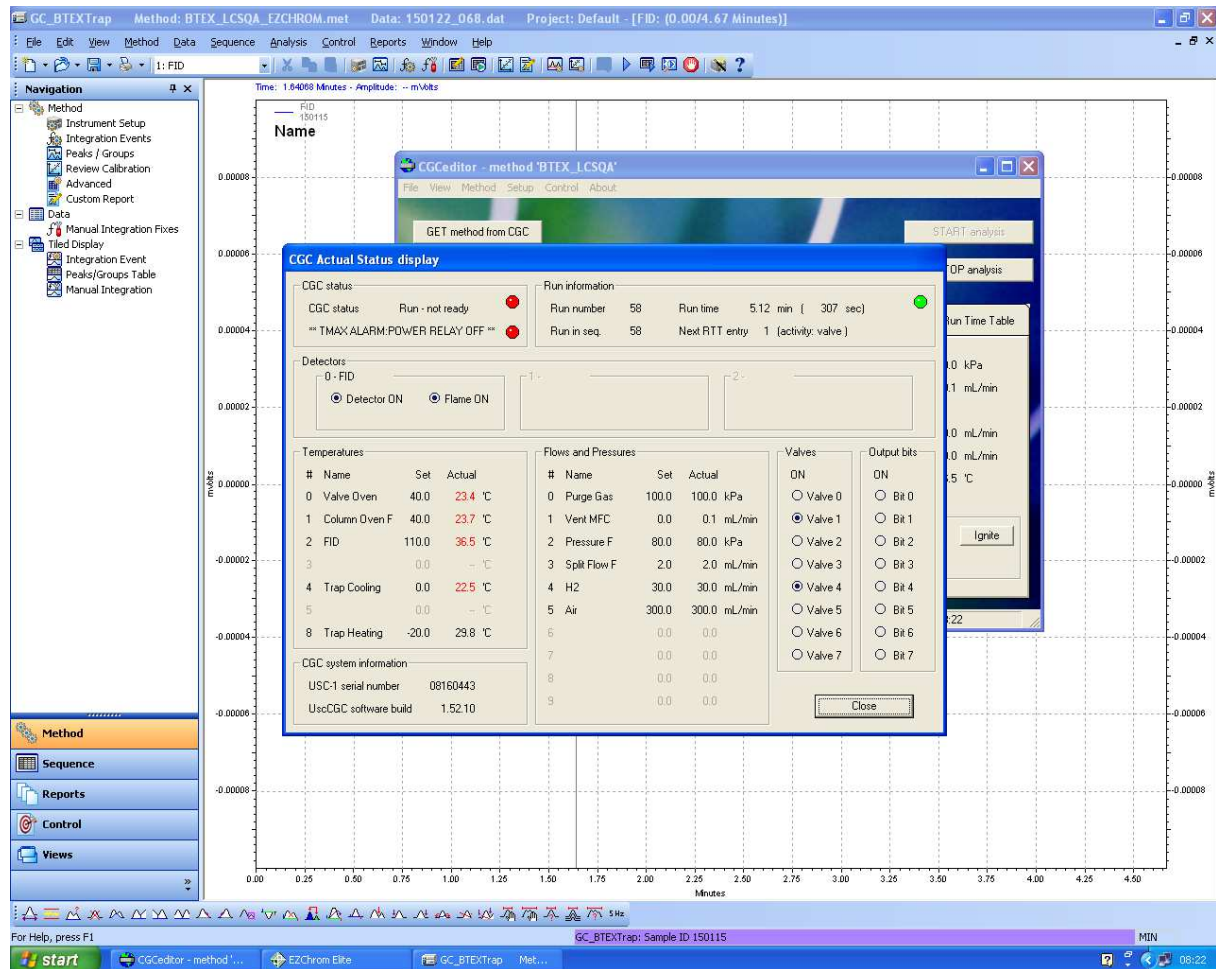


Figure 6 : Affichage erroné des paramètres du compact GC

Néanmoins, un redémarrage complet du GC était suffisant pour que le GC fonctionne normalement dans un premier temps, mais le problème réapparaissait à nouveau au bout de plusieurs heures.

La société Interscience a émis plusieurs hypothèses comme origine du problème (sonde de température défectueuse, court-circuit...). Les connections des cartes électroniques ont été vérifiées.

Après ces vérifications, le chromatographe s'est remis à fonctionner correctement. Il n'a été trouvé aucune explication pouvant éclaircir ce problème.

A cause de ce dysfonctionnement, les étalonnages de mélanges gazeux de BTEX effectués pour les AASQA ont dû être interrompus pendant 2 semaines.

3.2.1.2 Dysfonctionnement d'une pompe turbomoléculaire

Le LCSQA-LNE utilise des pompes à vide turbomoléculaire pour faire le vide dans les bouteilles lors de la fabrication des mélanges gazeux de référence gravimétriques.

En juin 2015, l'un des groupes de pompage est tombé en panne. La pompe primaire puis la pompe turbo démarraient normalement, mais après 1 ou 2 minutes la turbo s'arrêtait de fonctionner. Cette pompe étant sous garantie, le modèle a été échangé très rapidement par le fabricant.

3.2.1.3 Dysfonctionnement des générateurs d'ozone portables ANSYCO

Le LCSQA-LNE fait circuler des générateurs d'ozone de type KT-O3 dans le cadre des comparaisons interlaboratoires réalisées avec les AASQA de niveaux 3.

En juin 2015, le générateur référencé GEG 011 a été expédié au réseau d'AIRAQ conformément au planning fixé pour les comparaisons interlaboratoires. Lors de l'utilisation du générateur, plusieurs anomalies ont été constatées. Le réseau AIRAQ a donc réexpédié le générateur au LCSQA-LNE qui a confirmé les dysfonctionnements suivants :

- un affichage permanent du message "préchauffage four" lors de la génération d'ozone ;
- une augmentation de 20 nmol/mol de la concentration réelle générée pour une même consigne ;
- une fluctuation de la lecture du débit entre 2.2 et 2.0 l/min pour une consigne de 3l/min en mode gaz zéro ;
- un arrêt inopiné de la génération d'ozone.

Par conséquent, l'appareil a été envoyé au fabricant pour réparation, ce qui a entraîné deux mois d'immobilisation du générateur GEG 011.

Le planning initial de la comparaison a été adapté en raison de l'indisponibilité de cet appareil.

3.2.1.4 Dysfonctionnement des climatisations

Les travaux menés dans le cadre du LCSQA-LNE sont effectués dans deux laboratoires numérotés 210 et 218. Au cours de l'année 2015, de nombreux dysfonctionnements de la régulation des températures ont été constatés, et ceci de façon récurrente. Le LCSQA-LNE a donc été parfois obligé de recommencer certains essais.

Les graphiques ci-après présentent l'évolution de la température dans les laboratoires au mois d'août 2015.

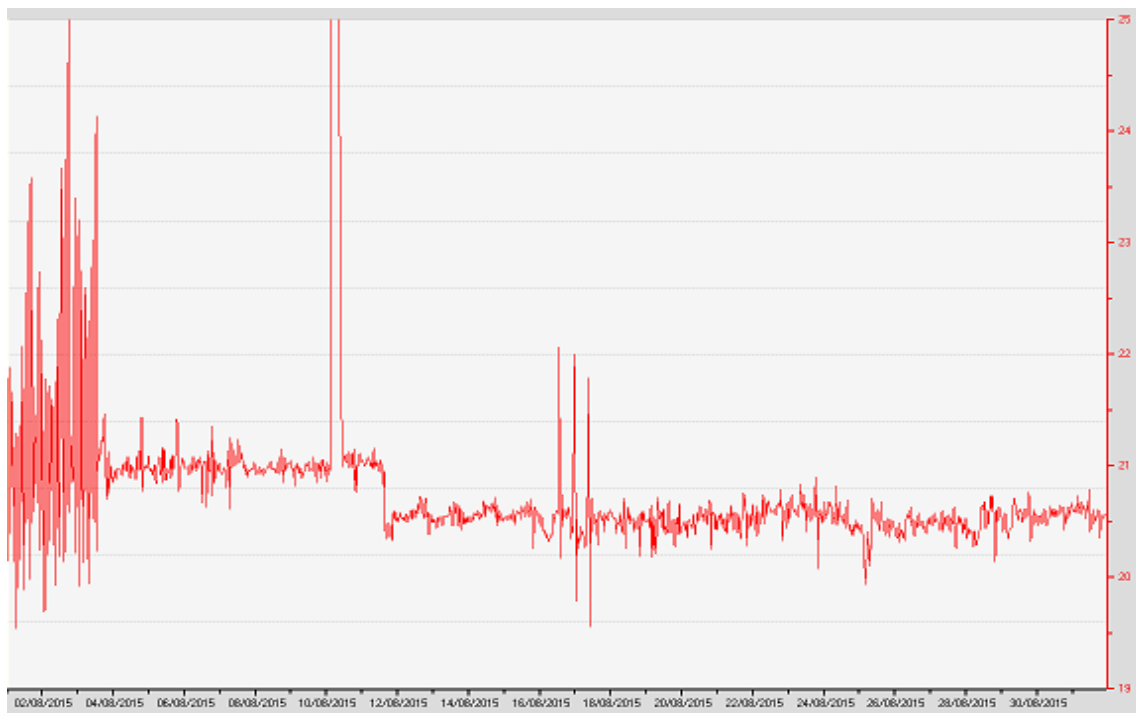


Figure 7 : Evolution des températures dans le laboratoire 210 en août 2015

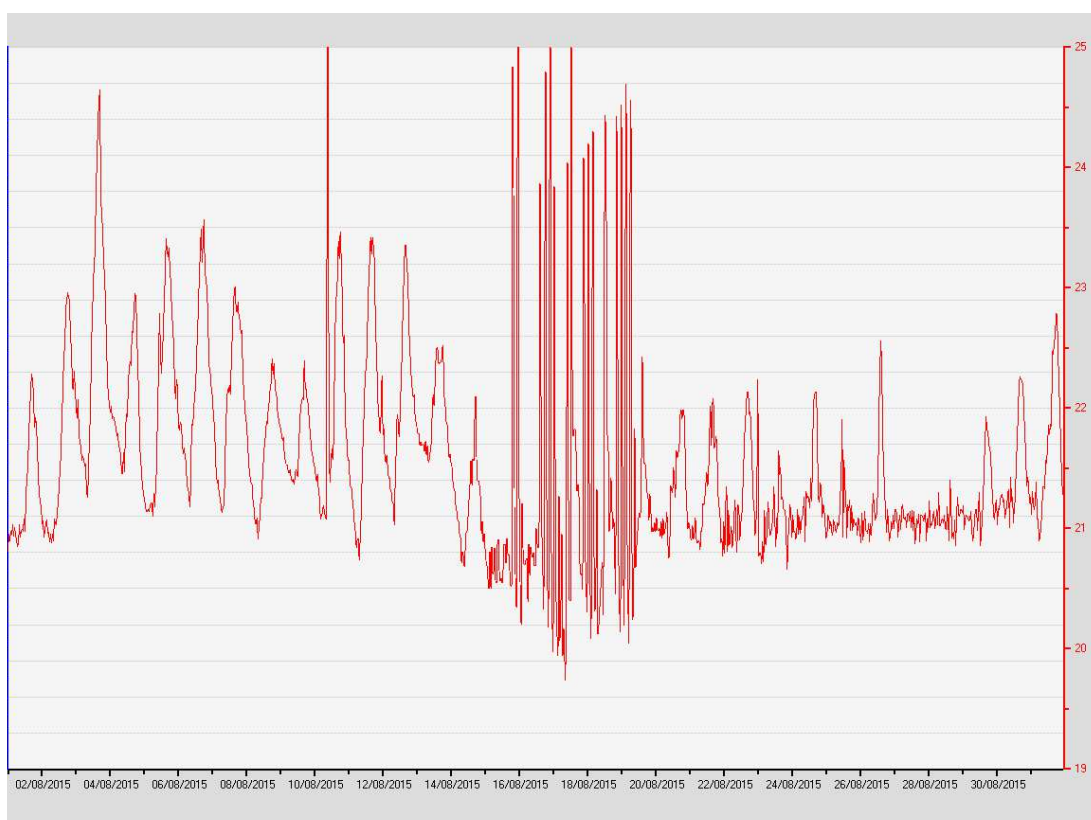


Figure 8 : Evolution des températures dans le laboratoire 218 en août 2015

La société en charge de la maintenance des climatisations est intervenue fréquemment et a recherché activement une solution pour résoudre ces problèmes.

3.2.1.5 Coupure électrique générale fin juin 2015

Le 30 juin 2015, une coupure électrique s'est produite sur le site du LNE à Paris. L'arrondissement du 15^{ème} s'est trouvé sans électricité de 7h à 11h30. Le réseau informatique du LNE a donc été indisponible toute la journée.

Il a été nécessaire de consacrer deux journées à la validation des bancs de mesure avant de reprendre les étalonnages. Les raccordements des étalons du réseau Airparif ont été retardés d'environ une semaine.

3.2.1.6 Dérive du capteur de pression du photomètre NIST SRP 40

Le LCSQA-LNE utilise deux photomètres NIST pour le raccordement en ozone des laboratoires de niveau 2. Les étalonnages sont effectués par comparaison au photomètre NIST SRP40. Le photomètre NIST SRP24 est utilisé pour réaliser une comparaison semestrielle des mesures faites par chacun des photomètres.

Les capteurs de pression associés à chaque photomètre sont étalonnés annuellement par le pôle mécanique du LNE. Les résultats d'étalonnage effectués depuis 2007 montrent que le capteur associé au photomètre NIST SRP40 a dérivé régulièrement (cf. graphique ci-après).

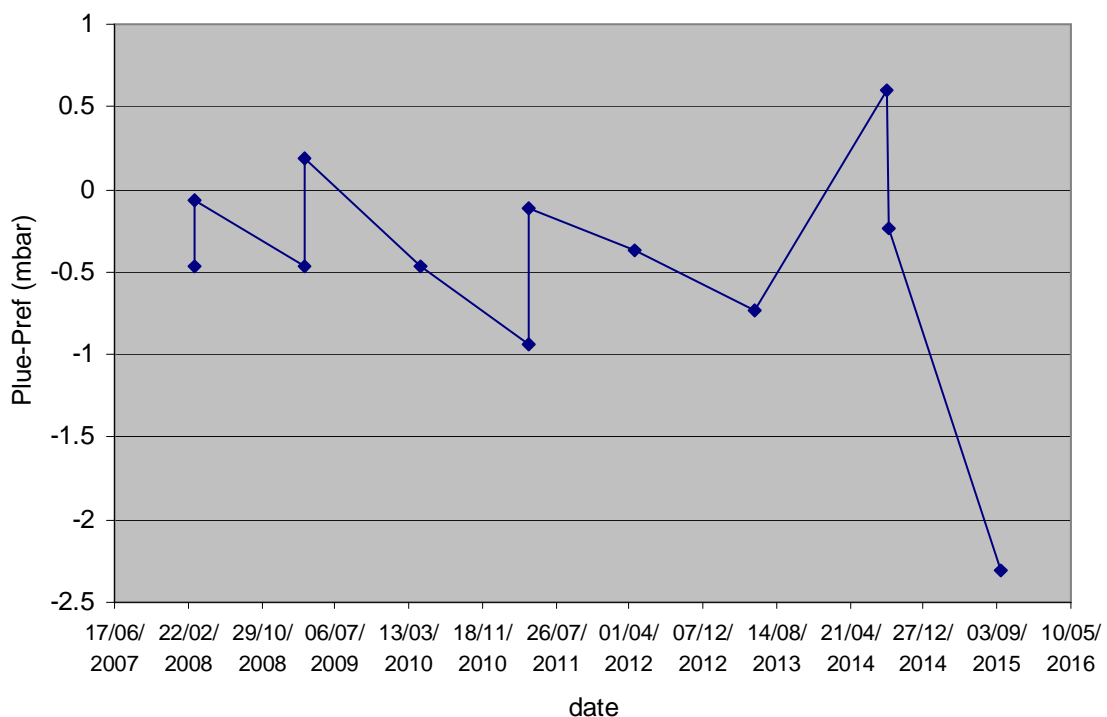


Figure 9 : Historique de l'erreur de justesse du capteur de pression du photomètre NIST SRP40

Plusieurs ajustages ont été réalisés en 2008, 2009, 2011 et 2014 pour que l'erreur de justesse reste inférieure au mbar. Lors de l'étalonnage de 2015, une dérive de 2 mbar du capteur a été constatée. Une erreur de justesse de 2 mbars sur la mesure de pression entraîne une erreur de 0,2% sur la concentration d'ozone. Même si ces 0,2% sont peu significatifs au regard des 2% d'incertitudes associés aux mesures de concentration d'ozone, il s'avère nécessaire de corriger ce capteur. Or Le pôle mécanique recommande de laisser évoluer le capteur pendant un an avant de l'ajuster. C'est pourquoi il a été décidé d'effectuer les étalonnages des générateurs d'ozone des AASQA par comparaison au photomètre NIST SRP24 à partir de septembre 2015, le photomètre NIST SRP 40 étant lui utilisé comme moyen de comparaison.

3.2.2 Problèmes rencontrés au niveau des raccordements

3.2.2.1 Raccordement en SO₂ du laboratoire d'étalonnage d'Airparif

Les étalons de transfert étalonnés par le LCSQA-LNE sont utilisés pour raccorder les étalons de référence des laboratoires de niveau 2.

En janvier 2015, le laboratoire d'étalonnage d'Airparif nous a fait part d'une évolution de 3 nmol/mol de leur étalon de référence SO₂ suite au dernier étalonnage de leur étalon de transfert. Le LCSQA-LNE a vérifié les résultats fournis au laboratoire d'étalonnage d'Airparif sans constater d'anomalies ; il a donc été décidé que leur étalon de transfert serait renvoyé au LCSQA-LNE afin de confirmer la valeur du premier étalonnage.

Date	Concentration en SO ₂ en nmol/mol
07/01/2015	95,6 ± 1,5
30/01/2015	96,4 ± 1,4

Tableau 1 : Résultats obtenus en janvier 2015 lors des étalonnages du mélange gazeux de SO₂ référencé n°3214

Les résultats des deux étalonnages ne sont pas significativement différents. L'évolution de l'étalon de référence du laboratoire d'étalonnage d'Airparif ne pouvait donc pas être expliquée par une erreur lors du raccordement de l'étalon de transfert par le LCSQA-LNE.

3.2.2.2 Raccordement en BTEX du laboratoire d'étalonnage de l'ASPA

En Janvier 2015, lors de la réception d'un mélange gazeux de BTEX en bouteille de retour d'étalonnage au LCSQA-LNE, le laboratoire d'étalonnage de l'ASPA a constaté que le robinet de la bouteille était ouvert d'un quart de tour. La caisse de transport étant légèrement détériorée, il est probable que la bouteille se soit ouverte pendant le transport.

Le LCSQA-LNE a dû raccorder un autre étalon de BTEX appartenant au laboratoire d'étalonnage de l'ASPA. En dédommagement, le LCSQA-LNE leur a proposé le prêt d'un mélange gazeux en bouteille à une date ultérieure selon leurs besoins.

3.2.2.3 Raccordement en CO du laboratoire d'étalonnage de l'ASPA

Lors du raccordement de l'étalon de transfert CO de l'ASPA en août 2015, le LCSQA-LNE a constaté une baisse inhabituelle de la concentration. Lors de l'utilisation de cet étalon de transfert, le laboratoire d'étalonnage de l'ASPA n'a pas constaté d'évolution de ses étalons de référence de CO, mais a préféré demander au LCSQA-LNE de confirmer le résultat de l'étalonnage.

Date	Concentration en CO en $\mu\text{mol/mol}$
27/05/2015	$9,231 \pm 0,069$
27/08/2015	$9,073 \pm 0,071$
15/09/2015	$9,047 \pm 0,075$

Tableau 2 : Historique des étalonnages du mélange gazeux de CO/Air en bouteille référencé n° H3284KP

Une diminution de la concentration du CO dans le mélange gazeux a été confirmée. Le laboratoire d'étalonnage de l'ASPA n'a plus utilisé cet étalon de transfert.

3.2.2.4 Raccordement exceptionnel du laboratoire d'étalonnage d'Air Pays de la Loire

En raison du déménagement du laboratoire d'étalonnage d'Air Pays de la Loire, le LCSQA-LNE a effectué en janvier 2015 un raccordement exceptionnel de ses étalons de transfert pour permettre la validation des étalons de référence dans les nouveaux locaux.

4. ASSISTANCE TECHNIQUE APPORTEE A MADININAIR EN 2015

S'agissant des territoires d'Outre-Mer et de la zone « Caraïbes », la première étape a consisté pour le réseau Madinair à mettre en place un laboratoire d'étalonnage (niveau 2) à La Martinique qui est maintenant opérationnel : ce dernier réalise le raccordement de ses propres stations de mesure ainsi que celles de Gwad'air et de l'Observatoire Régional de l'Air de Guyane.

La seconde étape porte sur la formalisation des procédures mises en œuvre et la mise en place d'un système qualité en vue de déposer une demande de certification auprès de l'AFAQ et d'accréditation auprès du COFRAC comme c'est déjà le cas pour les autres laboratoires d'étalonnage en France métropolitaine.

En 2015, pour répondre à la demande du réseau de mesures Madinair, le LCSQA-LNE a proposé de lui apporter une assistance technique.

Dans ce cadre, le LCSQA-LNE a accueilli deux personnes de Madinair pendant 2 jours (les 5 et 6 octobre 2015).

Cette rencontre a permis :

- de discuter de différents points techniques sur les procédures mises en œuvre pour réaliser les raccordements dans la zone « Caraïbes » en s'appuyant sur l'expérience acquise avec le fonctionnement des chaînes nationales d'étalonnage en métropole ;
- de discuter des protocoles de calculs d'incertitude mis en place par Madinair et de leur proposer des pistes d'amélioration ;
- de leur faire visiter les laboratoires (métrologie des gaz et des aérosols) et d'échanger sur les différents appareils mis en œuvre dans les laboratoires d'étalonnage.



direction et secrétariat du LCSQA

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