



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



**Maintien et amélioration des chaînes nationales
d'étalonnage**

Rédaction d'une plaquette synthétique relative à

NOVEMBRE 2011

*Jérôme Couette, Julien Grenouillet,
Thomas Venault, Fabien Mary, Carine
Fallot, Christophe Sutour, Tatiana Macé
(LNE)
François Mathé, Emmanuel Tison (EMD)*





PREAMBULE

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

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

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

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

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

REDACTION D'UNE PLAQUETTE SYNTHETIQUE
RELATIVE A LA QUALITE DES MESURES

Convention : 2200460202

Jérôme Couette, Julien Grenouillet ,
Thomas Venault, Fabien Mary, Carine Fallot,
Christophe Sutour, Tatiana Macé

Novembre 2011

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

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

REDACTION D'UNE PLAQUETTE SYNTHETIQUE
RELATIVE A LA QUALITE DES MESURES

Convention : 2200460208

François Mathé
Emmanuel Tison

Novembre 2011

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-EMD).

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 et o-xylène (BTX) de l'ensemble des AASQA, car au vu du nombre relativement faible de bouteilles de BTX utilisées par les AASQA, il a été décidé en concertation avec le MEDDTL qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

Depuis août 2011, le LNE certifie également 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 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- INERIS et LCSQA-EMD), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX et Air zéro).**

	Nombre					
	2006	2007	2008	2009	2010	2011
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	146	180	180	180	180	180
Raccordements BTEX	38	42	37	40	38	33
Raccordements LCSQA-INERIS	12	21	18	20	36	39
Raccordements ORA	0	8	6	6	5	7
Raccordements MADININAIR	16	24	13	25	19	13
Vérification « Air zéro » (AIRPARIF, ORAMIP, APL, ORA)	4	4	4	7	6	12
Somme totale des raccordements	216	279	258	278	284	284

Ce rapport fait également la synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2011 par le LCSQA-LNE lors des raccordements, à savoir :

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

Concernant la mesure des particules, le bilan sur les mises à disposition de moyens de contrôle d'étalonnage d'appareils effectués par le LCSQA-EMD dans le cas des particules est donné dans le présent rapport. Il convient de rappeler que la chaîne d'étalonnage nationale ne concernant que les polluants atmosphériques gazeux (SO₂, NO, NO₂, CO, O₃ et BTX), une mise à disposition de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs PM₁₀ et PM_{2.5} sur site est assurée dans l'attente de l'intégration de ces polluants dans la chaîne. Ces dispositifs de transfert consistent en des cales étalon pour les analyseurs automatiques de particules (microbalances à variation de fréquence et jauges radiométriques) permettant aux AASQA de vérifier l'étalonnage et la linéarité de leurs appareils directement en station de mesure, en y associant le débit de prélèvement. Pour l'année 2011, 14 mises à disposition ont été effectuées.

Le respect de la consigne pour le débit de prélèvement est globalement constaté pour 29 appareils vérifiés dont 10 FDMS (soit environ 6% du parc d'analyseurs automatiques actuellement en station de mesure) et les essais montrent un comportement correct de l'ensemble des appareils contrôlés.

Concernant le contrôle de la constante d'étalonnage de la microbalance, la moyenne de la valeur absolue de l'écart observée en AASQA varie entre 0,64 et 1,54% (soit pour l'ensemble des AASQA contrôlées une moyenne ± écart-type de 0,97 ± 0,34%). L'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre -4,1 et +2,7 % pour 62 appareils contrôlés dont 20 FDMS (soit environ 12% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure).

Le contrôle de la linéarité montre l'excellent comportement des appareils sur ce paramètre sachant que 26 appareils (dont 6 FDMS) ont été contrôlés soit environ 5% du parc de microbalances TEOM actuellement en station de mesure.

Concernant les jauges radiométriques MP101M de marque Environnement SA, un contrôle de cale étalon d'AASQA (vérification par le LCSQA-EMD des valeurs de cales étalon fournies par le constructeur) ainsi qu'une mise à disposition de cales étalon permettant le contrôle sur site de l'étalonnage de jauges ainsi que leur linéarité ont été assurés.

Comme pour la microbalance, le contrôle du moyen d'étalonnage et la linéarité montre l'excellent comportement des jauges sur ces paramètres sachant qu'à minima 4 appareils ont été contrôlés soit environ 8% du parc de jauges actuellement en station de mesure.

Le comportement de cette « chaîne de contrôle pour la mesure des particules » assurée par le LCSQA-EMD peut être qualifié de satisfaisant. Les résultats obtenus pour les microbalances TEOM (concernant les paramètres débit de prélèvement, étalonnage et linéarité) et pour les radiomètres bêta MP101M (concernant le contrôle de moyens d'étalonnage) sont des éléments probants de l'Assurance Qualité / Contrôle Qualité (QA/QC) appliquée aux analyseurs automatiques de particules en suspension et sont des sources d'information nécessaires dans le cadre du calcul de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil. Le maintien et l'extension du programme QA/QC pour les analyseurs automatiques de particules rentrent dans les missions pérennes du LCSQA. L'extension à des modèles de jauges radiométriques autres que la MP101M d'Environnement SA est à envisager, sous réserve de leur homologation par le Dispositif National de Surveillance de la Qualité de l'Air.

Par ailleurs, en 2010, le LNE a rédigé un document de synthèse dont l'objectif était de réaliser un bilan du dispositif d'assurance qualité actuellement mis en œuvre sur le territoire français (fonctionnement des chaînes d'étalonnage, bilan des exercices d'intercomparaison...) pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

En 2011, le LNE a rédigé un projet de plaquette de 4 pages résumant le document de synthèse.

Le but de cette plaquette est de rendre plus visibles les actions entreprises par la France pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant et pourra être distribué lors de réunions, de congrès, de séminaires...

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION.....	1
2. OBJECTIFS.....	3
3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUE EN 2011	3
3.1. Type et nombre de raccordements effectués en 2011 _____	3
3.2. Etablissement du nouveau planning de raccordements niveau 1 / Niveaux 2 pour l'année 2012 _____	8
4. SYNTHESE DES PROBLEMES RENCONTRES EN 2011	9
4.1 Problèmes rencontrés sur les matériels du LCSQA-LNE _____	9
4.2 Problèmes rencontrés au niveau des raccordements _____	14
4.3 Problèmes rencontrés au niveau du transport des matériels _____	15
5. BILAN DES MISES A DISPOSITION DE MOYENS DE FRANCE D'ETALONNAGE D'ANALYSEURS DE PARTICULES EN 2011.....	16
5.1. Introduction _____	16
5.2. Moyens mis en France _____	16
5.3. Résultats _____	18
5.4. Conclusion _____	26
6. REDACTION D'UNE PLAQUETTE SYNTHETIQUE RELATIVE A LA QUALITE DES MESURES.....	26
7. ANNEXES.....	27
7.1. Annexe 1 : Programme de travail 2011 _____	27
7.2. Annexe 2 : Projet de plaquette synthétique _____	32

1. INTRODUCTION

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 7)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3 (cf. figure ci-après).

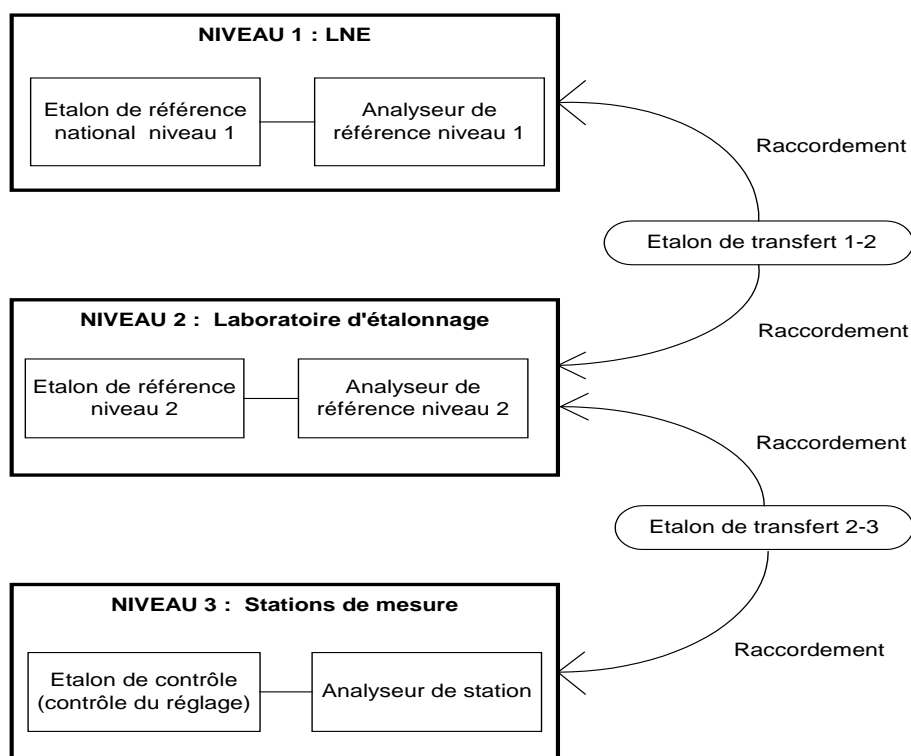


Figure 1 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

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 1), 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 4 niveaux 3 (AIRFOBEP, ATMO PACA, Air Languedoc Roussillon et Qualitair Corse) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à AIRFOBEP.
- ✓ La zone *Rhône-Alpes* regroupe 6 niveaux 3 (L'Air de l'Ain et des Pays de Savoie, AMPASEL, ASCOPARG, ATMO Drôme Ardèche, COPARLY et SUP'Air) qui vont se regrouper en 2012 en 1 seule structure (Air Rhône-Alpes) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à COPARLY.
- ✓ La zone *Caraiïbes* regroupe 3 niveaux 3 (MADININAIR, GWADAIR et ORA Guyane) ; le niveau 2 de cette zone est implanté à MADININAIR.
- ✓ 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-EMD.

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

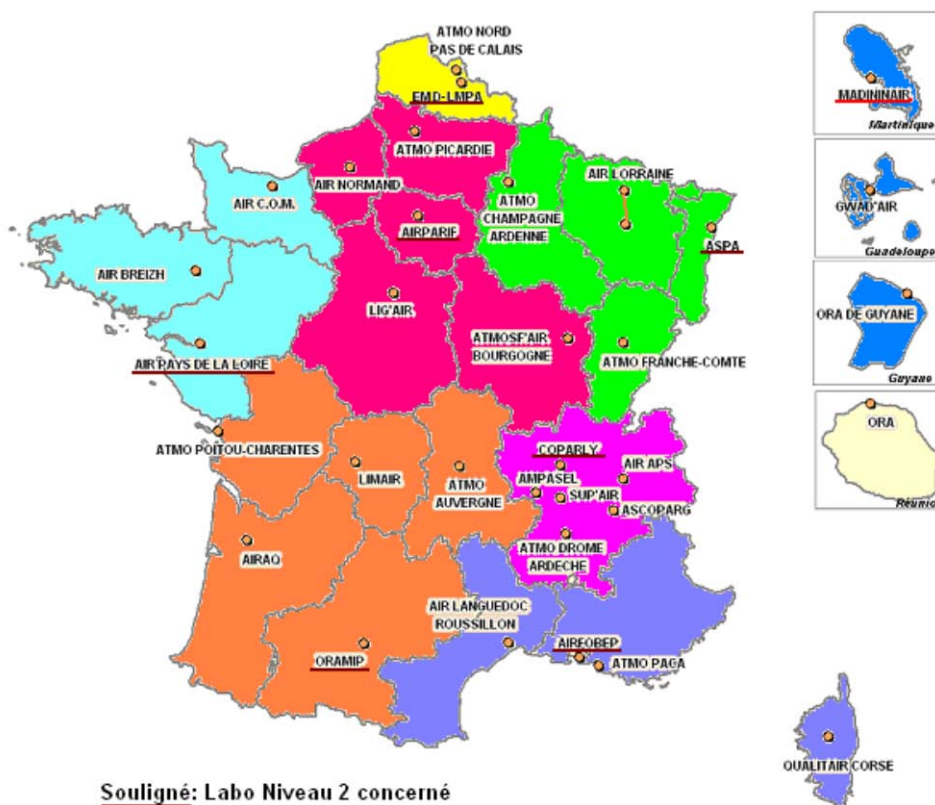


Figure 2 : Représentation des 8 zones géographiques mises en place pour couvrir l'ensemble du territoire français

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 (BTX, NO₂, air zéro) et d'autres acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (LCSQA-INERIS, LCSQA-EMD, AASQA).

Concernant les particules, dans l'attente de l'intégration du polluant PM₁₀ dans la chaîne, une mise à disposition directe à chaque AASQA volontaire de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs sur site est assurée.

Les objectifs de la mise à disposition par le LCSQA-EMD de moyens d'intercomparaison de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants :

- ✓ Fournir aux AASQA un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, la constante d'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- ✓ Vérifier la conformité du débit d'aspiration de l'appareil par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude),
- ✓ Tester la linéarité de la microbalance dans les conditions les plus réalistes possibles, à savoir dans une gamme de masses correspondant à l'empoussièrément usuel observé sur un site de mesure.

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-EMD), tous polluants gazeux confondus (NO/Nox, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTX et Air zéro) en 2011 ;
- ✓ De réaliser une synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2011 par le LCSQA-LNE lors des raccordements ;
- ✓ De faire le point sur les mises à disposition aux AASQA de cales étalons effectués par le LCSQA-EMD en 2011.

De plus, un projet de plaquette synthétique relative à la qualité des mesures a été rédigé. Il est basé sur le rapport LCSQA intitulé « Surveillance de la qualité de l'air : Description du système français d'assurance qualité » de novembre 2010.

NOTE Le programme de travail défini initialement pour l'année 2011 est fourni en annexes 1 et 2.

3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUE EN 2011

3.1. TYPE ET NOMBRE DE RACCORDEMENTS EFFECTUES EN 2011

3.1.1. Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2

Le tableau 1 ci-après fait le bilan des matériels que le LCSQA-LNE a raccordés en 2011 pour les laboratoires d'étalonnage (Niveaux 2) et pour les composés CO, SO₂, NO/NO_x, NO₂ et O₃.

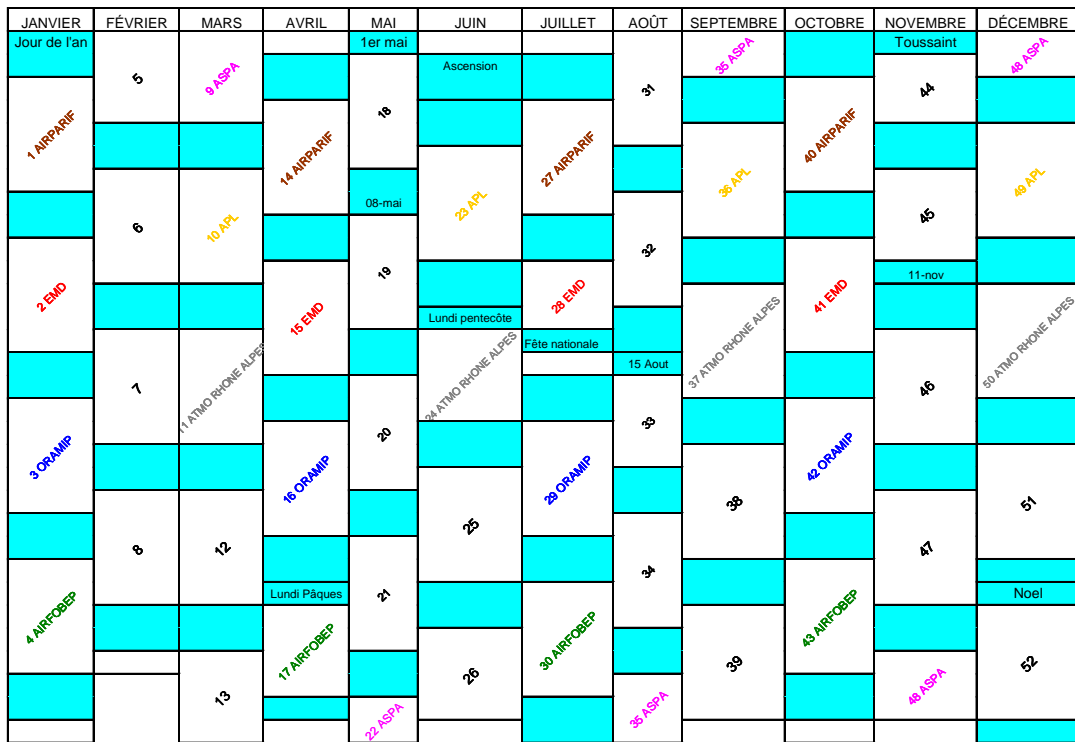
Nom du niveau 2	Matériel à étalonner				
	Nombre de bouteilles de NO (à 200 nmol/mol)	Nombre de bouteilles de CO (à 9 µmol/mol)	Nombre de bouteilles de SO ₂ (à 100 nmol/mol)	Nombre de bouteilles de NO ₂ (à 200 nmol/mol)	Nombre de générateurs d'ozone
Laboratoire d'étalonnage d'APL	1 (à 200 nmol/mol)	1 (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 de COPARLY	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-EMD	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'AIRFOBEP	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 étalonnés par le LCSQA-LNE en 2011

Ce tableau fait état d'un total de 44 matériels à étalonner pour les laboratoires d'étalonnage (Niveaux 2).

Comme ces matériels sont étalonnés tous les 3 mois, **180 étalonnages effectués par le LCSQA-LNE ont été recensés pour l'ensemble de ces matériels en 2011.**

Ces étalonnages sont planifiés sur l'année, après accord des 7 laboratoires d'étalonnage (cf. figure 3).



jours de fermeture du LNE

Figure 3 : Planning des raccordements des étalons de transfert 1-2 pour 2011

3.1.2. Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2011

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 MEDDLT : 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 : ceci est relativement rare, car les bouteilles sont rapidement utilisées par les AASQA pour étalonner les chromatographes en stations).

Comme indiqué dans le rapport « Maintien et amélioration des étalons de référence » de novembre 2011, le LCSQA-LNE a finalisé la méthode d'étalonnage des mélanges gazeux de benzène, toluène, éthylbenzène, p-xylène, m-xylène et o-xylène. Par conséquent, 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 2 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 en 2011.

Nom de l'AASQA	Matériel étalonné	Nombre de raccordements effectués
AIRPARIF	Bouteille de BTX basse concentration	11
ASPA	Bouteille de BTX basse concentration	5
ATMO NPDC	Bouteille de BTX basse concentration	2
AIRFOBEP	Bouteille de BTX basse concentration	1
COPARLY	Bouteille de BTX basse concentration	1
APL	Bouteille de BTX basse concentration	1
AIR APS	Bouteille de BTX basse concentration	1
AIR LR	Bouteille de BTX basse concentration	2
ATMO PACA	Bouteille de BTX basse concentration	1
ATMO PICARDIE	Bouteille de BTX basse concentration	2
ATMO Drôme Ardèche	Bouteille de BTX basse concentration	2
AIRAQ	Bouteille de BTX basse concentration	1
ATMO PC	Bouteille de BTX basse concentration	2
LCSQA-EMD	Bouteille de BTX basse concentration	1

Tableau 2 : Bilan des raccordements BTEX effectués par le LCSQA-LNE en 2011 pour l'ensemble des AASQA

Le tableau 2 montre qu'en 2011 :

- ✓ 13 AASQA ainsi que le LCSQA-EMD se sont adressés au LCSQA-LNE pour le raccordement de leurs bouteilles de BTEX ;
- ✓ **33 étalonnages BTEX ont été réalisés en 2011** par le LCSQA-LNE pour l'ensemble des AASQA et le LCSQA-EMD.

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				1er mai						Toussaint	18
	5 INERIS	9			Ascension		31	35 ORA		14	
1 ORA			14	18 INERIS		21			40 Madrinair		16
	6 INERIS	10		08-mai	23			36 ORA		15	
2			15 ORA	19 INERIS		28	22		41	11-nov	
	7 INERIS	11			Lundi pentecôte	Fête nationale		31			30
					24 Madrinair		15 Aout			16	
3			16 ORA	20 INERIS		29	33		42		
	8	12			25			38		41	31
							34				
4			Lundi Pâques	21 INERIS					43		Noel
			17		26	30				48	32
		13		22			35 ORA	39 Madrinair			


 jours de fermeture du LNE

Figure 4 : Planning des raccordements effectués en 2011 pour le LCSQA-INERIS

Le tableau 3 fait état des raccordements effectués pour le LCSQA-INERIS en 2011.

Suite du rapport page suivante

Matériel testé	Concentration	Nombre de raccordements effectués
Bouteille de NO	80 nmol/mol	6
Bouteille de NO	200 nmol/mol	6
Bouteille de NO	800 nmol/mol	4
Bouteille de SO ₂	50 nmol/mol	3
Bouteille de SO ₂	200 nmol/mol	5
Bouteille de CO	9 µmol/mol	2
Bouteille de CO	15 µmol/mol	3
Bouteille de NO ₂	100 nmol/mol	5
Bouteille de NO ₂	160 nmol/mol	2
Bouteille de NO ₂	180 nmol/mol	3

Tableau 3 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour le LCSQA-INNERIS en 2011

Le tableau 3 montre que le LCSQA-LNE a réalisé **39 raccordements pour le LCSQA-INNERIS en 2011**.

3.1.4. Raccordements des AASQA d'outre-mer

Le planning des raccordements effectués pour l'ORA et MADININAIR est représenté sur la figure 4.

3.1.4.1. Raccordement du réseau de mesure ORA

Le LCSQA-LNE a raccordé :

- ✓ un générateur d'ozone en avril 2011,
- ✓ 2 mélanges gazeux en bouteille de NO (200 nmol/mol) en avril et en septembre 2011,
- ✓ 2 mélanges gazeux en bouteille de SO₂ (100 nmol/mol) en avril et en septembre 2011,
- ✓ 2 mélanges gazeux en bouteille de CO (9 µmol/mol) en avril et en août 2011.

3.1.4.2. Raccordement du réseau de mesure MADININAIR

Le tableau 4 fait état des raccordements effectués pour le réseau de mesure Madininair en 2011.

Matériel testé	Composé	Nombre de raccordements effectués
Diluteur 146i (TEI) + bouteille n°10694	NO	5 (100, 200, 300 et 800 nmol/mol)
	SO ₂	3 (100, 200 et 300 nmol/mol)
	CO	4 (500 nmol/mol ; 2, 4, 5 et 8 µmol/mol)
Générateur d'ozone 49CPS (TEI)	De 0 à 400 nmol/mol	1

Tableau 4 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA-LNE pour MADININAIR en 2011

En conclusion, pour 2011, le LCSQA-LNE a réalisé **13 raccordements pour le réseau de mesure MADININAIR**.

3.1.5. Autres raccordements : Vérification « Air zéro »

Le LCSQA-LNE vérifie l'air zéro des laboratoires d'étalonnage d'AIRPARIF, d'ORAMIP et d'APL, ainsi que du réseau de mesure ORA.

En 2011, **12 vérifications « Air zéro »** (bouteille d'air synthétique) ont été réalisées pour **les laboratoires d'étalonnage d'AIRPARIF, d'ORAMIP, d'APL et pour l'ORA.**

3.1.6. Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2011 par le LCSQA-LNE

Le nombre de raccordements effectués en 2011 par le LCSQA-LNE est reporté dans le tableau ci-après.

	Nombre					
	2006	2007	2008	2009	2010	2011
Raccordements Niveau 1/ Niveaux 2	146	180	180	180	180	180
Raccordements BTEX	38	42	37	40	38	33
Raccordements LCSQA-INERIS	12	21	18	20	36	39
Raccordements ORA	0	8	6	6	5	7
Raccordements MADININAIR	16	24	13	25	19	13
Vérification « Air zéro » (AIRPARIF, ORAMIP, APL, ORA)	4	4	4	7	6	12
Somme totale des raccordements	216	279	258	278	284	284

Tableau 5 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA-LNE de 2006 à 2011

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 **281 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA-INERIS et LCSQA-EMD), tous polluants confondus (NO/NOx, NO₂, SO₂, O₃, CO, BTEX et Air zéro) en 2011.**

3.2. ETABLISSEMENT DU NOUVEAU PLANNING DE RACCORDEMENTS NIVEAU 1 / NIVEAUX 2 POUR L'ANNEE 2012

Le planning des raccordements Niveau 1 / Niveaux 2 pour l'année 2012 a été transmis aux 7 laboratoires d'étalonnage en septembre 2011 par courrier électronique et par courrier.

Le planning ci-après ayant été accepté par l'ensemble des niveaux 2, il sera donc appliqué en 2012.

JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
		9			22					Toussaint	
	5			18			31			44	
1 AIRPARIF			14 AIRPARIF			27 AIRPARIF			40 AIRPARIF		49 APL
		10 APL		19	23 APL			36 APL			
	6		L Pâques	19			32			45	
2 EMD			15 EMD	19		28 EMD			41 EMD		
		11		20	24			37		46	50
	7			Ascension			33				
3 ORAMIP			16 ORAMIP			29 ORAMIP			42 ORAMIP		51 ATMO Rhône Alpes
		12		21	25			38		47	
	8						34				
4 AIRFOBEP			17 AIRFOBEP			30 AIRFOBEP			43 AIRFOBEP		52
					26 ATMO Rhône Alpes			39 ATMO Rhône Alpes			Noel
	9 ASPA	13 ATMO Rhône Alpes		L pentecôte						48 ASPA	52
			18	22 ASPA			35 ASPA		44		
5						31					

 jours de fermeture du LNE

Figure 5 : Planning des raccordements des étalons de transfert 1-2 pour 2012

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 2011.

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

4. SYNTHÈSE DES PROBLÈMES RENCONTRÉS EN 2011

4.1 PROBLÈMES RENCONTRÉS SUR LES MATÉRIELS DU LCSQA-LNE

4.1.1 Dysfonctionnement de l'analyseur de CO type 48C (TEI)

Le débit de pompage de l'analyseur de CO (ANA 0049) utilisé pour les étalonnages des mélanges gazeux de CO dans l'air était de 720 ml/min au lieu de 1020 ml/min habituellement. Une fuite a été détectée sur le raccord d'entrée de la pompe. Ce raccord a été remplacé pour retrouver le débit habituel et reprendre les étalonnages.

4.1.2 Dysfonctionnement de l'analyseur de SO₂ type 43C (TEI)

En juillet 2011, des fluctuations anormales ont été observées sur la concentration affichée par l'analyseur de SO₂ (ANA 0057) utilisé pour les étalonnages des mélanges de gaz des AASQA.

Des variations de la réponse de l'analyseur 10 fois plus importantes que la normale ont été constatées comme le montre le graphique ci-après.

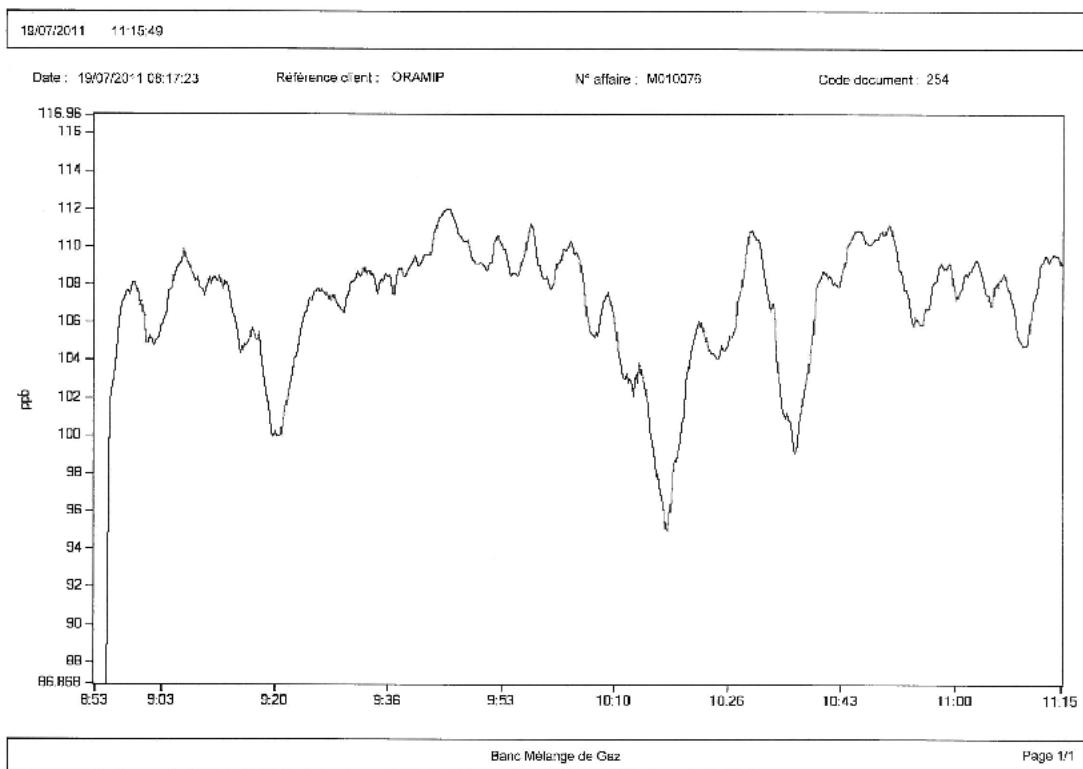


Figure 6 : Instabilités de la concentration de SO₂ le 19/07/2011

La recherche de la cause du dysfonctionnement a mis en cause la lampe UV qui a été remplacée. Après remplacement de la lampe, la stabilité des mesures en SO₂ est redevenue correcte avec des fluctuations inférieures à 1 nmol/mol.

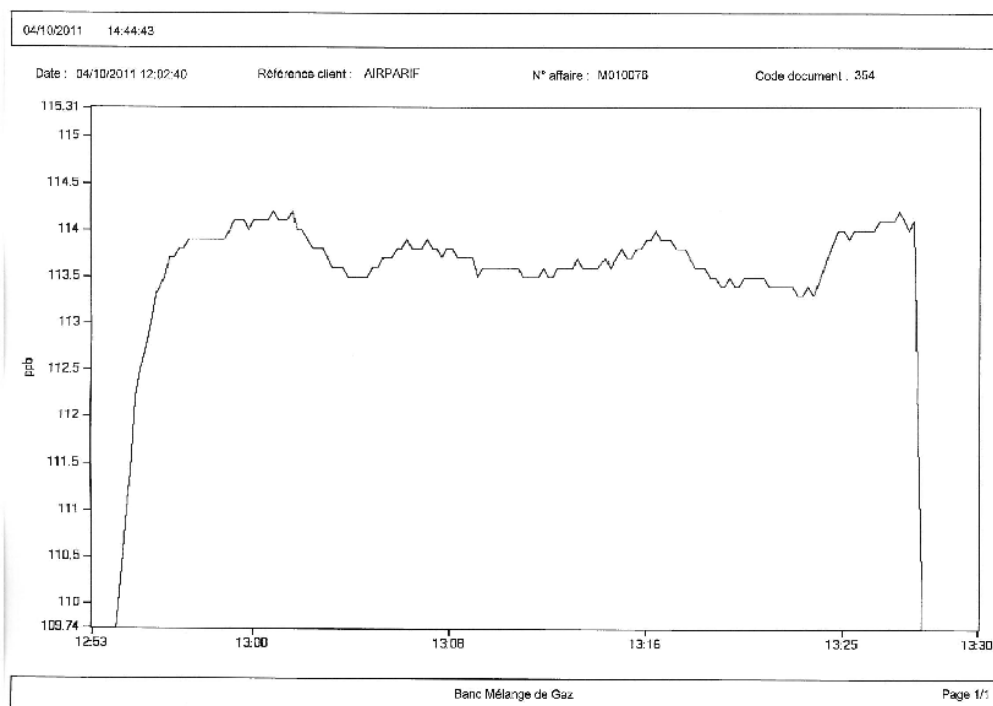


Figure 7 : Stabilité de la concentration de SO₂ après changement de la lampe UV

4.1.3 Dysfonctionnement d'un analyseur de NO/NOx type 42C (TEI)

En juillet 2011, la pompe de l'analyseur NO/NOx (ANA 0003) est tombée en panne. Une nouvelle pompe a été commandée en remplacement. Après le changement de cette pompe, d'autres dysfonctionnements ont été constatés :

- ✓ Le débit de pompage était instable.
- ✓ Le débit indiqué de l'ozoniseur était nul. En réalité, ce débit était de l'ordre de 20 ml/min au lieu de 90 ml/min pour un bon fonctionnement de l'analyseur.

Pour résoudre le problème de stabilité du débit de pompage, une vanne trois voies a été remplacée.

De plus, le capillaire de régulation de l'ozone à l'entrée de la chambre de réaction n'était pas fixé correctement, ce qui provoquait une fuite sur le débit d'ozone.

Après ces réparations, l'analyseur a été remis en service pour l'étalonnage des mélanges gazeux.

4.1.4 Dysfonctionnement d'une balance à suspension électromagnétique

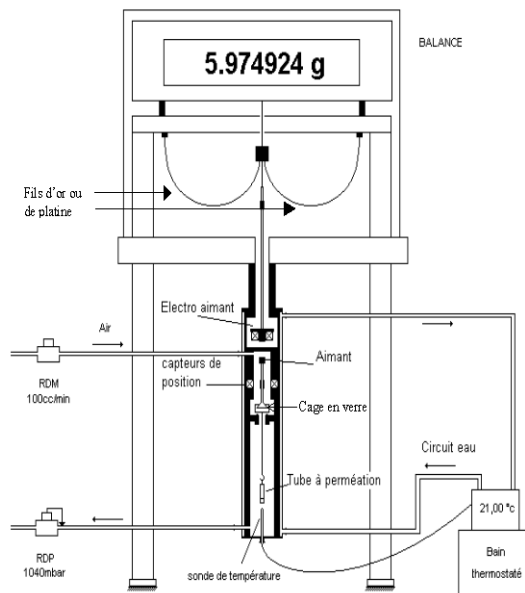


Figure 8 : Schéma descriptif d'une balance à suspension électromagnétique

En juillet 2011, lors d'un changement de tube à perméation, l'aimant s'est cassé. Un nouvel aimant similaire a été commandé, mais son installation n'a pas permis de remettre en service la balance : en effet, l'une de ses dimensions devait être différente de celle de l'aimant initial, mais celui étant cassé, il était impossible de le vérifier. Une partie de la balance à suspension a donc été envoyée au fabricant afin qu'il détermine la cause du dysfonctionnement.

Pendant l'indisponibilité de cette balance, la deuxième balance à suspension électromagnétique est mise en œuvre pour peser les tubes à perméation utilisés pour les étalonnages des mélanges gazeux de NO₂ des AASQA.

4.1.5 Dysfonctionnements des chaînes de mesure des débits Molbloc/Molbox

En mars 2011, l'affichage des débits mesurés par le système de mesure des débits Molbloc/Molbox utilisé pour réaliser certains étalonnages de mélanges gazeux de NO_2 dans l'air des AASQA s'est avéré aberrant.

Une recherche a permis de mettre en évidence un défaut des mesures de température effectuées par le système. Les températures sont mesurées au moyen de deux sondes de température PT100 installées dans l'élément de mesure Molbloc connecté à au boîtier électronique Molbox. Les sondes de température PT100 fonctionnant correctement, le problème avait donc pour origine le boîtier électronique Molbox qui a été envoyé en réparation.

Le fabricant a procédé au changement de plusieurs composants et le boîtier électronique Molbox a été remis en service.

En mai 2011, l'un des systèmes Molbloc/Molbox utilisé pour les étalonnages des mélanges gazeux de BTEX s'est avéré défectueux, toujours au niveau de l'affichage des mesures de température. Cette fois-ci, l'origine de la panne était l'élément de mesure Molbloc. Un autre système de mesure Molbloc/Molbox a été utilisé pendant la réparation effectuée par le fabricant.

4.1.6 Dysfonctionnements du photomètre SRP24 (NIST)

Deux photomètres SRP24 et SRP40 (NIST) sont utilisés par le LCSQA-LNE pour effectuer le raccordement des générateurs d'ozone des AASQA.

Le principe de la mesure est basé sur l'absorption de la lumière par l'ozone dans le domaine de l'ultraviolet. La mesure d'atténuation de la lumière provoquée par l'ozone est effectuée alternativement dans une cellule contenant l'échantillon à analyser et une cellule exempte d'ozone. Cette mesure est effectuée à la longueur d'onde où le spectre d'absorption de l'ozone est maximum, à savoir la raie d'émission du mercure (253,7 nm). Le schéma du module photométrique est donné ci-après.

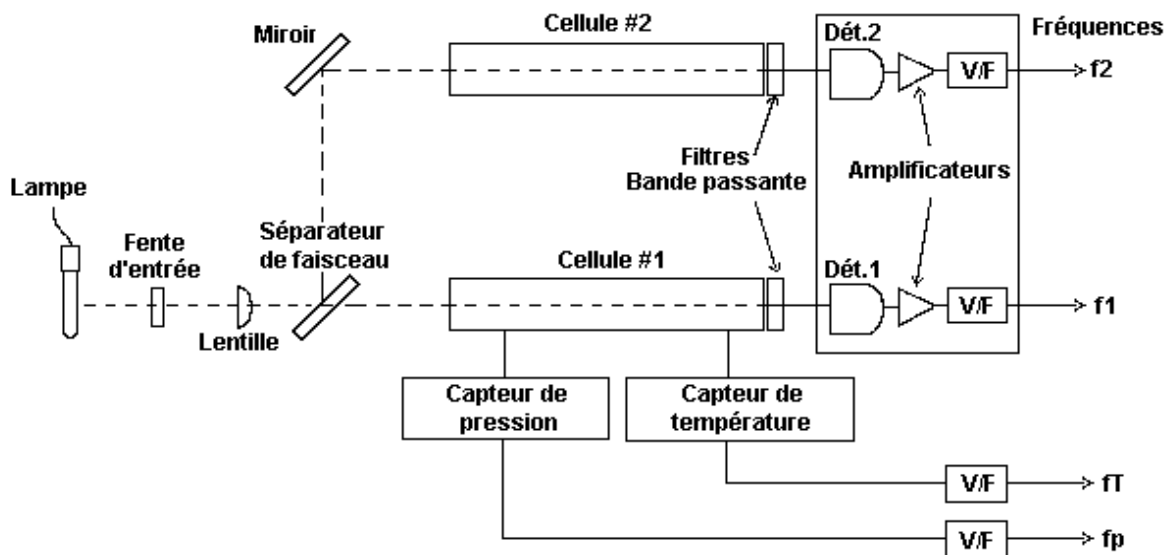


Figure 9 : Schéma descriptif du module photométrique du SRP 24 (NIST)

En fin d'année 2010, des dysfonctionnements ont été constatés, à savoir :

- ✓ Une chute des fréquences mesurées dont l'origine était une mauvaise régulation de la chambre où est située la lampe UV. Un relais défectueux avait été remplacé.
- ✓ Malgré le bon fonctionnement de la chambre de régulation, les fréquences mesurées restaient bien trop faibles pour une utilisation normale du SRP24.

En 2011, l'ensemble du bloc optique a été démonté. Une lentille était recouverte d'une substance huileuse. Cette lentille a été nettoyée et les fréquences mesurées par le photomètre NIST sont redevenues normales. Des comparaisons avec le photomètre SRP40 ont été réalisées de nouveau afin de garantir le bon fonctionnement de l'étalon de référence ozone du laboratoire.

4.1.7 Dysfonctionnement du logiciel d'étalonnage des mélanges gazeux

Les étalonnages des mélanges gazeux de NO, CO et SO₂ sont effectués au moyen d'un logiciel qui gère les différentes étapes (mesure des débits, réglage des analyseurs, édition des certificats d'étalonnage). L'instrumentation de chaque banc est connectée à un PC portable spécifique.

En janvier et en mai 2011, des problèmes de communication ont été rencontrés avec le logiciel du banc d'étalonnage pour SO₂. Le fichier Config.ini avait été endommagé et certaines lignes effacées. Une copie de ce fichier a dû être installée à chaque fois pour que le logiciel fonctionne correctement.

En août 2011, le même problème a été constaté avec le logiciel du banc d'étalonnage de NO. Après enquête, il s'avère que certaines mises à jour sur le réseau du LNE peuvent parfois affecter ces fichiers config.ini. Une copie de ces fichiers est toujours disponible pour permettre aux logiciels de fonctionner correctement.

4.1.8 Dysfonctionnement du générateur d'ozone ANSYCO (GEG 011)

Fin 2010, un nouveau générateur d'ozone ANSYCO a été acheté dans le but de l'utiliser pour les comparaisons nationales avec les AASQA. Cet appareil a dans un premier temps présenté un défaut de stabilité provenant du four où est située la lampe UV de génération d'ozone. Après changement de ce four et remise sous tension, un problème électronique est survenu rendant le générateur d'ozone inutilisable. Cet appareil a été renvoyé au fabricant. Après réparation, il a été constaté que le générateur ne fonctionnait que sur batterie. Branché sur secteur, il était impossible de le mettre sous tension. Un nouvel aller-retour chez le fabricant a été nécessaire pour obtenir un générateur d'ozone performant.

En raison de ces différentes réparations, cet appareil n'a pas pu être utilisé pour le début de la campagne d'intercomparaison sur l'ozone avec les AASQA.

4.1.9 Dysfonctionnement du générateur d'ozone ANSYCO (GEG 007)

Le générateur d'ozone ANSYCO (GEG 007) est un appareil utilisé pour les comparaisons ozone depuis 2005. Lors du 1^{er} envoi à une AASQA pour la comparaison 2011, une dérive significative de la concentration d'ozone générée a été constatée entre les étalonnages effectués avant l'envoi et au retour.

Concentration avant envoi	81,8 ± 2,0 nmol/mol
Concentration au retour	77,8 ± 2,0 nmol/mol

Tableau 6 : Résultats du générateur d'ozone ANSYCO (GEG 007) avant et après envoi

Cette dérive a été expliquée par une dérive du régulateur du débit massique situé dans le générateur d'ozone.

Pour l'envoi suivant de la comparaison 2011, le générateur GEG 007 a été remplacé par le générateur GEG 0011 entre-temps revenu de réparation et validé.

4.1.10 Dysfonctionnement du générateur d'ozone ANSYCO (GEG 012)

En 2011, un nouveau générateur d'ozone ANSYCO a été acheté dans le but de palier à un éventuel dysfonctionnement des appareils utilisés pour les comparaisons nationales.

A sa réception, le générateur a présenté un défaut du fonctionnement de son alimentation électrique 220V. Un fusible soudé sur la carte d'alimentation de l'appareil était défectueux. Après remplacement de la carte, le générateur d'ozone a fonctionné correctement.

4.2 PROBLEMES RENCONTRES AU NIVEAU DES RACCORDEMENTS

4.2.1 Raccordement en ortho-xylène d'AIRPARIF en janvier 2011

En janvier 2011, AIRPARIF a demandé un nouvel étalonnage d'une bouteille BTX suite à un doute sur la concentration en ortho-xylène fournie par le LNE.

Les résultats d'étalonnage en ortho-xylène de cette bouteille sont donnés dans le tableau ci-après.

Date	Concentration d'ortho-xylène (nmol/mol)
06/10/2011	10,53 ± 0,18
05/01/2011	10,08 ± 0,11
02/02/2010	9,88 ± 0,16

Tableau 7 : Résultats des étalonnages en ortho-xylène de la bouteille BTX d'AIRPARIF n°10997

La concentration d'ortho-xylène obtenue lors de l'étalonnage du 2 février 2011 est cohérente avec celle du 5 Janvier 2011.

Ces résultats montrent donc que la concentration en ortho-xylène de la bouteille BTX d'AIRPARIF n°10997 n'est pas stable dans le temps.

4.2.2 Raccordement du générateur d'ozone d'AIRFOBEP en juillet 2011

En juillet 2011, l'un des deux générateurs d'ozone d'AIRFOBEP n'a pas fonctionné correctement, : en effet, la chambre où est située la lampe de génération d'ozone restait à température ambiante au lieu d'atteindre 60°C. Cet appareil a été réexpédié à AIRFOBEP sans avoir été étalonné.

4.2.3 Raccordement du système de dilution de Madinair

Les étalons de Madinair sont raccordés au LCSQA-LNE tous les six mois afin de garantir la traçabilité des mesures effectuées dans la zone Caraïbes. Ces étalons sont constitués d'une bouteille contenant un mélange de CO, NO et SO₂ dans l'azote et d'un diluteur de gaz.

Lors du deuxième raccordement du même ensemble Bouteille + diluteur effectué en septembre 2011, une évolution surprenante a été observée pour les étalonnages en CO (cf. tableau ci-après).

	Décembre 2010	Septembre 2011
Consigne 2,6 µmol/mol	2,535 ± 0,025 µmol/mol	2,593 ± 0,033 µmol/mol
Consigne 3,8 µmol/mol	3,728 ± 0,035 µmol/mol	3,799 ± 0,032 µmol/mol
Consigne 5,2 µmol/mol	5,113 ± 0,041 µmol/mol	5,259 ± 0,049 µmol/mol
Consigne 7,9 µmol/mol	7,779 ± 0,059 µmol/mol	8,016 ± 0,073 µmol/mol

Tableau 8 : Résultats des étalonnages du système de dilution de Madinair

Les concentrations obtenues lors des étalonnages de septembre 2011 sont supérieures de 2 à 3% à celles de décembre 2010. Le composé CO étant un gaz stable habituellement, cette évolution est surprenante. Or, les étalonnages de décembre 2010 ont été réalisés juste avant que le problème du débit de pompage de l'analyseur CO ANA 0049 (cf. paragraphe 4.1.2) soit mis en évidence. Il est probable que la fuite observée à l'entrée de la pompe de l'analyseur ait perturbé les mesures et que les résultats fournis à Madinair par le LCSQA-LNE en décembre 2010 aient été erronés.

4.2.4 Délivrance de certificats d'étalonnage erronés

Des certificats d'étalonnage erronés ont été envoyés aux AASQA :

- ✓ En janvier 2011, le certificat d'étalonnage du générateur d'ozone de l'ASPA comportait une erreur. L'une des consignes inscrites dans le tableau de résultats n'était pas correcte : 220 avait été inscrit à la place de 225. Un nouveau certificat d'étalonnage a été émis et l'ancien supprimé.
- ✓ En mars 2011, sur le certificat d'étalonnage M010076/75 du générateur d'ozone de l'ASPA, une inversion des coefficients de réglage a été effectuée (K=-0,4 et BKG=1,029 au lieu de BKG=-0,4 et K=1,029). Un nouveau certificat d'étalonnage a été émis.
- ✓ En août 2011, un certificat d'étalonnage d'une bouteille de benzène et de toluène dans l'air a été envoyé à ATMO Rhône-Alpes alors que les pics chromatographiques avaient été traités en hauteur au lieu de l'être en surface. Les nouveaux résultats obtenus en utilisant les hauteurs n'étaient pas significativement de ceux obtenus avec les surfaces comme le montre le tableau ci-après. Un nouveau certificat d'étalonnage a été envoyé à ATMO Rhône-Alpes.

Composé	Résultats erronés (pics traités en hauteur)	Résultats justes (pics traités en surface)
Benzène	19,76 ± 0,23 nmol/mol	19,74 ± 0,19 nmol/mol
Toluène	55,76 ± 0,64 nmol/mol	55,81 ± 0,64 nmol/mol

Tableau 9 : Résultats des étalonnages de la bouteille BT/Air ATMO Rhône-Alpes

4.3 PROBLEMES RENCONTRES AU NIVEAU DU TRANSPORT DES MATERIELS

Les principaux problèmes concernant le transport des étalons sont les suivants :

- ✓ Une bouteille de BTX a été envoyée au LCSQA-LNE par ATMO Nord Pas de Calais mi-septembre. Cette bouteille n'a jamais été livrée. Une enquête est actuellement menée par notre transporteur pour essayer de retrouver cette bouteille.

- ✓ Lors des envois des bouteilles dans le cadre des comparaisons avec les niveaux 3, les caisses de transport subissent de nombreux dommages ; plusieurs papillons de fermetures des caisses ont dû être remplacés.

5. BILAN DES MISES A DISPOSITION DE MOYENS DE CONTROLE D'ETALONNAGE D'ANALYSEURS DE PARTICULES EN 2011

5.1. INTRODUCTION

Les objectifs de la mise à disposition par le LCSQA-EMD de moyens d'intercomparaison de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants :

- ✓ Fournir aux AASQA un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, l'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- ✓ Vérifier les caractéristiques métrologiques suivantes (justesse de l'étalonnage, linéarité et débit de prélèvement de l'appareil) par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude).

Pour mémoire, fin 2011, le parc d'analyseurs automatiques de particules (en site fixe, moyen mobile ou matériel de secours) se répartissait de la manière suivante :

- 307 TEOM (dont 23 en $PM_{2.5}$)
- 268 TEOM-FDMS (dont 85 en $PM_{2.5}$)
- 66 1405-F (dont 16 en $PM_{2.5}$)
- 3 1405-DF
- 94 jauges radiométriques MP101M (toutes en PM_{10}).

532 appareils sont en station de mesure fixe.

5.2. MOYENS MIS EN OEUVRE

Dans le domaine de la mesure des particules en suspension, le LCSQA-EMD effectue une mise à disposition de moyens d'intercomparaison pour les microbalances TEOM depuis la fin de l'année 2000 et depuis 2009 pour les jauges radiométriques MP101M.

L'objectif principal est de contrôler sur site, avec un matériel adéquat, le débit de prélèvement, l'étalonnage ou la linéarité des analyseurs automatiques.

Des procédures spécifiques d'utilisation de la cale étalon pour le contrôle de l'étalonnage, de contrôle des débits de la microbalance ou de vérification de la linéarité de l'appareil sont fournies avec le matériel de mise en œuvre aux AASQA.

Chaque cale étalon est accompagnée d'un certificat d'étalonnage.

Concernant le contrôle de débit, l'AASQA utilise ses propres moyens de mesure de débit (ex : débitmètre volumique à piston marque BIOS type DRYCAL ou par dépression marque Streamline type Pro Multical System).

Pour la microbalance à variation de fréquence, le principe général de la comparaison est le suivant :

1. Détermination de la masse m_0 de la cale étalon pour TEOM au laboratoire du LCSQA-EMD.

2. Transmission de la cale étalon à l'AASQA avec communication de la masse m_0 correspondante.
3. Utilisation par l'AASQA sur ses appareils (détermination de la constante de réglage K_0).
4. Calcul de l'écart relatif $\frac{K_{0\text{ station}} - K_{0\text{ calcul}}}{K_{0\text{ station}}} \times 100$ entre les constantes $K_{0\text{ station}}$ effectivement utilisée dans l'appareil et $K_{0\text{ calcul}}$ calculée lors de l'utilisation de la cale du LCSQA-EMD.
5. Au retour au laboratoire du LCSQA-EMD, vérification de la masse m_0 de la cale étalon pour TEOM pour confirmation de la valeur communiquée à l'AASQA (tout écart jugé anormal invalide les manipulations).
6. Concernant le débit, l'écart relatif $\frac{D_0 - D_{\text{mesure}}}{D_0} \times 100$ entre la consigne D_0 de fonctionnement correct ($1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) et le débit D_{mesure} effectivement mesuré par l'AASQA (avec ses propres moyens de contrôle) est calculé.
7. Concernant la linéarité, 3 cales étalons sont fournies. L'objectif est de mesurer la masse de chaque cale à l'aide de la microbalance configurée spécifiquement à cet usage (lecture directe de la masse de la cale). Le zéro « vivant » de l'appareil est relevé entre les mesures sur cale.
8. Sur la base des résultats des 3 cales et du zéro « vivant », les paramètres de la droite de régression linéaire « Masse mesurée = f(Masse réelle) » sont calculés (coefficient de détermination, pente et ordonnée à l'origine).

La chaîne d'intercomparaison est décrite dans le tableau 10.

Raccordement à la référence nationale par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité (agrément n°2.47)	
Etalon de Transfert et Etalon de référence de l'EMD	Série de 8 masses raccordées 2 fois par an Entre 10 et 500 mg
	Balance dédiée Marque METTLER TOLEDO type UMT2
Dispositif de transfert entre l'EMD et les AASQA	<u>Contrôle de la constante d'étalonnage :</u> "filtre" de masse connue et raccordée à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 100 \text{ mg}$
	<u>Contrôle de la linéarité de microbalance :</u> Série de 3 "filtres" de masse connue et raccordés à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 95 \text{ à } 105 \text{ mg}$

Tableau 10 : Chaîne d'intercomparaison pour le contrôle de la microbalance R&P TEOM

Pour la jauge radiométrique, le principe général de la comparaison est basé sur la détermination de la masse surfacique de la cale à l'aide de la jauge radiométrique du LCSQA-EMD (marque Environnement SA, modèle MP101M, n° de série 1185), étalonnée au préalable à l'aide d'une cale de référence (de masse surfacique de l'ordre de $830 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$) et vérifiée après utilisation avec une autre cale de référence (de masse surfacique de l'ordre de $870 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$). Différents matériaux ont été utilisés pour constituer des cales de masse surfacique allant de 350 à $1500 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$. L'incertitude sur le résultat a été estimée en tenant compte des principales composantes d'incertitude (cale étalon de référence, caractéristiques métrologiques de l'instrument de mesure...).

5.3. RESULTATS

Suite aux courriers de proposition de mise à disposition des cales étalon transmis aux AASQA début 2011, les AASQA désirant recevoir une cale étalon ou un ensemble de vérification de linéarité précisent leurs souhaits quant à la date de mise à disposition du matériel.

Le planning de mise à disposition en figure 10 représente l'ensemble des mises à disposition effectuées pour l'année 2011.

Compte tenu de l'ampleur des manipulations (notamment pour les TEOM-FDMS) et de l'historique satisfaisant sur les années précédentes, certaines AASQA optimisent la fréquence de contrôle et décalent leur demande de mise à disposition à l'année suivante. Dans certains cas, les résultats sont envoyés séparément du matériel mis à disposition.

Certains résultats n'ont pas encore été récupérés (1 AASQA).

	JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
1	1				1er mai						Toussaint	
2		5	9			Ascension		31	35			48
3					18						44	
4												
5	1			Atmo NPdC			27			40		
6												
7					08-mai	23			36		Air APS	49
8		6	10									
9					19			32				
10											11-nov	
11	2			15		Lundi pentecôte	28			41		
12									Atmo FC			50
13							Fête nationale					
14		Air LR	11			Air PL Cwad'Air Madininair		15 Aout			46	
15					20							
16								33				
17												
18	3			16			29			42		
19									ASPA			51
20												
21		8	12			25					47	
22												
23					Atmos'Air Atmo NPdC AIRAQ			34				
24				Lundi Pâques								Noel
25	4									43		
26					17		30					
27									39		48	52
28			Atmo FC			26						
29								35				
30					22							
31												

jours de fermeture du LCSQA-EMD

Figure 10 : Planning des mises à disposition de cales étalon pour 2010

5.3.1 Vérification du débit de prélèvement

S'agissant du contrôle des débits des appareils, la vérification du débit peut se faire de plusieurs façons mais peut présenter des difficultés techniques (mesure en tête de ligne nécessitant un accès sur le toit de la station parfois délicat, mesure en façade arrière de microbalance nécessitant un démontage parfois peu aisé en station à espace réduit, contrôle de chaque voie dans le cas du FDMS). Pour l'année 2011, à ce jour, 5 AASQA ont effectivement contrôlé le débit des analyseurs selon l'une des procédures conseillées par le LCSQA-EMD.

Le tableau 11 et la figure 11 résument les résultats obtenus à ce jour (impliquant 5 AASQA pour un total de 29 appareils (dont 10 FDMS), soit environ 6% du parc d'analyseurs automatiques actuellement en station de mesure fixe).

Tableau 11 : Résultats (au 31/12/11) des contrôles du débit principal des analyseurs automatiques de particules en suspension

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
Atmosf'Air	4	0,04	0,06	0,12	0,00
AIRAQ	3 (dont 2 FDMS)	1,38	0,60	1,98	0,78
Madininair	8 (dont 4 FDMS)	0,76	0,45	1,62	0,30
ASPA	11 (dont 4 FDMS)	1,42	0,98	3,18	0,12
AIR LR (jauges)	3	1,90	1,86	3,78	0,06

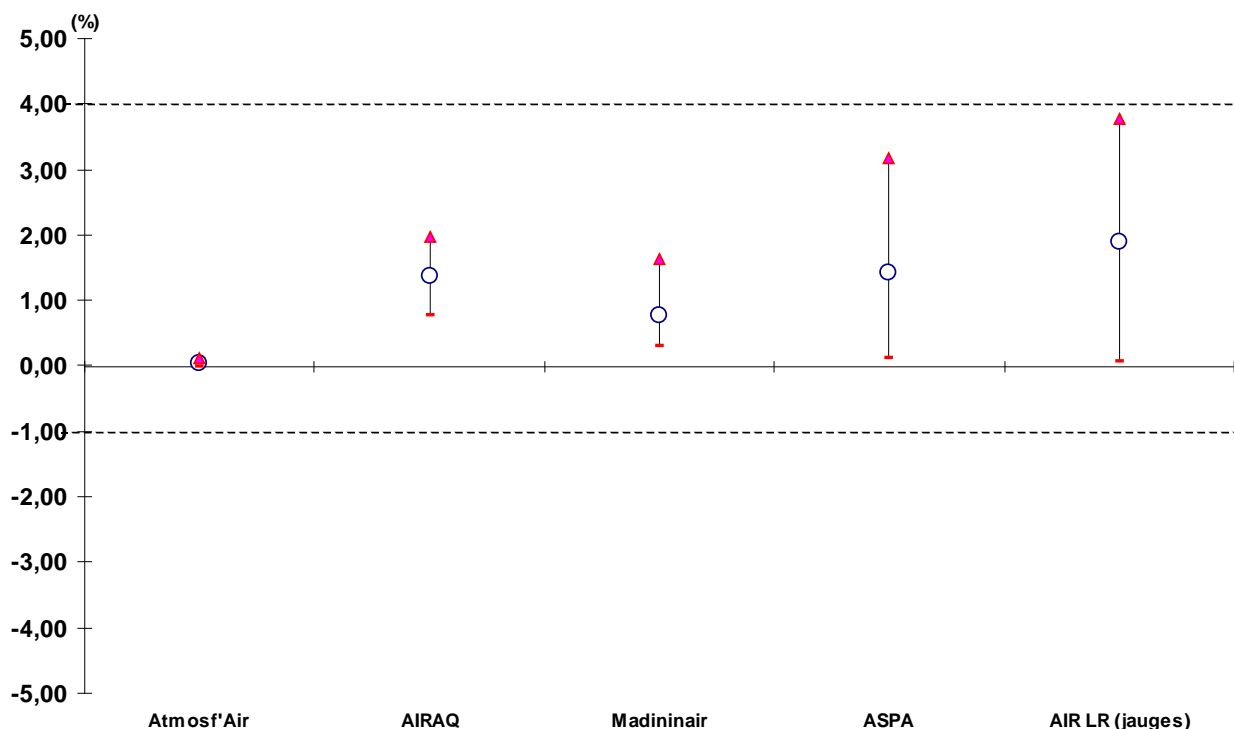


Figure 11 : Evolution de l'écart moyen et des extrêmes constatés en AASQA (vérification du débit de prélèvement de l'analyseur automatique)

Ces résultats concernent les différents analyseurs automatiques de particules en suspension contrôlés sur site, que ce soit le TEOM classique 50°C, la jauge radiométrique MP101M, le TEOM-FDMS ou le 1405F. Rappelons que le débit doit être fixé à 16,67 L.min⁻¹ pour respecter le seuil de coupure de la tête de prélèvement et que le contrôle de ce paramètre n'est pas aisé selon la configuration de la station, en particulier pour le TEOM-FDMS et le 1405F. La moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,04 et 1,9% (soit pour une moyenne \pm écart-type de $1,1 \pm 0,72\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est comprise entre -2,6 % et +3,8 %.

5.3.2 Vérification de la constante d'étalonnage de microbalance

Les résultats obtenus en 2011 demeurent satisfaisants : la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,64 et 1,54 % (soit une moyenne \pm écart-type de $0,97 \pm 0,34\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre -4,1 et +2,7 %. 62 appareils (dont 20 FDMS) de 5 AASQA ont été contrôlés (soit environ 12 % du parc de microbalances actuellement en station de mesure fixe).

Le tableau 12 et la figure 12 résument les résultats obtenus.

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
ATMOSF'AIR	4	1,01	0,44	1,35	0,37
AIRAQ	3 (dont 2 FDMS)	0,64	0,18	0,77	0,43
MADININAIR	8 (dont 2 FDMS)	0,85	0,33	1,45	0,44
ASPA	13 (dont 4 FDMS)	0,83	0,38	1,44	0,36
ATMO NPdC	34 (dont 12 FDMS)	1,54	1,00	4,14	0,11

Tableau 12 : Résultats (au 31/12/11) des mises à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM (contrôle de la constante d'étalonnage)

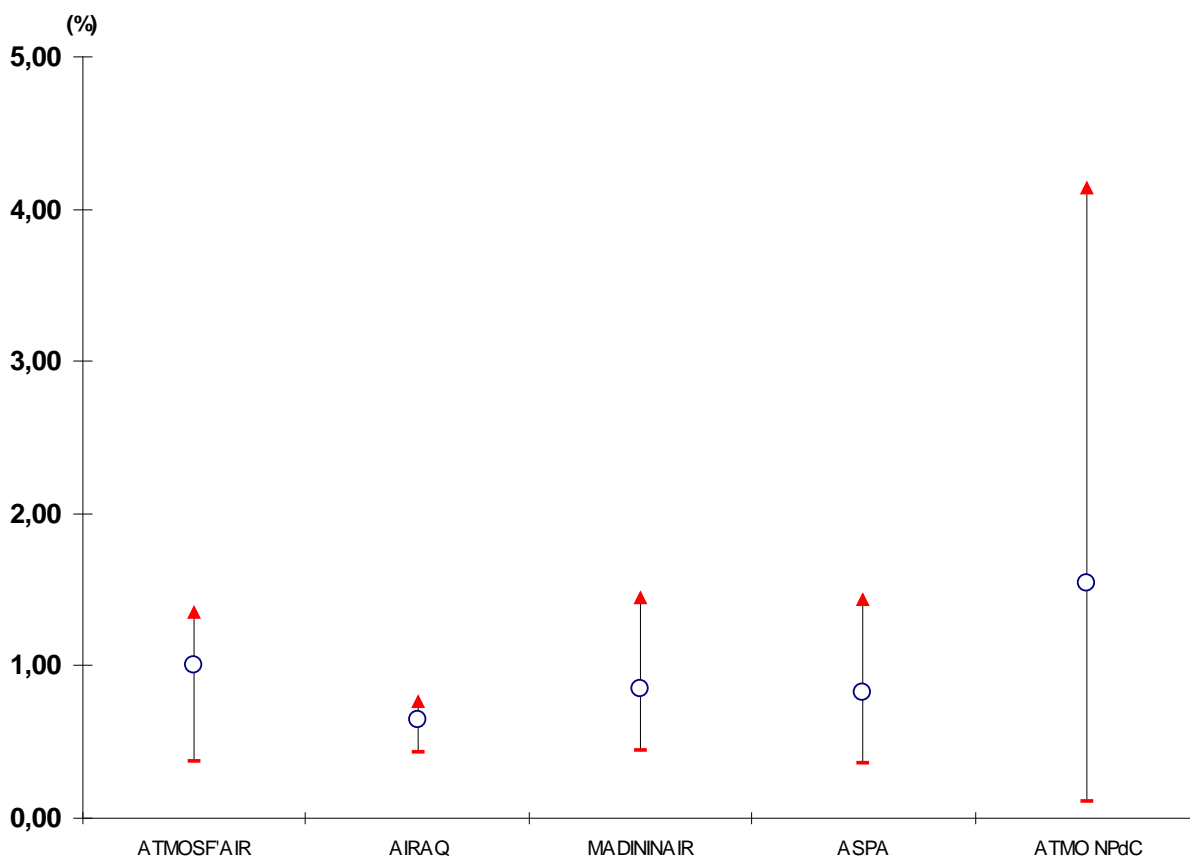


Figure 12 : Evolution de la moyenne de la valeur absolue de l'écart et des extrêmes constatés en AASQA (vérification de la constante d'étalonnage de microbalance)

5.3.3 Vérification de la linéarité de microbalance

L'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse correspondant à une masse accumulée de particules sur un filtre de collecte de microbalance de 10 mg. Pour vérifier cette caractéristique, dans le cas du TEOM classique, la microbalance est configurée dans un mode de fonctionnement spécifique, permettant de changer l'appareil en une balance classique. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse d'un filtre vierge et de la comparer à la masse affichée sur le certificat d'étalonnage du filtre fourni. Pour le FDMS, aucune modification n'est apportée, la valeur des fréquences relevées permet de recalculer la masse de la cale et de la comparer avec la valeur certifiée. Pour des raisons pratiques, le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro).

Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par le LCSQA-EMD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (1999). Ces spécifications sont rappelées dans le tableau 13.

Critères statistiques LCSQA-EMD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de régression	$R^2 \geq 0,98$
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	$- 500^{(*)} \leq \text{Ordonnée à l'origine} \leq + 50$
Pente de la droite de régression	$0,98 \leq \text{pente} \leq 1,02$

Tableau 13 : Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de TEOM & TEOM-FDMS

(*) : La valeur de 500 µg correspond à environ 0,5% de la moyenne des masses des 3 filtres étalon constituant le kit de vérification de linéarité fourni à l'AASQA.

Les résultats montrent l'excellent comportement de la microbalance, que ce soit en configuration classique qu'avec le module FDMS : le coefficient de régression R^2 varie de 0,9998 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,987 à 1,016 et de - 163 à - 2.

Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par le LCSQA-EMD ont été respectées. 5 AASQA ont contrôlé sur site 26 appareils (dont 6 FDMS) sur ce paramètre (soit environ 5 % du parc de microbalances actuellement en station de mesure). Les figures 13 à 17 présentent les résultats obtenus.

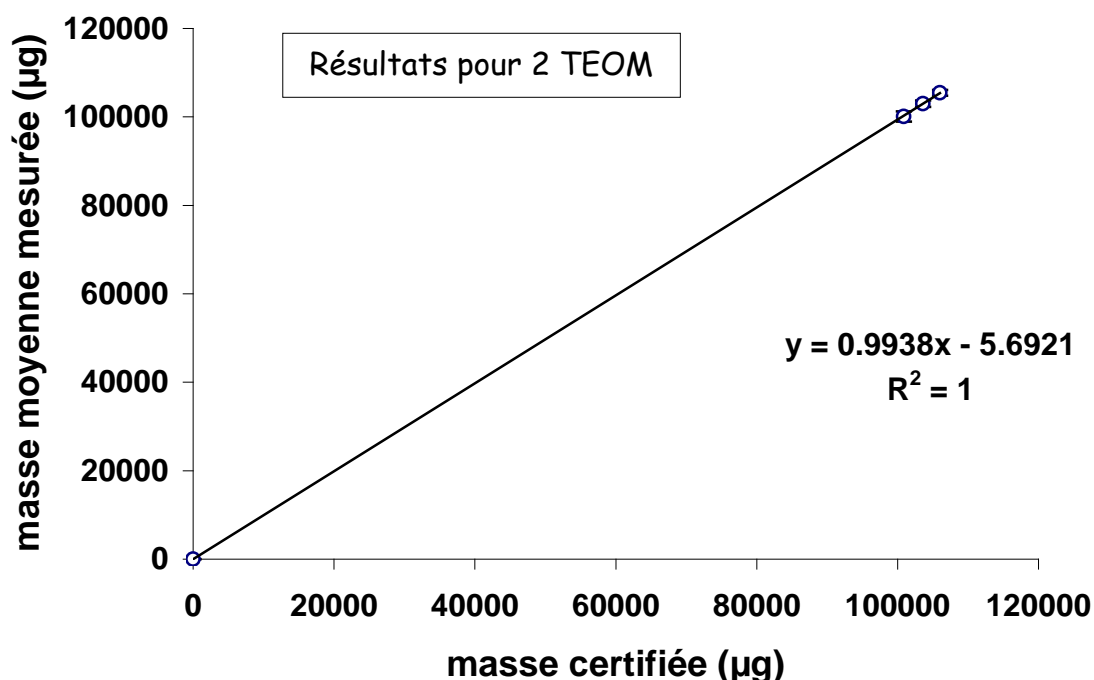


Figure 13 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de GWADAIR

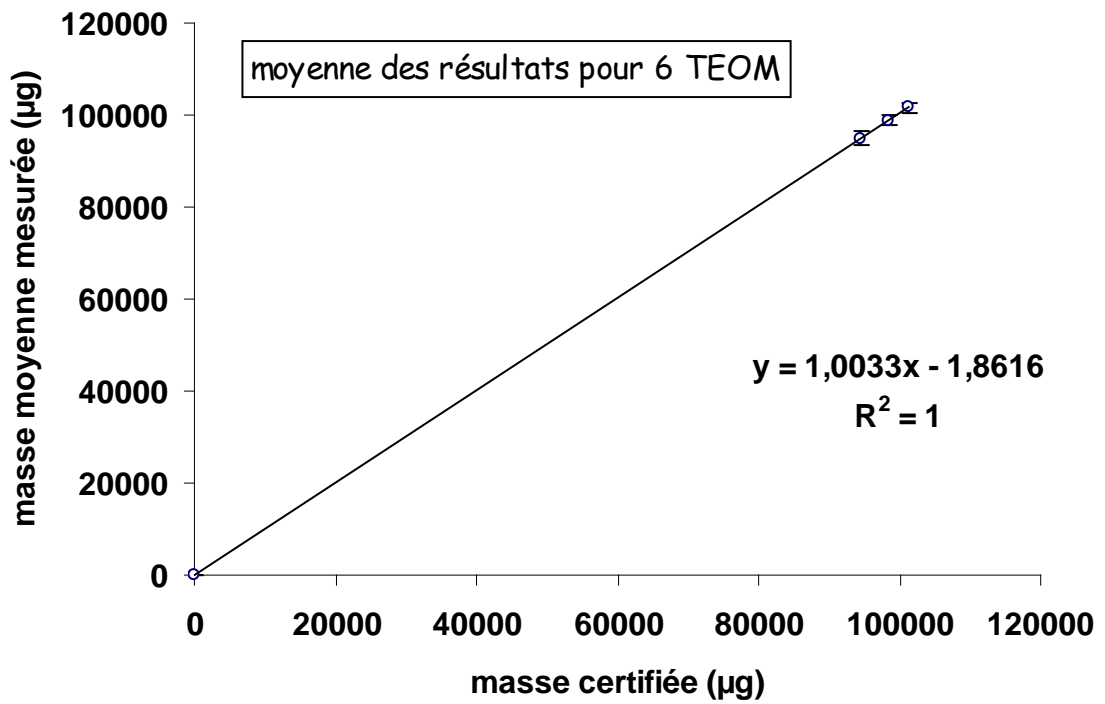


Figure 14 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de MADININAIR

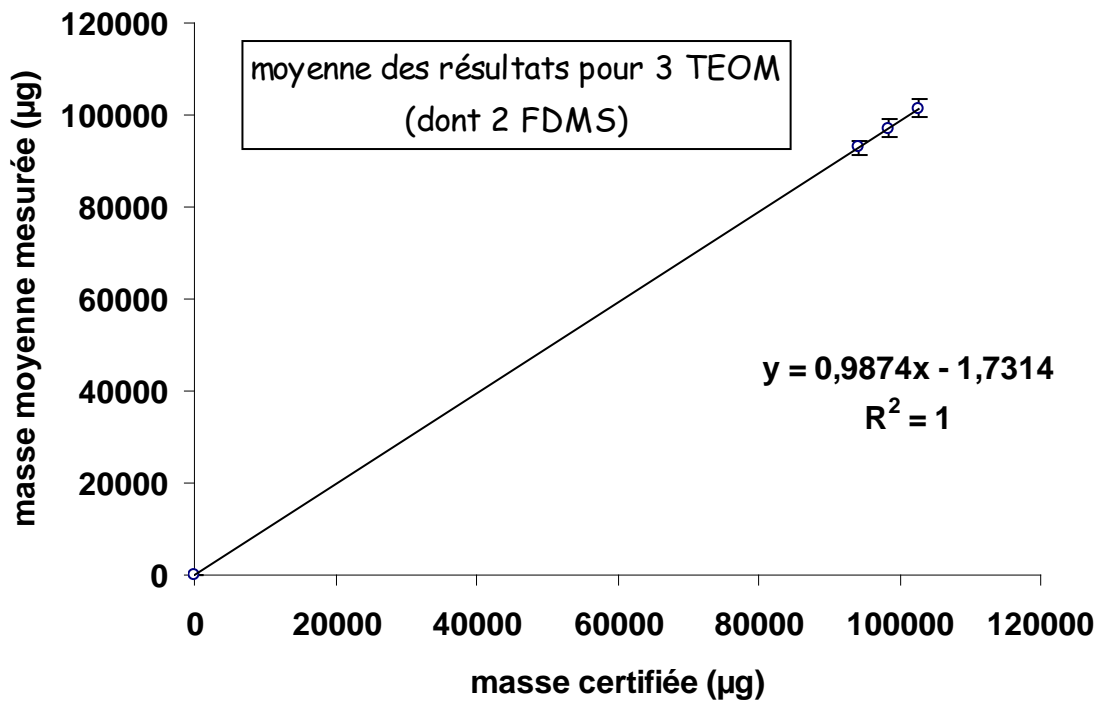


Figure 15 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'AIRAQ

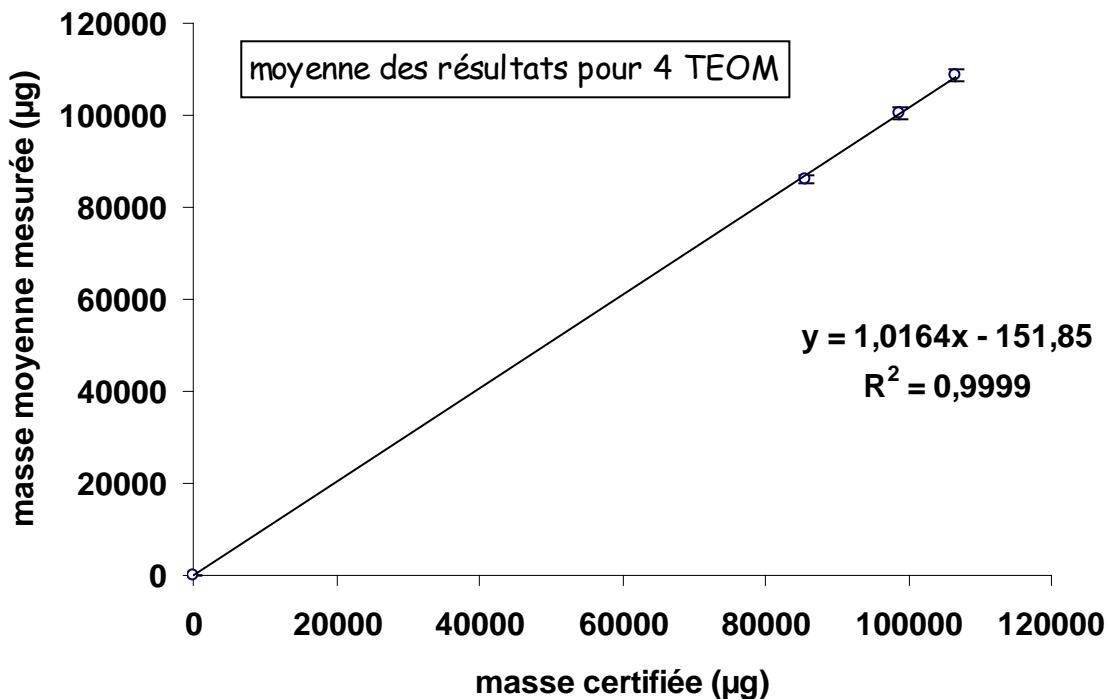


Figure 16 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'ATMOSFAIR

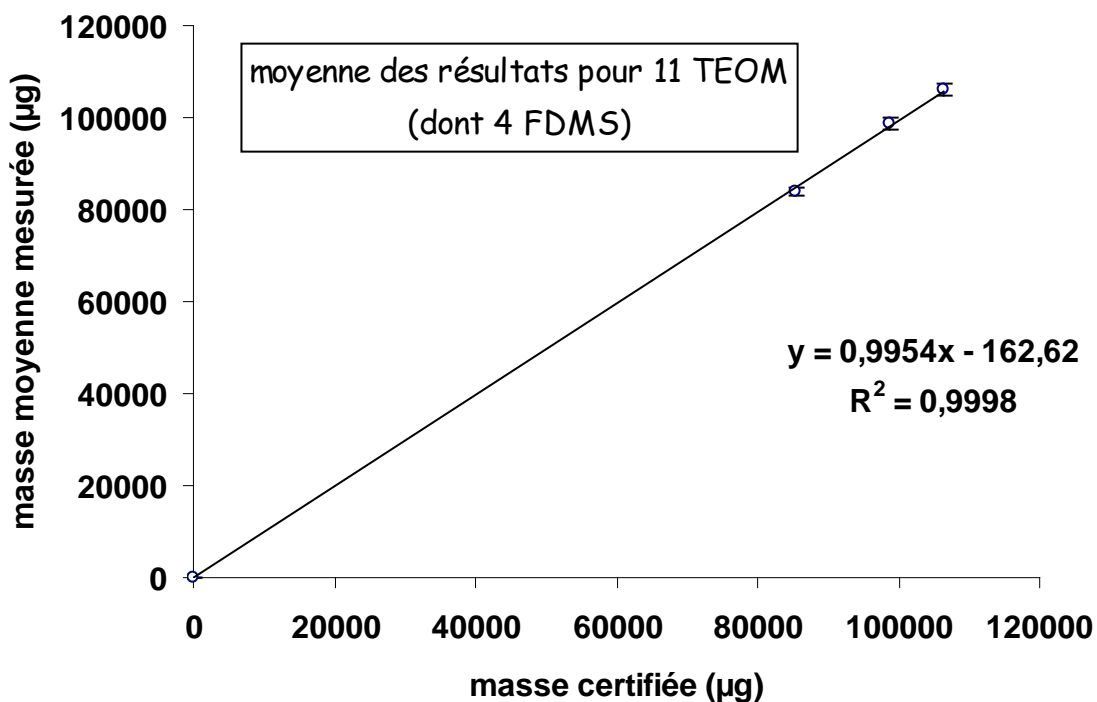


Figure 17: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'ASPA

5.3.4 Contrôle de cales étalon pour jauges radiométriques MP101M

En 2011, Atmo Franche Comté a demandé au LCSQA-EMD de vérifier des cales étalon de ses jauges radiométriques MP101M de marque Environnement SA. Ces cales étalon consistent en une feuille en polymère (de type Mylar) montée sur un support adapté, permettant d'avoir un point de calage et de contrôle exprimé en $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$. Pour toutes les cales étalon de MP101M fournies avec une jauge, la valeur usuelle est de l'ordre de 800 à 850 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$. La surface de lecture du compteur Geiger-Müller étant connue (de l'ordre de 2 cm^2), la connaissance du débit et du temps de prélèvement permet l'expression des résultats en $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ dans les conditions souhaitées. Il convient de noter que le point de calage des jauges correspond à une concentration de l'ordre de 75 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un prélèvement journalier.

Le mode opératoire est basé sur la détermination de la masse surfacique de la cale à l'aide de la jauge radiométrique du LCSQA-EMD (marque Environnement SA, modèle MP101M, n° de série 1185), étalonnée au préalable à l'aide d'une cale de référence (annoncée à 827 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$) et vérifiée après utilisation avec une autre cale de référence (annoncée à 868 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$). L'incertitude sur le résultat a été estimée en tenant compte des principales composantes d'incertitude (cale étalon de référence, caractéristiques métrologiques de l'instrument de mesure...).

Pour Atmo Franche Comté, 2 cales étalon ont été contrôlées en 2011. Le tableau 14 résume les résultats obtenus.

Pour Atmosf'Air Bourgogne, une cale étalon de référence du LCSQA-EMD a été fournie. L'utilisation par l'AASQA n'a pas posé de problème particulier.

Date du contrôle	Valeur annoncée pour la cale ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$)	Résultat du contrôle ($\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$)	Ecart par rapport à la valeur annoncée	Ecart par rapport à la précédente évaluation (22/10/10)
28/03/11	805	796	- 9 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ (-1,1 %)	- 4 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ (-0,6 %)
15/09/11	783	796	+ 13 $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ (+1,7 %)	ND

Tableau 14 : Résultat de la vérification de la cale étalon d'ATMO Franche-Comté

Le faible écart constaté montre la stabilité de ce type de moyen d'étalonnage et de contrôle. En complément de ces vérifications par le LCSQA-EMD, une mise à disposition de cales étalon permettant le contrôle sur site de l'étalonnage de jauges ainsi que leur linéarité par l'utilisateur a été effectuée.

5.3.5 Vérification de la linéarité de jauges radiométriques MP101M

Comme pour la microbalance, l'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse surfacique correspondant à une concentration massique usuelle mesurée en AASQA (allant de 67 à 120 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ en valeur journalière). Pour vérifier cette caractéristique, dans le cas de l'appareil MP101M, l'utilisateur a recours à un mode de fonctionnement spécifique, permettant de mesurer la masse surfacique de la cale. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse surfacique d'une cale et de la comparer à la masse affichée sur le constat de vérification fourni par le LCSQA-EMD. Pour des raisons pratiques (durée de la manipulation), le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro) avec 3 mesures indépendantes à chaque fois.

Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par le LCSQA-EMD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (1999). Ces spécifications sont rappelées dans le tableau 15.

Critères statistiques LCSQA-EMD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de régression	$R^2 \geq 0,95$
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	Ordonnée à l'origine $\leq + 50 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ (*)
Pente de la droite de régression	$0,95 \leq \text{pente} \leq 1,05$

Tableau 15 : Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de jauge MP101M

(*) : La valeur de $50 \mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ correspond à 10 fois la limite de détection annoncée par le constructeur dans une configuration cyclique journalière.

Les résultats montrent l'excellent comportement de la jauge: pour les 2 appareils vérifiés, le coefficient de régression R^2 varie de 0,9996 à 0,9997, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,9702 à 0,9824 et de +14,3 à + 22,2.

Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par le LCSQA-EMD ont été respectées. L'AASQA Air Languedoc Roussillon a contrôlé sur site 2 appareils sur ce paramètre (soit environ 4 % du parc de jauges actuellement en station de mesure). La figure 18 présente les résultats obtenus.

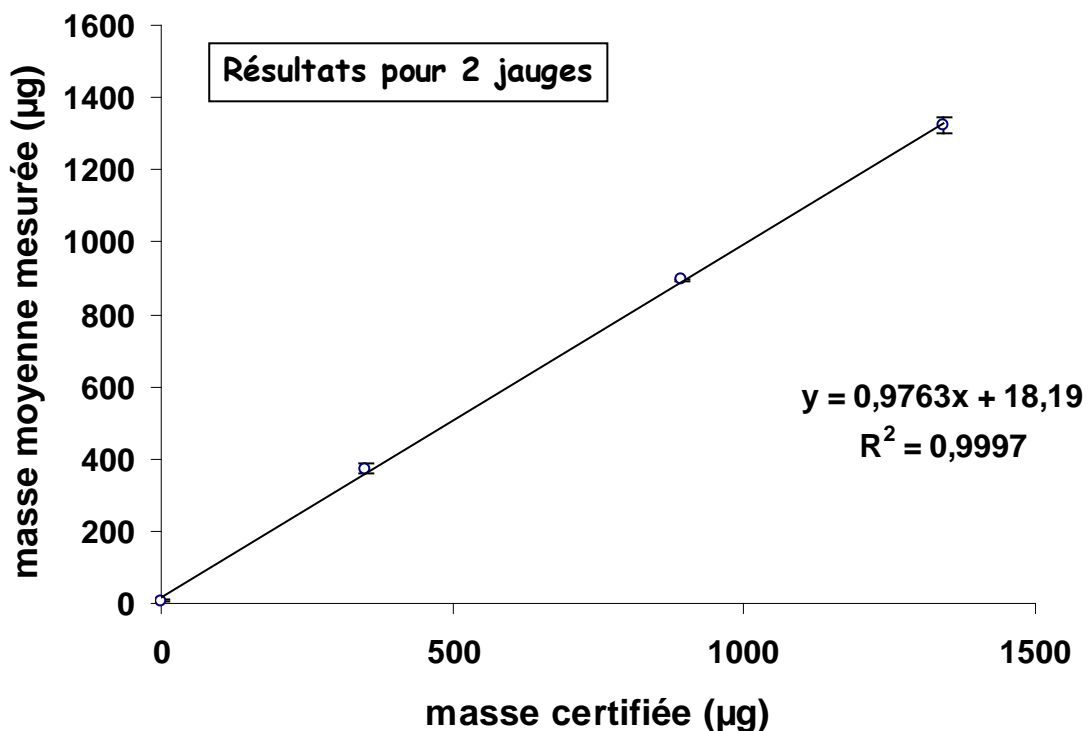


Figure 18 : Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils d'Air Languedoc Roussillon

5.4. CONCLUSION

En conclusion, la mise à disposition des cales étalon pour vérification du bon réglage des microbalances TEOM sur site met en évidence l'étalonnage correct de l'ensemble des appareils contrôlés ainsi que le bon ajustage du débit de prélèvement.

La « chaîne de contrôle » mise en place par le LCSQA-EMD est pour l'instant satisfaisante. Les résultats obtenus attestent de la maîtrise des moyens de mesure de particules de type microbalance utilisés sur le terrain. La « structure » simple de cet outil de vérification est transposable dans le cadre de la chaîne nationale d'étalonnage à 3 niveaux pour les polluants atmosphériques SO₂, NO/NO_x, CO et O₃ :

- ✓ Utilisation d'un outil de référence au laboratoire de niveau 2 (balance de référence raccordée à la référence nationale (niveau 1) par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité, selon une périodicité appropriée d'une année par exemple) ;
- ✓ Transfert au niveau 3 (en station) via un dispositif portable (cale étalon ou autre), selon une périodicité appropriée (entre 6 et 12 mois par exemple) ;
- ✓ Contrôle des débits de prélèvement avec des outils appropriés selon une périodicité appropriée. Compte tenu de l'importance de ce paramètre, cette périodicité devrait être dans un premier temps de 3 mois puis pourra être étendue entre 6 et 12 mois par exemple). Il est à noter que le raccordement de ces outils à la référence nationale en débitmétrie sera alors nécessaire, selon le principe actuel (raccordement direct entre les niveaux 1 et 3).

Cette procédure ne prétend pas être la solution en matière de chaîne d'étalonnage.

Son application a pour objectif de mettre en évidence un appareil douteux parmi un ensemble d'analyseurs. Dans le cadre de la chaîne d'étalonnage nationale, elle peut être considérée comme un moyen de contrôle transversal de la qualité de cette chaîne et est une source de données pour l'estimation de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil. L'extension aux jauges radiométriques permet désormais de couvrir l'ensemble des moyens de mesure utilisés par les AASQA dans le cadre de leur mission de surveillance réglementaire.

6. REDACTION D'UNE PLAQUETTE SYNTHETIQUE RELATIVE A LA QUALITE DES MESURES

En 2010, le LNE a rédigé un document de synthèse dont l'objectif était de réaliser un bilan du dispositif d'assurance qualité actuellement mis en œuvre sur le territoire français (fonctionnement des chaînes d'étalonnage, bilan des exercices d'intercomparaison...) pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

Ce document de synthèse comprend :

- les objectifs et le fonctionnement de l'ensemble du système d'assurance qualité au niveau français : dans ce cadre, une synthèse sur la mise en place des chaînes d'étalonnage a été réalisée,
- les outils de contrôle mis en place pour s'assurer du bon fonctionnement de ces chaînes : une synthèse du cadre, des objectifs, de la périodicité... des exercices d'intercomparaison organisés chaque année pour les différents polluants en France ainsi que l'implication ou non de nos homologues étrangers a été effectuée,
- les systèmes qualité d'autres pays européens.

En 2011, le LNE a rédigé un projet de plaquette de 4 pages résumant le document de synthèse. Le but de cette plaquette est de rendre plus visibles les actions entreprises par la France pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant et pourra être distribué lors de réunions, de congrès, de séminaires...

Ce projet est présenté en annexe 2.

7. ANNEXES

7.1. ANNEXE 1 : PROGRAMME DE TRAVAIL 2011

ETUDE N° 1/2 : MAINTIEN ET AMELIORATION DES CHAINES NATIONALES D'ETALONNAGE

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

Objectif

L'adoption de la Loi sur l'Air et l'Utilisation Rationnelle de l'Energie le 30 décembre 1996 et la mise à disposition de crédits importants pour l'achat d'équipements de surveillance de la qualité de l'air se sont traduits par un accroissement exceptionnel du nombre de stations et d'équipements d'analyse en fonctionnement dans les AASQA. Il convenait donc de prendre des dispositions afin que ceux-ci soient adéquatement maintenus et étalonnés.

Dans ce but, concernant les polluants gazeux, un dispositif appelé « chaîne nationale d'étalonnage » a été mis en place dès 1997 afin d'assurer un raccordement fiable et pérenne des concentrations mesurées par les AASQA aux étalons de référence gérés par le LNE dans le cadre de ses missions au sein du LCSQA.

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

- Le raccordement des mesures effectuées en station aux étalons de référence via des laboratoires d'étalonnage, ce qui permet d'assurer la traçabilité des mesures aux étalons de référence,
- La maîtrise des moyens de mesure mis en œuvre par les 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.

S'agissant des particules, dans la mesure où il n'existe pas d'étalon primaire, une mise à disposition de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs sur site a été mise en place à partir de 1999. Cette mise à disposition constitue la seule preuve de traçabilité de ces mesures non normalisées à la référence massique nationale et est une source d'informations pour le calcul d'incertitude des mesures.

Contexte et travaux antérieurs

Concernant les polluants gazeux, les travaux antérieurs ont abouti à la mise en place d'une chaîne nationale d'étalonnage qui couvre à présent l'ensemble du territoire français, par le biais de 7 zones géographiques.

Dans ce cadre, le LCSQA - LNE effectue les raccordements des étalons CO, NO/NO_x, SO₂, O₃ et NO₂ des 7 laboratoires d'étalonnage (niveaux 2) tous les 3 mois selon un planning défini.

En plus des chaînes nationales d'étalonnage décrites ci-dessus, le LCSQA - LNE réalise le raccordement direct des étalons BTX utilisés par les AASQA, car vu le nombre de bouteilles de BTX utilisées dans les AASQA qui reste relativement faible, il a été décidé en concertation avec le MEDDTL qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

Le LNE est accrédité pour l'ensemble de ces prestations en tant que Laboratoire National de Métrologie depuis janvier 2001.

Pour les particules, la mise à disposition de moyens de contrôle de l'étalonnage des analyseurs sur site est assurée depuis 1999 par le LCSQA - EMD. Ces dispositifs de transfert consistent en des cales étalons pour les microbalances à variation de fréquence et les jauges radiométriques permettant aux AASQA de vérifier l'étalonnage de leurs appareils et leur linéarité directement en station de mesure.

Une procédure de contrôle de la conformité des débits de prélèvement accompagne également les dispositifs, permettant ainsi de vérifier le respect des consignes de prélèvement. A ce jour, pour l'année 2010, 11 mises à disposition de moyens de contrôle ont été assurées (7 pour les microbalances, 4 pour les jauges bêta).

Travaux proposés pour 2011

En 2011, le LCSQA propose de poursuivre ses activités de raccordement :

- Raccordements 1→2 (de l'ordre de 180) prévus selon un planning défini entre le LNE et l'ensemble des niveaux 2 pour les composés SO₂, NO/NO_x, CO, O₃ et NO₂ (➤ action LCSQA - LNE),
- Raccordements (de l'ordre de 40) des étalons de transfert de l'INERIS selon un planning défini entre le LNE et l'INERIS (➤ action LCSQA - LNE),
- Raccordements de tous les mélanges gazeux de BTX utilisés par les AASQA, ce qui représente environ 40 raccordements (➤ action LCSQA - LNE),
- Raccordements des étalons du réseau de mesure ORA (La Réunion), ce qui consiste à raccorder des mélanges basses concentrations de NO/NO_x, CO et SO₂, ainsi qu'un générateur d'ozone au moins une fois par an (➤ action LCSQA - LNE),
- Raccordements des étalons du réseau de mesure Madinair (Martinique), ce qui consiste à raccorder deux fois par an deux diluteurs générant des mélanges gazeux de CO, NO/NO_x et SO₂ ainsi qu'un générateur d'ozone (➤ action LCSQA - LNE),
- Mise à disposition de moyens de contrôle des mesures pour les analyseurs de particules en suspension dans l'air ambiant (microbalances TEOM classiques et TEOM-FDMS, jauges radiométriques) pour les AASQA demandeuses. Ces moyens consistent en des cales étalon de masse connue permettant aux réseaux de vérifier l'étalonnage correct de leurs appareils ainsi que leur linéarité directement en station de mesure. Une procédure de contrôle de la conformité des débits de prélèvement accompagne également les dispositifs, permettant de vérifier le respect des consignes de prélèvement. Cette mise à disposition constitue pour les appareils la seule preuve de traçabilité de ces mesures non normalisées à un étalon national. (➤ action LCSQA - EMD).

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude	Maintien et amélioration des chaînes nationales d'étalonnage	
Personne responsable de l'étude	Christophe Sutour (gaz) – François Mathé (particules)	
Travaux	Pérennes	
Durée des travaux pluriannuels	-	
Collaboration AASQA	Ensemble des AASQA	
Heures d'ingénieur	LNE : 500	EMD : 200
Heures de technicien	LNE : 2050	EMD : 300
Document de sortie attendu	Rapports d'étude et certificats d'étalonnage	
Lien avec le tableau de suivi CPT	-	
Lien avec un groupe de travail LCSQA	GT « Incertitudes »	
Matériel à acquérir pour l'étude	Régulateurs de pression et de débit Fourniture de gaz	

ETUDE N° 1/5 : REDACTION D'UNE PLAQUETTE SYNTHETIQUE RELATIVE A LA QUALITE DES MESURES

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

Objectif

Pour 2011, le LNE propose de rédiger un document synthétique résumant le document de synthèse afin de rendre plus visibles les actions entreprises par la France pour garantir la qualité des mesures effectuées par les AASQA dans l'air ambiant.

Contexte et travaux antérieurs

En 2010, le LNE a rédigé un document de synthèse décrivant le système mis en place en France pour garantir la qualité des mesures réalisées dans l'air ambiant.

Ce document de synthèse comprend :

- les objectifs et le fonctionnement de l'ensemble du système d'assurance qualité au niveau français : dans ce cadre, une synthèse sur la mise en place des chaînes d'étalonnage a été réalisée,
- les outils de contrôle mis en place pour s'assurer du bon fonctionnement de ces chaînes : une synthèse du cadre, des objectifs, de la périodicité... des exercices d'intercomparaison organisés chaque année pour les différents polluants en France ainsi que l'implication ou non de nos homologues étrangers a été effectuée,
- les systèmes qualité d'autres pays européens : un questionnaire a été envoyé à nos homologues étrangers début 2010 et une synthèse des réponses a été réalisée.

Travaux proposés pour 2011

Pour 2011, le LNE propose de rédiger un document synthétique (plaquette de 4 pages au maximum) résumant le document de synthèse.

L'objectif de ce document synthétique est d'être distribué lors de réunions, de congrès, de séminaires... afin de rendre plus visibles les actions entreprises par la France pour garantir la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant.

La plaquette sera également traduite en anglais.

Remarque : L'élaboration du document de synthèse a été beaucoup plus importante que prévu, ce qui a conduit à décaler la rédaction de la plaquette synthétique à 2011. Les actions 2010 ont été les suivantes :

- Synthèse des actions menées dans le domaine de l'air ambiant pour s'assurer de la qualité des mesures depuis 15 ans par le LNE
- Enquête sur les actions mises en œuvre au niveau européen par le LNE : synthèse des réponses et intégration dans le document
- Envoi du document aux niveaux 2 pour avis : prise en compte des commentaires
- Envoi du document à l'INERIS et à l'EMD pour compléter certaines parties notamment sur les différentes comparaisons organisées pour l'ensemble des polluants...
- Fin 2010 : diffusion du document complet.

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude	<i>Rédaction d'une plaquette synthétique relative à la qualité des mesures</i>		
Personne responsable de l'étude	Tatiana Macé (LNE)		
Travaux	2010 - 2011		
Durée des travaux pluriannuels	-		
Collaboration AASQA	-		
Heures d'ingénieur	EMD : 50	INERIS : 50	LNE : 200
Heures de technicien	EMD : -	INERIS :	LNE : -
Document de sortie attendu	Plaquette synthétique		
Lien avec le tableau de suivi CPT	-		
Lien avec un groupe de travail LCSQA	-		
Matériel acquis pour l'étude	-		

7.2. ANNEXE 2 : PROJET DE PLAQUETTE SYNTHETIQUE



Garantir la qualité des mesures en air ambiant de polluants atmosphériques réglementés : *Le Modèle Français*

Tatiana Macé¹, Eva Leoz² et François Mathé³

¹ Laboratoire National de métrologie et d'Essais – 1 rue Gaston Boissier – 75724 Paris Cedex 15

² Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS)

³ Ecole des Mines de Douai (EMD) – 941 rue Charles Bourseul – 59500 Douai

Résumé

Les enjeux de la pollution atmosphérique, que ce soit pour la prévention ou pour la protection de la santé et de l'environnement ont conduit le Ministère chargé de l'Environnement à structurer un dispositif national de surveillance de la qualité de l'air ambiant.

Ainsi, en 1991 a été créé le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) pour servir de support scientifique et technique aux pouvoirs publics et aux Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) dont la principale mission est de surveiller la qualité de l'air dans leur zone de compétence. Ce laboratoire s'appuie sur l'Ecole des Mines de Douai (EMD), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et l'Institut National de l'Environnement industriel et des RISques (INERIS). En 2010, suite à la redéfinition de la gouvernance nationale de la politique de l'air, la coordination nationale du dispositif de surveillance de la qualité de l'air a été confiée au LCSQA en étroite collaboration avec les AASQA.

Une des missions du LCSQA est d'assurer la fiabilité des mesures en air ambiant, tel que l'exigent les Directives Européennes, à savoir :

- ✓ **Garantir la qualité, la justesse et la traçabilité des mesures** par la mise en place de procédures de raccordement des mesures aux étalons de référence nationaux ;
- ✓ **Contrôler le bon fonctionnement du dispositif** grâce à la participation du LCSQA et des AASQA à des exercices d'intercomparaison ;
- ✓ **Estimer les incertitudes de mesure** en s'appuyant sur différentes démarches (Approche intra-laboratoire en se basant sur la

méthode décrite dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure NF ENV 13005 :1999 (GUM) ; approche inter-laboratoires en exploitant les résultats de mesures issus de comparaisons interlaboratoire).

1. STRUCTURE DU DISPOSITIF DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR : LES ACTEURS

Le dispositif français de surveillance de la qualité de l'air mis en œuvre est composé de plusieurs entités collaboratrices: le Ministère en charge de l'environnement, le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) et les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA).

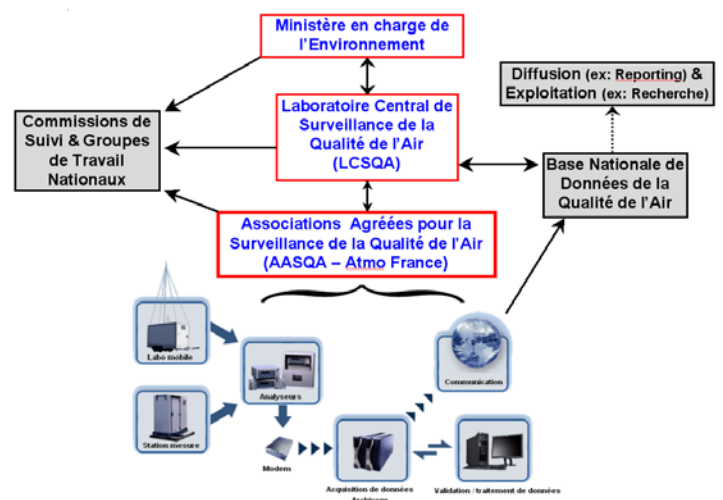


Figure 1 : Schéma de fonctionnement du dispositif national français

1.1 LE MINISTÈRE EN CHARGE DE L'ENVIRONNEMENT

Au sein de ce dispositif, **le Ministère en charge de l'Environnement** assure, avec le concours des collectivités territoriales, la surveillance de la qualité de l'air et de ses effets sur la santé et est dans ce cadre, responsable de la définition et de la mise en œuvre de la politique nationale de surveillance, de prévention et d'information sur l'air. Il contribue à l'élaboration, puis à l'application des politiques internationales notamment dans le cadre des directives de la Communauté européenne et des conventions de la Commission économique pour l'Europe des Nations Unies à Genève. Il assure l'animation du dispositif français de surveillance de la qualité de l'air.

1.2 LE LCSQA

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) créé en 1991 par le Ministère en charge de l'Environnement est composé de 3 entités : l'Ecole des Mines de Douai (EMD), le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE) et l'Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques (INERIS) (<http://www.lcsqa.org/>).

Les missions générales du LCSQA sont :

- ✓ D'appuyer le Ministère chargé de l'Environnement sur les aspects techniques, scientifiques et stratégiques dans sa politique de surveillance de la qualité de l'air, y compris au niveau européen et de contribuer également à la déclinaison au niveau local de la stratégie nationale ;
- ✓ D'assurer une mission globale de laboratoire de référence auprès des AASQA, en leur transférant les technologies et les méthodes développées et en assurant la liaison entre la recherche et l'application sur le terrain.

Le LCSQA s'est vu confié la coordination technique du dispositif national de surveillance de la qualité de l'air, à compter du 1^{er} janvier 2011. Cet élargissement du rôle du LCSQA et le renforcement de ses missions est conduit en étroite collaboration avec les AASQA pour constituer un socle d'expertise au niveau national, garantissant une surveillance de haut niveau, dans des conditions optimisées, sur l'ensemble du territoire.

1.3 LES AASQA

Localement, la surveillance de la qualité de l'air est confiée aux **Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA)**.

Ces organismes sont agréés par le Ministère en charge de l'Environnement par décret ministériel.

ATMO France qui est la Fédération des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air représente l'ensemble des 32 AASQA. Son site internet est : <http://www.atmo-france.org/fr/>



Figure 2 : Carte des AASQA (au 01/07/11)

Les principales missions des AASQA sont :

- ✓ La mise en œuvre de la surveillance et de l'information sur la qualité de l'air,
- ✓ La diffusion des résultats et des prévisions,
- ✓ La transmission immédiate aux préfets et au public des informations relatives aux dépassements ou prévisions de dépassements des seuils d'alerte et de recommandations.

Chaque AASQA gère au quotidien des stations de mesure fixes équipées d'un ou de plusieurs analyseurs mesurant en continu et de manière automatique les polluants réglementés gazeux (NO, NO₂, SO₂, O₃, CO, C₆H₆) et particulaires (PM₁₀, PM_{2.5}).

Elles réalisent également des mesures non automatiques d'autres polluants réglementés (Benzo[a]Pyrène, benzène, métaux (plomb, arsenic, nickel, cadmium, mercure), anions, cations, carbone organique, carbone élémentaire et composés organiques volatils précurseurs de l'ozone).

2. TRAÇABILITE DES MESURES : LA CHAÎNE D'ÉTALONNAGE

2.1 OBJECTIFS

Une chaîne nationale d'étalonnage a été mise en place afin de garantir la cohérence des mesures de qualité de l'air sur le long terme pour les principaux polluants atmosphériques gazeux. Ce dispositif a pour objectif d'assurer la traçabilité des

mesures de qualité de l'air en raccordant les analyseurs automatiques en station de mesure à des étalons de référence spécifiques à l'évaluation de la pollution atmosphérique par le biais d'une chaîne ininterrompue de comparaisons appelée « chaîne d'étalonnage ».

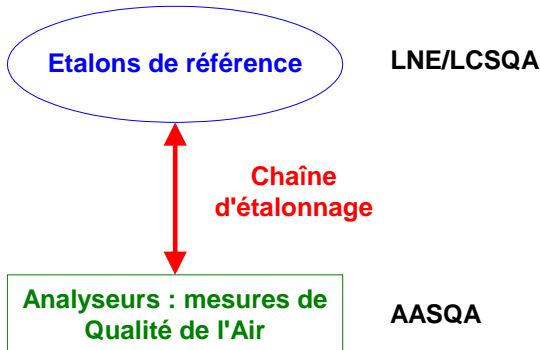


Figure 3 : Principe de traçabilité des mesures de qualité de l'air

2.1 DESCRIPTION

La **chaîne nationale d'étalonnage** est constituée de **3 niveaux** et couvre les polluants gazeux (NO, NO₂, SO₂, CO et O₃).

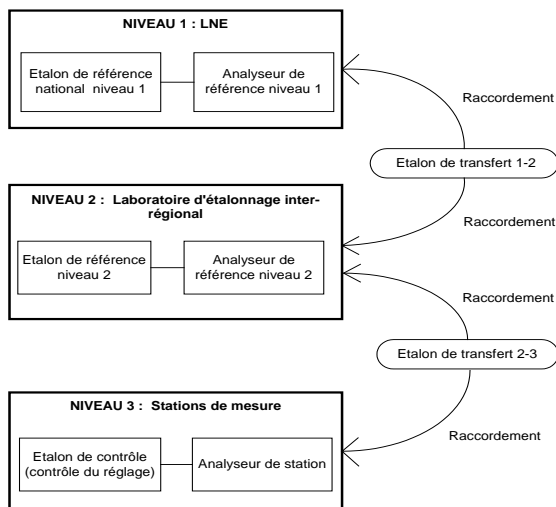


Figure 4 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

Le niveau 1 est le **LCSQA-LNE**. Son rôle est d'étalonner les étalons de transfert 1-2 circulant entre les niveaux 1 et 2 périodiquement à partir des étalons de référence nationaux.

Les niveaux 2 sont des **laboratoires (inter)régionaux (au nombre de 7)**, tous sous accréditation COFRAC (NF EN ISO 17025), dont le rôle est de raccorder les étalons de transfert 2-3 des niveaux 3 avec ses étalons et ses analyseurs de référence, eux-mêmes raccordés au niveau 1 à l'aide des étalons de transfert 1-2.

Les niveaux 3 sont **les gestionnaires des stations de mesure** et leur rôle est de :

- ✓ Régler périodiquement les analyseurs de station avec les étalons de transfert 2-3,
- ✓ Raccorder les étalons de contrôle des stations avec les étalons de transfert 2-3 : ces étalons de contrôle dont la concentration doit être stable au cours du temps sont utilisés à intervalles de temps régulier pour vérifier que l'analyseur de station fonctionne correctement.

Les périodicités de raccordement ont été fixées à 3 mois maximum.

2.2 COUVERTURE GEOGRAPHIQUE

7 zones géographiques ont été créées et couvrent actuellement l'ensemble du territoire français métropolitain.

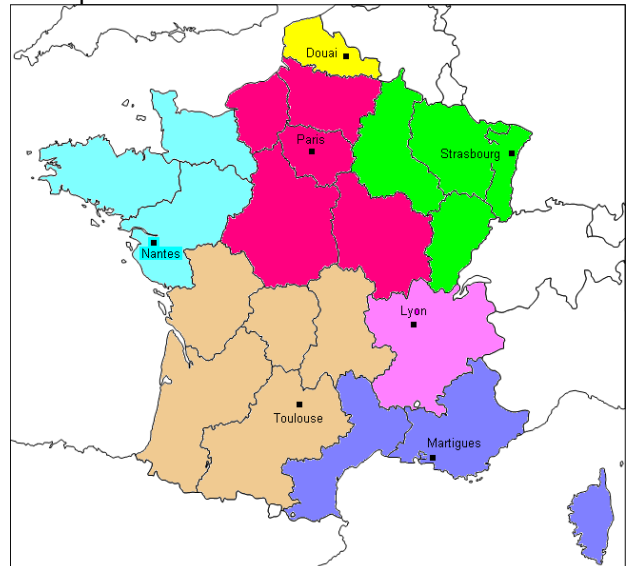


Figure 5 : Représentation des 7 zones géographiques mises en place pour couvrir la France métropolitaine

S'agissant des territoires d'Outre-Mer et de la zone « Caraïbes », le LCSQA-LNE raccorde le niveau 2 implanté dans l'AASQA Martiniquaise à La Martinique, cette dernière raccordant ses propres stations de mesure ainsi que celles de Gwad'air (AASQA de la Guadeloupe) et de l'Observatoire Régional de l'Air de Guyane.

Concernant l'île de la Réunion, le LCSQA-LNE raccorde directement l'Observatoire Réunionnais de l'Air – ORA.

3. CONTROLE QUALITE DU DISPOSITIF

3.1 OBJECTIF

Les campagnes d'intercomparaison organisées périodiquement à tous les niveaux de la chaîne nationale d'étalonnage sont un moyen fiable et performant pour attester du bon fonctionnement du

dispositif de surveillance de la qualité de l'air mis en place en France.

Les objectifs typiques de ces campagnes d'intercomparaison sont les suivants :

- ✓ Vérifier la justesse et la reproductibilité des résultats d'étalonnages et d'essais produits à chaque niveau de la chaîne d'étalonnage, tant au niveau national qu'international, ce qui garantit la qualité des résultats de mesure.
- ✓ Déterminer les performances d'analyse de chaque intervenant (LCSQA, AASQA, laboratoires d'étalonnage ou d'analyse...) en le positionnant par rapport aux autres participants (ex : en identifiant des écarts significatifs pour lesquels des investigations devront être menées afin de proposer des actions correctives ; en suivant l'évolution de ces performances au cours du temps...)
- ✓ Etablir l'efficacité et la comparabilité de nouvelles méthodes d'essai ou de mesure et veiller à la bonne application des méthodes utilisées.
- ✓ Assurer la traçabilité des résultats de mesure lorsque le raccordement aux étalons nationaux ou internationaux des équipements d'analyse, d'essais ou d'étalonnage est difficilement réalisable (par exemple pour des raisons techniques dans le cas des mesures des concentrations massiques des particules).
- ✓ Evaluer les incertitudes de mesure en tenant compte de la variation de différents facteurs (changement de lieu, de méthode, de conditions, d'instrument, ...) et les comparer avec celles obtenues lors de l'estimation des incertitudes basée sur le GUM.

3.2 DESCRIPTION

Les différents types de campagnes d'intercomparaison menées en France pour l'air ambiant sont récapitulés sur la figure 6.

En parallèle des mesures automatiques, la surveillance de certains composés tels que les BTEX (Benzène, Toluène, Ethylbenzène et Xylènes), les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP), les pesticides et les métaux (arsenic, cadmium, plomb et nickel) en air ambiant peut être effectuée par les AASQA par prélèvement d'air ambiant par échantillonnage passif ou actif (ex : pour les gaz sur des tubes contenant un adsorbant, pour les particules sur des filtres). Cette méthode est constituée de deux parties :

- ✓ Le prélèvement d'air sur des échantillonneurs par les AASQA,
- ✓ L'analyse de ces prélèvements par des laboratoires d'analyse prestataires des AASQA (pouvant être les AASQA elles-mêmes).

Des exercices d'intercomparaison sont organisés régulièrement par le LCSQA avec ces laboratoires pour tester leurs compétences analytiques.

4. CONCLUSION

Le LCSQA a fêté ses 20 ans d'existence en 2011. Le retour d'expérience et les compétences acquises dans le domaine des mesures en air ambiant permettent une amélioration constante et une optimisation métrologique du dispositif au regard des exigences réglementaires en vigueur et à venir, ainsi que des besoins sociétaux (apparition de nouveaux polluants à l'état de traces, innovation métrologique, maîtrise des incertitudes en vue de leur réduction...).

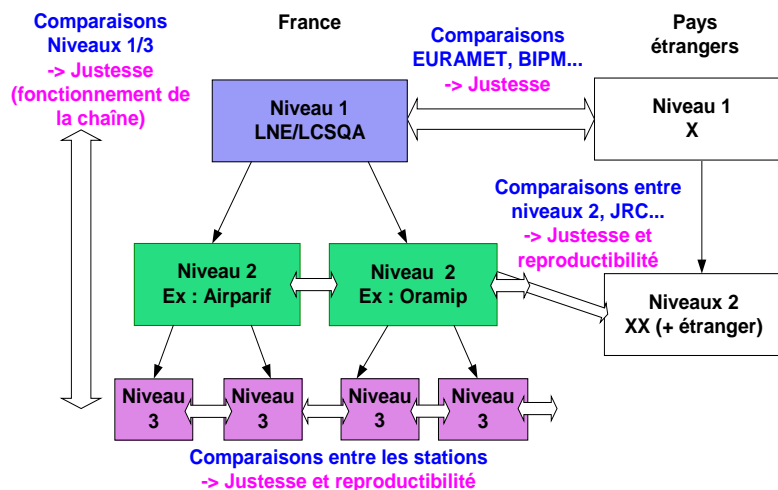


Figure 6 : Différents types de campagnes d'intercomparaison menées en air ambiant