



Maintien de la chaîne nationale d'étalonnage

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l’Air

MAINTIEN DE LA CHAÎNE NATIONALE D’ETALONNAGE

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

Décembre 2018



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 l'IMT Lille 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 chargé de l'Environnement. 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 ministère 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 2018	11
3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2	11
3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2018.....	12
3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA/INERIS	13
3.4 Raccordements d'ATMO Réunion.....	13
3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2018 par le LCSQA/LNE ..	13
4. SYNTHESE DES PROBLEMES RENCONTRES EN 2018.....	14
4.1 Dysfonctionnements de la climatisation.....	14
4.2 Coupures électriques	15
4.3 Dysfonctionnements des bancs du LCSQA/LNE.....	15

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.

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 7)** 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 6 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, 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 MTES qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

Le tableau ci-après résume les étalonnages effectués depuis 2014 par le LCSQA/LNE **pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX).**

	Nombre annuel d'étalonnages				
	2014	2015	2016	2017	2018
Raccordements LCSQA-LNE/ Niveaux 2	180	185	180	156	107
Raccordements Madinair	27	27	26	27	27
Raccordements BTEX	26	30	31	22	21
Raccordements LCSQA	36	33	32	38	36
Raccordements ATMO Réunion	3	12	14	15	16
Somme des raccordements	272	287	283	258	207

Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA/LNE depuis 2014

Le tableau ci-dessus montre que globalement le LCSQA/LNE a effectué 207 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2018.

La diminution du nombre d'étalonnages LCSQA-LNE/Niveaux 2 par rapport à l'année 2017 est principalement due à la décision d'augmenter la périodicité de raccordement entre le LCSQA/LNE et les Niveaux 2 de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃).

Ce rapport fait également la synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2018 par le LCSQA/LNE lors des raccordements des polluants gazeux.

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 7)** en tant que Niveau 2 et les **stations de mesures** en tant que Niveau 3 (cf. figure 1 ci-après).

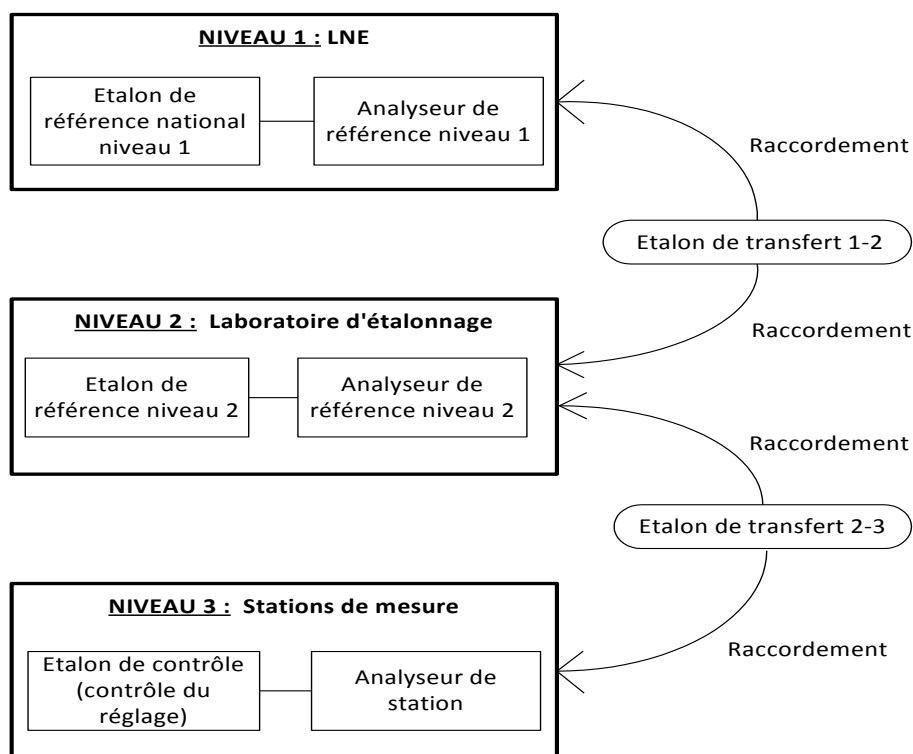


Figure 1 : Schéma général de la chaîne nationale d'étalonnage dans le domaine de la pollution atmosphérique

Suite à la régionalisation, la France métropolitaine et les DOM sont organisés en 7 zones géographiques permettant le raccordement de l'ensemble des analyseurs des stations de mesure aux étalons de référence (cf. figure 2).



Figure 2 : Représentation des 7 zones géographiques mises en place pour couvrir l'ensemble du territoire français

Dans cette structure, les 7 zones géographiques sont organisées comme indiqué ci-après :

- Le niveau 2 LIM-Atmo Grand EST effectue le raccordement des :
 - Etalons d'ATMO Grand Est,
 - Etalons d'ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Franche Comté,
 - Etalons de réserve utilisés par ATMO Grand Est et ATMO Bourgogne Franche Comté,
 - Etalons de Scal'Air.
- Le niveau 2 ATMO Aura effectue le raccordement de l'ensemble des étalons de l'AASQA.

- Le niveau 2 AIRPARIF effectue le raccordement des :
 - Etalons d’Airparif,
 - Etalons d’ATMO Hauts de France,
 - Etalons d’ATMO Normandie (Rouen et Le Havre uniquement) ; cette situation restera pérenne, car ATMO Normandie souhaite garder deux niveaux 2 différents,
 - Etalons d’ATMO Bourgogne Franche Comté : raccordement uniquement des étalons de la Bourgogne.
- Le niveau 2 ATMO Sud effectue le raccordement des :
 - Etalons d’ATMO Sud,
 - Etalons de Qualitair Corse.
- Le niveau 2 ATMO Occitanie effectue le raccordement des :
 - Etalons d’ATMO Occitanie comprenant ceux de Montpellier,
 - Etalons d’ATMO Nouvelle Aquitaine.
- Le niveau 2 AIR PL effectue le raccordement des :
 - Etalons d’AIR PL,
 - Etalons d’AIR Breizh,
 - Etalons d’ATMO Normandie (uniquement pour Caen),
 - Etalons de Lig’air.
- Le niveau 2 MADININAIR effectue le raccordement des :
 - Etalons de MADININAIR,
 - Etalons de GWADAIR,
 - Etalons d’ATMO Guyane.

Quant à ATMO Réunion, cette AASQA est directement rattachée au LCSQA/LNE et ne raccorde aucune autre AASQA.

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), tous polluants gazeux confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2018 ;
- De réaliser une synthèse des problèmes techniques rencontrés en 2018 par le LCSQA/LNE lors des raccordements.

3. BILAN DES RACCORDEMENTS EN POLLUANTS GAZEUX EFFECTUES EN 2018

3.1 Raccordements Niveau 1 / Niveaux 2

Les tableaux 1 et 2 ci-après font le bilan des matériels que le LCSQA/LNE a raccordés en 2018 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)	2 (en alternance tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage du LIM-ATMO Grand-Est	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	2 (tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage d'ATMO Aura	1 (à 800 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	-	2 (tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage du LCSQA/IMT Lille Douai	2 (à 400 et à 800 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'ATMO Occitanie	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	1 (à 200 nmol/mol)	1
Laboratoire d'étalonnage d'ATMO Sud	1 (à 200 nmol/mol)	1 (à 9 µmol/mol)	1 (à 100 nmol/mol)	-	2 (en alternance tous les 3 mois)
Laboratoire d'étalonnage d'AIRPARIF	2 (à 200 et à 800 nmol/mol)	1 (à 9 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 2018

Madininair		
Matériel testé	Composé	Nombre de raccordements effectués
2 diluteurs 146i (TEI) + mélange gazeux haute fraction molaire	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 2018

En conclusion, pour 2018, 107 étalonnages ont été effectués par le LCSQA/LNE pour les niveaux 2 de France métropole et 27 pour le niveau 2 MADININAIR.

Une réunion a été organisée entre le LCSQA/LNE et les niveaux 2 le 17 janvier 2018.

L'objectif de cette réunion était de refaire un point sur l'organisation de la chaîne nationale d'étalonnage, compte tenu de la nouvelle organisation géographique des régions suite à la régionalisation (quels niveaux 3 se raccordent à quels niveaux 2 ?), quels étalons à raccorder par le niveau 1 et avec quelle fréquence ?... (cf. compte-rendu dans le rapport « Maintien de la chaîne nationale d'étalonnage » de décembre 2017).

La principale décision a porté sur la périodicité de raccordement entre le LCSQA/LNE et les Niveaux 2 qui passe de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃), ce qui explique la diminution du nombre d'étalonnages par rapport à l'année 2017.

3.2 Bilan des raccordements BTEX réalisés en 2018

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 MTES qu'il n'était pas nécessaire de créer une chaîne d'étalonnage à 3 niveaux.

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 en 2018.

Nom de l'AASQA	Matériel étalonné	Nombre de raccordements effectués
AIRPARIF	Bouteille de BTEX	7
ATMO Grand-Est	Bouteille de BTEX	4
AIR PL	Bouteille de BTEX	1
AIR PACA	Bouteille de BTEX	4
ATMO Nouvelle-Aquitaine	Bouteille de BTEX	2
ATMO Normandie	Bouteille de BTEX	3

Tableau 3 : Bilan des raccordements BTEX effectués par le LCSQA/LNE en 2018 pour l'ensemble des AASQA

Le tableau 3 montre qu'en 2018,

- 6 AASQA se sont adressés au LCSQA/LNE pour le raccordement de leurs bouteilles de BTEX ;
- 21 étalonnages BTEX ont été réalisés par le LCSQA/LNE pour ces AASQA.

3.3 Raccordements réalisés pour le LCSQA/INERIS

Le tableau 4 fait état des raccordements effectués pour le LCSQA/INERIS en 2018.

Matériel testé	Fraction molaire	Nombre de raccordements effectués
Bouteille de NO	60 nmol/mol	3
Bouteille de NO	200 nmol/mol	3
Bouteille de NO	800 nmol/mol	4
Bouteille de SO ₂	50 nmol/mol	3
Bouteille de SO ₂	200 nmol/mol	6
Bouteille de CO	3 µmol/mol	3
Bouteille de CO	9 µmol/mol	4
Bouteille de CO	15 µmol/mol	2
Bouteille de NO ₂	100 nmol/mol	3
Bouteille de NO ₂	200 nmol/mol	3
Générateur d'ozone	-	2

Tableau 4 : Bilan des raccordements effectués par le LCSQA/LNE pour le LCSQA/INERIS en 2018

Le tableau 4 montre que le LCSQA/LNE a réalisé 36 raccordements pour le LCSQA/INERIS en 2018.

3.4 Raccordements d'ATMO Réunion

Le LCSQA/LNE a effectué 16 raccordements pour ATMO Réunion, à savoir :

- 4 raccordements en NO (200 nmol/mol),
- 3 raccordements en NO₂ (200 nmol/mol),
- 4 raccordements en SO₂ (100 nmol/mol),
- 4 raccordements en CO (9 µmol/mol),
- 1 raccordement en ozone.

3.5 Bilan global du nombre de raccordements effectués en 2018 par le LCSQA/LNE

Le nombre de raccordements effectués en 2018 par le LCSQA/LNE est reporté dans le tableau ci-après.

	Nombre annuel d'étalonnages				
	2014	2015	2016	2017	2018
Raccordements LNE/ Niveaux 2	180	185	180	156	107
Raccordements Madinair	27	27	26	27	27
Raccordements BTEX	26	30	31	22	21
Raccordements LCSQA	36	33	32	38	36
Raccordements ATMO Réunion	3	12	14	15	16
Somme des raccordements	272	287	283	258	207

Tableau 5 : Bilan global de l'ensemble des raccordements effectués par le LCSQA/LNE depuis 2014

Le tableau 5 montre que globalement le LCSQA/LNE a effectué 207 raccordements pour les différents acteurs du dispositif de surveillance de la qualité de l'air (AASQA, LCSQA), tous polluants confondus (NO/NO_x, NO₂, SO₂, O₃, CO et BTEX) en 2018.

La diminution du nombre d'étalonnages LCSQA-LNE/Niveaux 2 par rapport à l'année 2017 est principalement due à la décision d'augmenter la périodicité de raccordement entre le LCSQA/LNE et les Niveaux 2 de 3 mois à 6 mois pour l'ensemble des polluants gazeux (SO₂, CO, NO/NO_x, NO₂ et O₃).

4. SYNTHÈSE DES PROBLÈMES RENCONTRÉS EN 2018

4.1 Dysfonctionnements de la climatisation

La régulation de la température du laboratoire d'étalonnage des mélanges gazeux (218) a été impactée par plusieurs dysfonctionnements de la climatisation au cours de l'année 2018.

4.1.1 Journée du 6/5/2018

Les groupes froids du LNE se sont arrêtés le 6/5/2018, ce qui a entraîné une augmentation de la température des laboratoires au-dessus de 25°C.

Un seul groupe froid ayant redémarré, la température est restée au-dessus de 23°C, ce qui a provoqué les actions suivantes :

- Aucune activité d'étalonnage n'a pu être réalisée.
- Les tubes à perméation n'ont pas pu être pesés comme planifié.
- La vérification de la justesse des débitmètres Molblocs n'a pas été réalisée comme planifié.

4.1.2 Du 1/7/2018 à 19h au 2/7/2018 à 9h

Des problèmes sur les groupes froids du LNE ont engendré des dysfonctionnements des climatisations du dimanche au lundi matin. La remise en route des groupes froids a été effectuée le lundi matin.

Aucun étalonnage n'a donc pu être réalisé le lundi 2/7/2018.

4.2 Coupures électriques

Plusieurs coupures électriques ont affecté le bon fonctionnement du laboratoire.

4.2.1 Coupure électrique du vendredi 6/7/2018

Cette coupure électrique a engendré une surconsommation en air pendant le week-end du 7/7/2018 au 8/7/2018 liée au redémarrage en pleine échelle (10 l/min) d'un régulateur de débit massique.

Le lundi matin (9/7/2018), il a été constaté que les bouteilles d'air du réseau de distribution étaient vides. Les tubes à perméation n'étaient donc plus sous balayage d'air.

4.2.2 Coupure électrique entre le 6/8/2018 à 18h et le 7/8/2018 au matin

Les appareils utilisés en routine ont été coupés sans pouvoir être rallumés automatiquement au retour du courant :

- Balance à suspension électromagnétique Mettler servant aux étalonnages des mélanges gazeux de NO₂,
- Spectromètre NIST de référence pour les mesures d'ozone,
- Détecteur FID du chromatographe en phase gazeuse préconcentration (banc d'étalonnage des mélanges gazeux de BTEX),
- Arrêt de la régulation de température du bain thermostaté de la balance à suspension électromagnétique en acier inoxydable,
- Redémarrage de l'ordinateur de la balance à suspension électromagnétique avec perte des données en cours d'acquisition depuis 1 semaine,
- Importantes difficultés à faire fonctionner la balance à suspension électromagnétique en mode mesures.

4.2.3 Coupure électrique du 24/9/2018

Cette coupure n'a pas engendré de problèmes particuliers.

4.3 Dysfonctionnements des bancs du LCSQA/LNE

4.3.1 Spectromètre de référence du NIST

Un problème de dialogue entre le software du spectromètre de référence NIST et le logiciel Excel empêche un fonctionnement normal : de ce fait, le spectromètre ne peut pas contrôler les consignes en ozone des générateurs à étalonner.

Le changement des consignes en ozone doit donc être effectué manuellement.

Le problème n'est pas résolu à ce jour.

4.3.2 Automatisation des étalonnages

En 2018, il a été rencontré certains problèmes non résolus à ce jour au niveau du logiciel qui pilote l'automatisation des étalonnages :

- Perte du fichier de configuration sur les étalonnages NO et SO₂, ce qui implique que le fichier soit systématiquement copié.
- Fonctionnement en manuel sur les étalonnages CO (48i), car le programme d'automatisation n'est pas totalement à jour pour pouvoir interfacer l'analyseur de CO modèle 48i.

4.3.3 Comparateur de masses

Le comparateur de masse AX32004 utilisé pour la préparation des matériaux de référence gazeux est tombé en panne à deux reprises cette année.

- Panne de juin 2018

Une carte électronique du comparateur a grillé. Le comparateur a été indisponible pendant une période de deux mois avant l'intervention de la société Mettler Suisse.

La carte électronique a été changée ainsi qu'un moteur.

Le comparateur a été remis en service en juillet 2018.

- Panne de novembre 2018

Un nouveau problème sur un moteur du comparateur et un contacteur ont engendré une indisponibilité de 2 mois.

Le moteur a été changé en janvier 2019 et le comparateur remis en service.



direction et secrétariat du LCSQA

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