

Note méthodologique de validation des compteurs de noyaux de condensation PALAS UF-CPC

Février 2021

1. Contexte

Pour assurer la surveillance en nombre des particules, AtmoSud a fait le choix de s'équiper d'une nouvelle technologie de mesure : le compteur de noyaux de condensation ENVI-CPC de la société PALAS. Sa conception respecte les spécifications techniques éditées par le groupe de travail européen CEN-TC264 WG 32 : CEN/TS 16976. L'ENVI-CPC est un compteur de particules qui assure le suivi en temps réel et en continu des particules de diamètre compris entre 7 nanomètres et 2.5 micromètres. Quatre ENVI-CPC sont ainsi venus compléter les moyens à disposition. Cette surveillance sera mise en œuvre au cours de l'année 2021 dans les territoires impactés par les activités industrielles et dans deux grandes métropoles de la région Aix-Marseille et Nice.

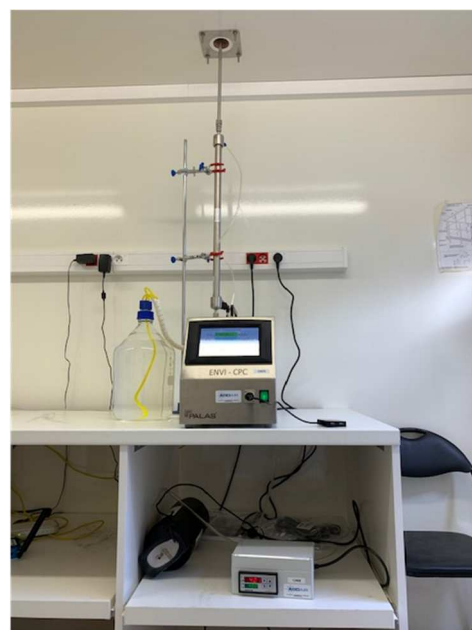


Afin de maîtriser la qualité des mesures produites par les ENVI-CPC fabriqués par PALAS, AtmoSud a procédé à un contrôle à réception pour chacun des 4 appareils.

Dans ce cadre, différents essais ont été réalisés sur les ENVI-CPC100 n°12467, n°12468, n°12469 et n°12470 entre juin 2020 et janvier 2021.

Le contrôle à réception s'est fait en deux temps :

- Les essais initiaux
- Les inter-comparaisons



2. Essais initiaux

Etapes	Constats	Actions	Photos
<p>Inter-comparaison entre les 4 ENVI-CPC en prélèvement extérieur.</p>	<p>Ecart de mesure sur le débit avec impacteur PM2.5 dû à une perte de charge non supportée. Problème de référence du joint saturateur.</p>	<p>Remplacement du joint saturateur par le constructeur.</p> <p>Mise en place d'un nouveau test de fuite prenant en compte la perte de charge engendrée par l'impacteur PM2.5 afin d'être au plus proche des conditions de mesure → problème résolu.</p>	
<p>Inter-comparaison en air intérieur de 2 appareils après raccordement de la mesure.</p>	<p>Dérive progressive de la mesure dans le temps due à une baisse du débit engendrée par un encrassement interne.</p> <p>Source identifiée : les nouveaux filtres poussière.</p>	<p>Remplacement des filtres poussière par les anciens modèles plus efficaces => débits et mesures stables dans le temps suite à ce remplacement.</p> <p>Fin des problèmes :</p> <ul style="list-style-type: none"> - de forçage de la pompe de succion - et de chute du débit. 	 <p>ancien modèle à utiliser</p> <p>Filtre NC</p>
<p>Exploitation des erreurs constatées entre l'ENVI-CPC dit de « référence » évalué par le TROPOS¹ et les ENVI-CPC d'AtmoSud</p>	<p>Décalage de l'ENVI-CPC n° 12468 de + 10 % par rapport au « TROPOS »</p> <p>RAS pour les ENVI-CPC n°12467 - 12469 - 12470</p>	<p>Réglage de l'ENVI-CPC n° 12468.</p> <p>/</p>	 <p>ENVI-CPC, ENVI-CPC 100, 0.9 l/min, 35/18.7°C, 1.2/- mm, butanol</p> <p>file: Latex0.25-17log.TXT length: 275.0 µm min size: 0.1 µm height: 40.0 µm max size: 18.0 µm width: 275.0 µm DAC: 2.325 V sensor flow: 0.900 l/min measuring location: 0 particle velocity: 17.50 m/s PM sensor: no dilution: 1.000 t min: 1.0 µs</p> <p>density: 1000.00 kg/m³ form factor: 1.00 distortion calibration factor: 1.00</p>
<p>Inter-comparaison en air extérieur avec un ENVI-CPC raccordé au TROPOS prêté par le constructeur sur une seule canne DSI² sans impacteur PM2.5</p>	<p>L'écart entre les différents appareils est constant. Aucune dérive constatée dans le temps.</p>	<p>Validation métrologique puis déploiement des appareils sur site de mesure</p>	 <p>Canne de prélèvement</p> <p>DSI</p> <p>Filtre Centre Fibra Nafion</p> <p>Envi CPC</p> <p>Catalyser</p> <p>Temperature temp. Catalyser: 400°C</p>

¹ TROPOS : Leibniz Institute for Tropospheric Research (Leipzig – GERMANY). Cet institut héberge le WCCAP (World Calibration Centre For Aerosol Physics).

² DSI : Sécheur par membrane Nafion

► Conclusions des essais initiaux

La phase de réception des 4 ENVI-CPC a révélé des points à améliorer avant leur déploiement sur les sites de mesure, notamment :

- La définition et la mise en œuvre d'un nouveau test de fuite adéquat,
- La nécessité de maîtriser parfaitement le débit de prélèvement.

3. Inter-comparaisons

a) Méthode

En l'absence d'étalons en nombre/cm³, AtmoSud a défini une méthode de contrôle à réception des compteurs de particules. Cette méthode a été mise en œuvre lors d'une campagne inter-laboratoire (CIL) réalisée fin 2020 entre les 4 ENVI-CPC et 1 ENVI-CPC de « référence » évalué par le TROPOS.

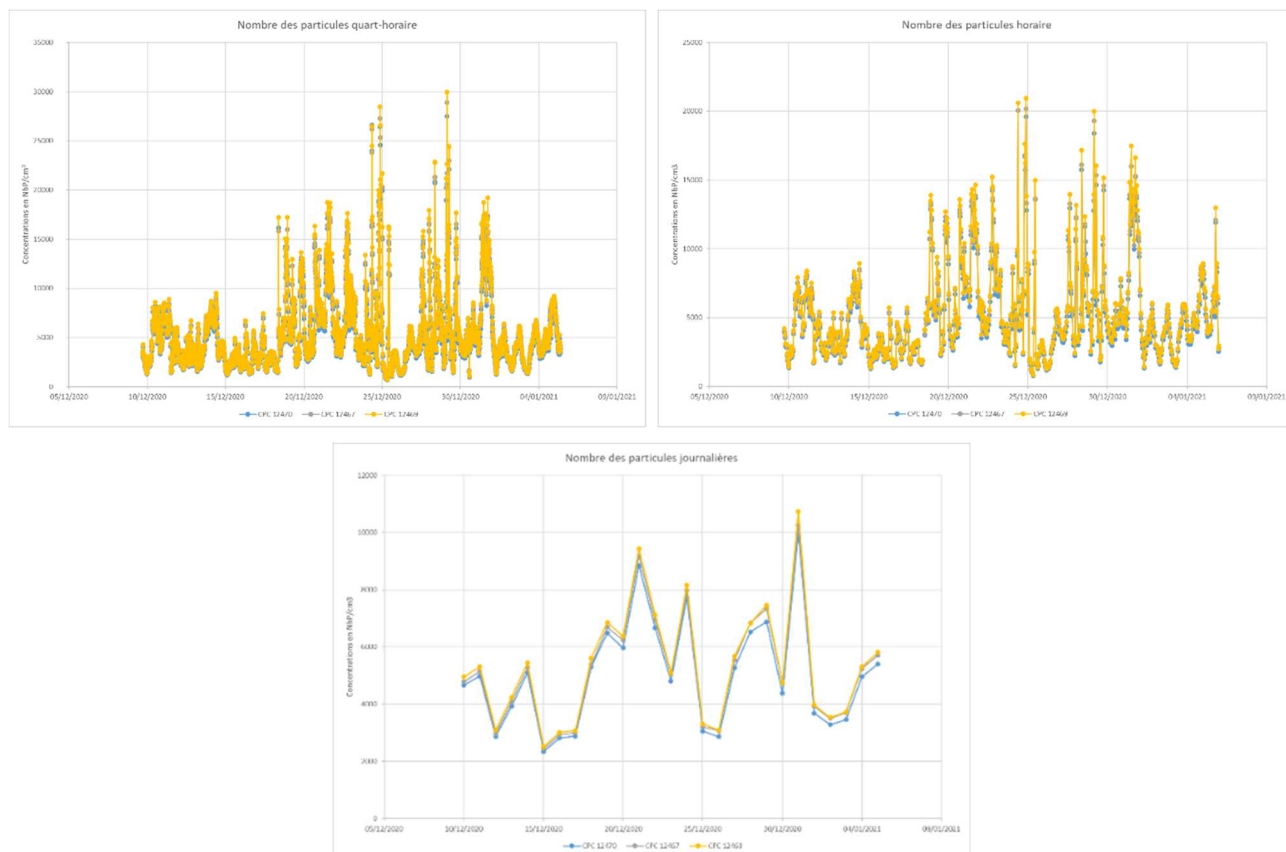
L'ENVI-CPC « TROPOS » est utilisé pour vérifier l'exactitude des mesures et corriger les autres CPC le cas échéant.

Cette phase d'inter-comparaison, qui porte sur le nombre de particules par cm³, a nécessité la mise en œuvre d'au moins deux ENVI-CPC en parallèle pour une durée de prélèvement de 7 jours sur le site de Martigues/Notre-Dame. Les compteurs sont connectés à une station d'acquisition pour une exploitation des mesures par le logiciel XR.

A la fin de la durée de prélèvement, les jeux de données sont traités pour évaluer la performance des ENVI-CPC.

b) Plage de mesures

Les graphiques ci-dessous précisent le nombre des particules durant la période de CIL au pas de temps quart-horaire, horaire et journalier.



c) Estimateurs

Les estimateurs (ou indicateurs de performance) présentés sont utilisés pour les données quart-horaires, horaires et journalières.

L'évaluation des ENVI CPC est faite sur les trois pas de temps.

- La performance des ENVI CPC est évaluée à partir de :
 - la reproductibilité et du score z sur les pas de temps journaliers, horaires et quart-horaires,
 - le coefficient de variation.

d) Résultats des inter-comparisons

Reproductibilité

► Méthode

Une recherche et une élimination des valeurs aberrantes par le test de Grubbs précèdent l'évaluation de la reproductibilité dans le cas où au moins trois ENVI CPC sont mis en œuvre.

$$\Delta X_{f,i} = X_{f,A,i} - X_{f,B,i}$$

$\Delta X_{f,i}$ est la i^{e} différence d'un mesurage parallèle en NbP/cm³

$X_{f,1,i}$ est le i^{e} résultat de mesurage du Envi CPC A en NbP/cm³

$X_{f,2,i}$ est le i^{e} résultat de mesurage du Envi CPC B en NbP/cm³

$$S = \frac{\left(\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \Delta X_{f=i}^2}{2n}} \right)}{C_f} \times 100$$

S est l'écart-type de reproductibilité de concentration ou de nombre dans les conditions de l'essai en %

n est le nombre de mesurages parallèles

C_f est la moyenne en nombre dans les conditions de la CIL en NbP/cm³

En l'absence d'une exigence sur l'incertitude de mesure sur le comptage du nombre de particules et sur les critères de performance des équipements, AtmoSud fixe une limite de reproductibilité cible de 25 %. En l'absence de référence sur le comptage du nombre de particules, l'incertitude de mesure considérée est voisine de la reproductibilité entre équipements.

Si on considère une limite de reproductibilité (ISO 5725-6) entre deux résultats de mesure :

$$2\sqrt{2}S_R \leq 25 \%$$

Le critère attendu sur la reproductibilité est donc : $S_R \leq 9 \%$

► Résultats

Les résultats ci-dessous sont extraits de la CIL réalisée entre le 09/12/2020 au 12/01/2021 :

Paramètre étudié	Reproductibilité en %
Reproductibilité Données quart-horaires	Entre 3 % et 6 %
Reproductibilité Données horaires	Entre 1 % et 8 %
Reproductibilité Données journalières	Entre 2 % et 5 %

► Conclusion

Le critère de validation sur la reproductibilité est respecté pour les 4 Envi-CPC sur les 3 pas de temps étudiés.

Score z

► Méthode

Le score z (NF ISO 13528) permet également de valider la performance des ENVI CPC par rapport à une valeur assignée et un écart-type défini.

Une recherche et une élimination des valeurs aberrantes par le test de Grubbs précèdent le calcul des scores z dans le cas où au moins trois ENVI CPC sont mis en œuvre.

$$z = \frac{(x - X)}{\sigma}$$

x Valeur Envi CPC

X Valeur assignée. La valeur moyenne des ENVI CPC (hors TROPOS) est considérée pour les données.

σ Écart-type pour l'évaluation de l'aptitude calculé à partir de l'objectif d'incertitude

En l'absence d'exigence d'incertitude sur le comptage du nombre de particules, AtmoSud utilise celle imposée pour le prélèvement de PM sur les concentrations massiques. L'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude repose donc sur l'objectif d'incertitude de 25 % (Directive 2008/50/CE du Parlement Européen et du Conseil du 21/05/2008 et norme NF EN 16450).

Interprétation des scores :

- $|z| \leq 2,0$ acceptable
- $2,0 < |z| \leq 3,0$ discutable
- $|z| > 3,0$ inacceptable

Un score « acceptable » est attendu pour la validation des ENVI CPC en données journalières ainsi que pour l'évaluation de la performance sur les données horaires et quart-horaires.

► Résultats

Données journalières	Données horaires	Données quart-horaires
$-0,6 \leq \text{Score } z \leq 0,5$	$-0,7 \leq \text{Score } z \leq 0,7$	$-1,5 \leq \text{Score } z \leq 1,6$

► Conclusion

Le critère de validation sur les scores z est respecté pour les 4 Envi-CPC sur les 3 pas de temps étudiés.

Coefficient de variation

► Méthode

Le coefficient de variation est utilisé comme indicateur de performance.

Cet estimateur permet de visualiser la dispersion des résultats sur tout le domaine de l'essai.

Une recherche et une élimination des valeurs aberrantes par le test de Grubbs précèdent le calcul des coefficients de variation (CV%) dans le cas où au moins trois ENVI CPC sont mis en œuvre.

$$CV\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum(V_{CPC} - \overline{V_{CPC}})^2}{n}}}{\overline{V_{CPC}}}$$

V_{CPC} Valeur en nombre/cm³ Envi CPC

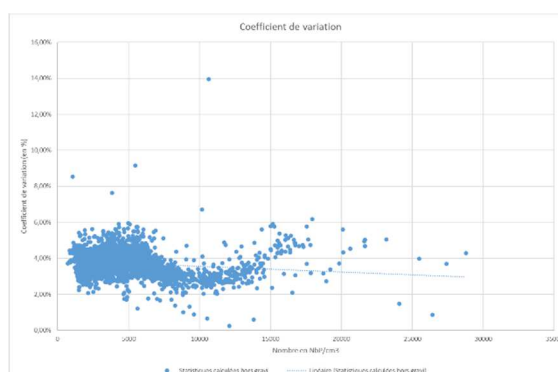
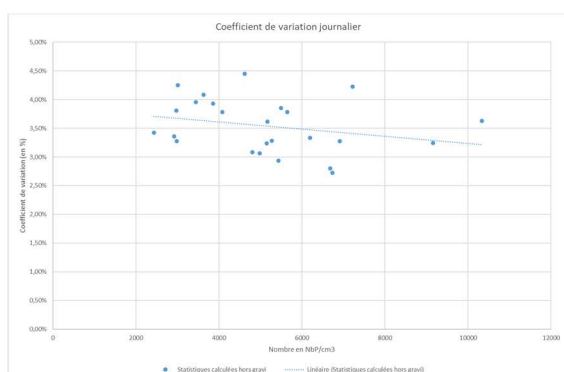
$\overline{V_{CPC}}$ moyenne des valeurs Envi CPC

n nombre d'Envi CPC

Le critère de performance attendu sur le coefficient de variation CV% est de 8 % au 90^{ème} percentile sur les 3 pas de temps exploités. Ce critère est fixé empiriquement par AtmoSud à partir de ses différents essais sur les compteurs de particules ultra fines et sur les FIDAS.

► Résultats

Les résultats ci-dessous sont extraits de la CIL réalisée entre le 09/12/2020 et le 12/01/2021.



Données journalières	Données horaires	Données quart - horaires
5 %	6 %	7,9 % au 90 ^{ème} centile

► Conclusion

Le critère de performance sur le coefficient de variation est respecté pour les 4 Envi-CPC sur les 3 pas de temps étudiés.

4. Synthèse

La mise en œuvre des contrôles à réception systématiques de ses ENVI-CPC neufs par AtmoSud permet de maintenir un niveau de confiance élevé dans la fiabilité des mesures produites par ces équipements et ceci malgré l'absence d'un étalon adapté.

Ces validations peuvent être également mises en œuvre dans le cadre d'une évaluation périodique ou ponctuelle en complément d'une comparaison avec un ENVI-CPC validé par le TROPOS.

Cette méthode est également déployée pour d'autres types d'équipements. La validation des FIDAS par exemple repose par exemple sur la même méthode, avec les mêmes critères mais uniquement sur les données journalières.

La validation à réception mise en œuvre par AtmoSud pour ses ENVI CPC permet :

- . de maintenir un niveau de confiance élevé dans les mesures produites par ces équipements en l'absence d'étalons de référence adaptés en Nombre/cm³**
- . d'optimiser les méthodes de mise en œuvre et de suivi pour ce type de matériels sans cadre d'évaluation périodique national actuel.**