



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Métrieologie - Assurance Qualité

Mise au point d'un système de dopage PM

Décembre 2008

Programme 2008

I. FRABOULET, C. FROMENT, O. LE BIHAN





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'École 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, sous la coordination technique de l'ADEME et 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 le Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement durable et de la Mer 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.



Mise au point d'un système de dopage PM

Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

Thème : Métrologie - Assurance Qualité

Programme financé par le
Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement durable et de la Mer
(MEEDDM)

2008

I. FRABOULET, C. FROMENT, O. LE BIHAN

Ce document comporte 24 pages (hors couverture et annexes)

	Rédaction	Vérification	Approbation	
NOM	I. FRABOULET O. LE BIHAN	J. POULLEAU	M. RAMEL	D. GOMBERT
Qualité	Ingénieurs Direction des risques Chroniques	Responsable de l'unité EMIS Direction des risques Chroniques	Responsable LCSQA/INERIS Direction des risques Chroniques	Responsable du pôle CARA Direction des risques Chroniques
Visa				

TABLE DES MATIÈRES

RESUME	9
REMERCIEMENTS	10
1. INTRODUCTION	11
2. RAPPEL DES OBJECTIFS ET DES TRAVAUX REALISES EN 2007	12
2.1 Objectifs initiaux	12
2.2 Avancement à l'issue de l'exercice 2007.....	12
2.2.1 Etape 1 : représentativité.....	12
2.2.2 Etape 2 : identification des points de fonctionnement du générateur	13
2.2.3 Etape 3 : mise au point de la dilution	13
2.3 Objectifs de l'exercice 2008	13
3. RESULTATS DES TRAVAUX 2008	14
3.1 Etape n°4 : nouveau concept de dilution	14
3.2 Etape n°5 : mise au point du système de distribution.....	16
3.3 test échelle 1	19
3.3.1 Préparation de l'exercice	19
3.3.2 Mise en œuvre.....	19
3.3.3 Résultats obtenus.....	20
4. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	23
5. LISTE DES ANNEXES	24

TABLE DES FIGURES

Figure 1 : Positionnement respectif du générateur de particules, et du ventilateur.....	15
Figure 2 : Schéma descriptif du montage réalisé avec le système de dilution et de distribution de l'aérosol conçu à l'INERIS	15
Figure 3 : Dispositif de distribution, sur le toit de la station mobile INERIS (vue n°1).....	16
Figure 4 : Dispositif de distribution, sur le toit de la station mobile INERIS (vue n°2).....	17
Figure 5 : Exemple de suivi temporel obtenu lors des essais sur la station mobile.....	18
Figure 6 : Evolution temporelle de la fraction volatile et de la concentration totale moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) mesurées par 2 TEOM/FDMS.....	18
Figure 7 : Système de génération de la matrice	19
Figure 8 : Système de distribution de la matrice.....	20
Figure 9 : Exemple de suivi temporel lors des essais d'intercomparaison monopolluant PM10	21
Figure 10 : Suivi temporel moyen pour les 6 TEOM dopés,	21
Figure 11 : Gamme de concentration moyenne considérée lors de l'exercice, lors de la production d'une matrice ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	22

RESUME

L'objectif de cette étude est de mettre au point, à l'image de ce qui existe pour les gaz, un système de dopage d'une matrice « air » qui soit spécifique aux particules et qui permette d'étendre les composés testés lors des exercices d'intercomparaison.

Le système de dopage proposé repose sur la mise en œuvre d'un générateur de particules carbonées émises lors de la combustion de propane. Ce type de génération permet d'obtenir un aérosol représentatif de celui rencontré en mesurages réels et de disposer d'interférents comme l'humidité relative. Il pourrait également présenter une fraction volatile.

L'année 2007 a permis de valider l'adéquation de ce type de génération avec les objectifs de l'étude en termes de caractéristiques de l'aérosol généré, sous réserve d'une dilution préalable de l'aérosol. Les résultats obtenus lors de cette étape ont par ailleurs mis en évidence l'impossibilité de diluer l'aérosol par les systèmes couramment utilisés pour la dilution d'effluents gazeux et particuliers lors de mesurages réalisés à l'émission de sources fixes.

L'année 2008 a donc été consacrée à la conception et à la validation d'un système de distribution et de dilution de l'aérosol permettant la mise en œuvre de six TEOM en parallèle. Cet outil a été testé en septembre 2008, lors d'essais d'intercomparaisons de moyens mobiles.

L'ensemble de ces travaux a permis de montrer avec ce prototype :

- le caractère opérationnel de la production de PM10 et PM2,5 (objectif 1),
- la possibilité de la génération de PM10 à des concentrations comprises entre 15 et 150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (objectif 2),
- l'existence d'une fraction semi-volatile de quelques microgrammes, mise en évidence lors des essais avec des TEOM-FDMS,
- le caractère opérationnel de l'alimentation de 6 TEOM, et ce durant plusieurs semaines.

Il est ainsi désormais tout à fait envisageable d'intégrer dans le schéma QA/QC français, des exercices inter laboratoires mettant en œuvre le dopage de l'air ambiant en PM.

Des améliorations sont cependant encore nécessaires sur le système de dilution et de distribution. Ces améliorations concernent notamment la durée de vie et la facilité de mise en œuvre du système (ventilation, mode de connexion source / répartiteur, fragilité et volume des cylindres d'exposition des têtes PM10, etc.)

Il paraît également important de fournir une matrice caractérisée par des niveaux de concentration répétables. La détermination de points de fonctionnement ne permet pas à ce jour de garantir l'obtention de niveaux de concentration prédéfinis. Une réflexion sera menée sur ce point avec le partenaire industriel LNI Schmidlin SA. Si nécessaire, le recours à des sources alternatives d'émission de PM sera envisagé.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient la société LNI Schmidlin SA pour sa collaboration, ainsi que l'ensemble des personnes et des AASQA, et notamment AtmoPicardie, impliqué dans l'intercomparaison PM10 de Creil (automne 2008).

1. INTRODUCTION

L'objectif de cette étude est de mettre au point, à l'image de ce qui existe pour les intercomparaisons sur les gaz, un système de dopage de la matrice « air » qui soit spécifique aux particules.

Un tel système doit permettre au Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air (LCSQA) d'organiser des exercices d'intercomparaison afin d'estimer les incertitudes associées aux mesurages des concentrations de PM par les systèmes TEOM et jauge β . Le système de dopage proposé repose sur la mise en œuvre d'un générateur de particules carbonées émises lors de la combustion de propane.

Les contraintes associées à la problématique des particules sont multiples. Il s'agit :

- de générer un aérosol représentatif de celui rencontré en station de mesurage,
- de distribuer de manière homogène cet aérosol à plusieurs instruments de mesurage fonctionnant en parallèle afin qu'ils soient exposés à la même matrice,
- de fournir un débit d'aérosol suffisant au fonctionnement de ces appareils.

La prise en compte de ces contraintes a imposé la réalisation d'un certain nombre d'essais préliminaires permettant de caractériser l'aérosol émis par le générateur, et de valider le système de conditionnement et de distribution de l'aérosol au regard des objectifs de concentration massique de PM, d'humidité et de débit de l'aérosol fourni aux instruments de mesurage.

L'année 2007¹ a été consacrée à valider l'adéquation de ce type de génération avec les objectifs de l'étude en terme de caractéristiques de l'aérosol généré. Un impacteur électrique basse pression (ELPI) et un TEOM-50°C ont été mis en œuvre à cet effet. Les niveaux de concentration massique mesurés par le TEOM-50°C se sont avérés compatibles avec ceux recherchés. En revanche, en raison de l'encrassement progressif des systèmes de dilution utilisés, une instabilité des concentrations mesurées par le TEOM-50°C a été observée.

L'année 2008 a vu la conception et la validation d'un système de distribution et de dilution de l'aérosol permettant la mise en œuvre de six TEOM en parallèle. Cet outil a été mis en œuvre en septembre 2008, lors d'essais d'intercomparaison de moyens mobiles².

Ce rapport présente les essais réalisés et les résultats obtenus lors de la conception et de la validation du système de conditionnement de l'aérosol. Une attention particulière est portée sur les contraintes et les résultats obtenus en matière de représentativité de la matrice, ainsi qu'en matière d'équivalence des échantillons fournis à chaque analyseur participant.

¹ Rapport DRC-07-85114-17680A, Mise au point d'un système de dopage PM, Décembre 2007, Travaux LCSQA 2007

² Rapport DRC-08-94271-15197A, Intercomparaisons des stations de mesures, Travaux LCSQA 2008, Thème 1, Etude N°6

2. RAPPEL DES OBJECTIFS ET DES TRAVAUX REALISES EN 2007

Nous rappelons dans ce chapitre les objectifs initiaux et généraux de cette étude, les résultats obtenus à l'issue de l'année 2007, et enfin les objectifs assignés à l'exercice 2008.

2.1 OBJECTIFS INITIAUX

Trois objectifs principaux ont été fixés :

- Générer un aérosol comportant des PM 2.5 et PM 10,
- Doper l'air ambiant afin d'obtenir des concentrations en particules comprises entre 50 et 150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$,
- Alimenter en air dopé et de manière homogène 2 à 12 TEOM fonctionnant en parallèle ; afin de réaliser des exercices d'intercomparaison.

La génération d'un aérosol présentant une fraction volatile non négligeable a été définie comme un objectif complémentaire. La génération d'un tel aérosol présenterait l'intérêt de permettre la réalisation d'intercomparaisons de TEOM équipés de modules FDMS ou de jauge β avec modules RST permettant le mesurage de la fraction volatile.

2.2 AVANCEMENT A L'ISSUE DE L'EXERCICE 2007

L'exercice 2007 a permis de passer trois étapes essentielles :

- l'identification et l'accès à un prototype de génération fournissant un aérosol représentatif,
- l'identification d'un certain nombre de points de fonctionnement de ce générateur,
- et enfin la réalisation d'un travail préliminaire sur la dilution des effluents.

2.2.1 ÉTAPE 1 : REPRESENTATIVITE

Un système de génération de particules carbonées émises par la combustion du propane a été sélectionné. L'intérêt de ce système est de générer un aérosol représentatif de ce qui est rencontré dans l'air ambiant notamment dans de l'air ambiant de type urbain en termes de type de particules et de présence d'interférents tel que l'humidité et de composés semi volatils.

Le générateur sélectionné a été conçu et développé par la société LNI Schmidlin SA. Les essais relatifs à l'adéquation du générateur avec les objectifs de l'étude ont également été réalisés en partenariat avec cette même société.

2.2.2 ÉTAPE 2 : IDENTIFICATION DES POINTS DE FONCTIONNEMENT DU GÉNÉRATEUR

L'étape consistant à caractériser un certain nombre de points de fonctionnement du générateur a montré :

- Le caractère humide de l'aérosol en sortie du générateur, ce qui a empêché la réalisation de mesurages avec le TEOM 50°C.
- des concentrations massiques estimées par l'ELPI pouvant dépasser 10 mg/m³,
- la nécessité de refroidir l'aérosol avant de réaliser un mesurage avec un TEOM.

Une étape de conditionnement de l'aérosol généré, comprenant une dilution de l'aérosol, a donc été jugée nécessaire pour atteindre les objectifs de l'étude en termes de concentration, d'humidité et de température de l'aérosol. Ainsi, dans une seconde série d'essais, des diluteurs commerciaux ont été intégrés au système de génération.

2.2.3 ÉTAPE 3 : MISE AU POINT DE LA DILUTION

L'introduction de diluteurs commerciaux en amont des appareils de mesure a permis d'obtenir une matrice présentant les caractéristiques suivantes :

- une granulométrie en nombre centrée sur 0,1-0,2 µm,
- une gamme de concentration compatible avec des niveaux de concentrations compris entre 0 et 150 µg/m³ tels que ceux mesurés par un TEOM ou une jauge β caractérisant de l'air ambiant.

Cependant, ces niveaux de concentration présentaient une grande variabilité des résultats lors d'essais réalisés dans les mêmes configurations de fonctionnement du générateur et de dilution de l'effluent. Ce manque de répétabilité des concentrations est lié à un encrassement progressif des diluteurs au cours des essais.

La conception d'un système de conditionnement de l'aérosol susceptible de ne pas subir un encrassement a donc été programmée pour l'année 2008.

2.3 OBJECTIFS DE L'EXERCICE 2008

A l'issue de la première année de travail, les objectifs suivants ont été énoncés :

- développer un système de dilution basé sur un concept spécifique, afin de vaincre l'obstacle de l'encrassement des systèmes disponibles sur le marché,
- développer un système de distribution de cet aérosol capable de fournir aux systèmes de mesure une matrice équivalente,
- obtenir un débit d'aérosol à même d'alimenter 4 à 5 analyseurs de type PM,
- disposer d'au moins 3 points de fonctionnement permettant de générer 3 niveaux de concentration entre 20 et 120 µg/m³,

- disposer d'un prototype pouvant être déplacé sur le terrain,
- profiter de l'exercice inter laboratoire monopolluant PM10 du programme² « intercomparaison » pour tester le prototype dans les conditions réelles d'un tel exercice.

3. RESULTATS DES TRAVAUX 2008

3.1 ETAPE N°4 : NOUVEAU CONCEPT DE DILUTION

Les difficultés rencontrées lors de la mise en œuvre de systèmes de dilution conventionnels, nous ont amené à concevoir une nouvelle approche.

La technique de la dilution est généralement mise en œuvre lorsqu'il s'agit de caractériser des rejets de hautes concentrations. Dans ce contexte, il est essentiel de ne pas modifier les particules lors de la dilution et de minimiser les pertes dans le système de prélèvements pour conduire à des mesurages représentatifs.

Dans le cas présent, le cahier des charges ne pose pas comme priorité la conservation des propriétés de l'aérosol mais la fourniture d'une matrice équivalente à l'ensemble des participants d'un exercice d'intercomparaison. De ce fait, il n'est pas gênant que l'aérosol subisse des transformations dans le système de distribution ou qu'il y ait des pertes entre la source et les systèmes de mesurage.

Le générateur de particules met en œuvre une flamme, il est donc très délicat, voire inconcevable d'envisager le passage de la totalité de l'air nécessaire au fonctionnement de notre système. En effet, une surpression et/ou un débit élevé imposés au système sont difficilement compatibles avec le maintien de la flamme dans la version disponible du prototype.

L'idée d'une dilution placée entre la source et les instruments a en conséquence été maintenue. A ce stade de la réflexion, et afin de privilégier une idée simple, il a été décidé d'avoir recours à un ventilateur haut débit, et à placer la sortie du générateur dans sa zone d'aspiration (Figure 1). Un descriptif du montage est présenté dans la Figure 2.

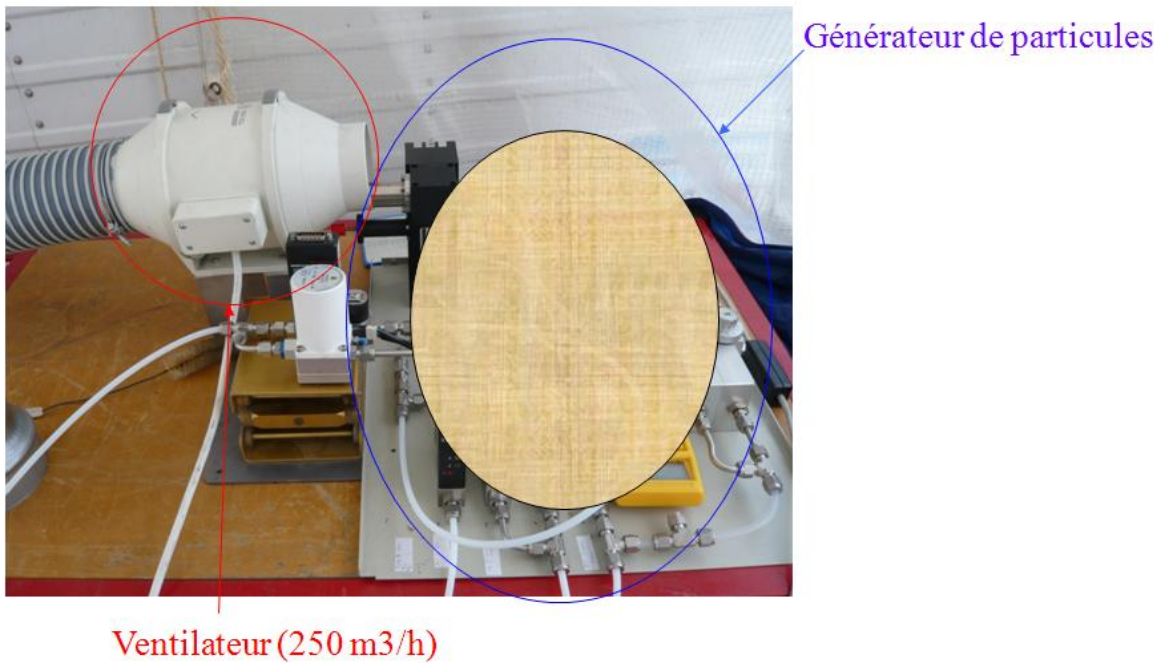


Figure 1 : Positionnement respectif du générateur de particules, et du ventilateur

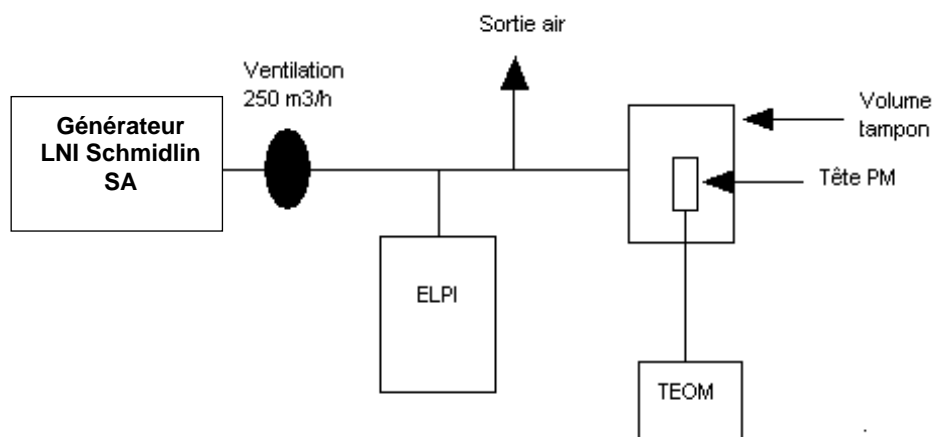


Figure 2 : Schéma descriptif du montage réalisé avec le système de dilution et de distribution de l'aérosol conçu à l'INERIS

Les résultats obtenus ont été probants :

- Le ventilateur sélectionné a permis de générer un débit supérieur aux besoins d'alimentation de plusieurs analyseurs PM₁₀,
- la dilution obtenue s'est révélée tout à fait pérenne (disparition des problèmes d'encrassement), permettant de concevoir des exercices sur plusieurs jours, à minima,
- la gamme de concentration obtenue s'étend du bruit de fond ambiant, à 150 µg/m³.

A ce stade du développement, le facteur limitant est devenu l'encrassement du générateur, apparaissant au bout de quelques heures. Son nettoyage a de fait été intégré dans la procédure d'essai.

3.2 ETAPE N°5 : MISE AU POINT DU SYSTEME DE DISTRIBUTION

En parallèle au développement d'un système de dilution spécifique, nous avons étudié la manière avec laquelle distribuer à un ensemble plus ou moins important d'instruments de mesurage un aérosol de mêmes caractéristiques.

Nous avons de ce fait recherché systématiquement un effet de symétrie dans le système de distribution de l'aérosol aux appareils de mesurage. Par souci de simplicité et d'économie, des produits disponibles sur le marché, tout particulièrement dans le domaine de l'aéraulique ont été utilisés.

Des essais ont été menés sur le site de l'INERIS, à l'aide d'une station de surveillance mobile (remorque).

Nous avons opté pour un répartiteur vertical à 4 voies, chacune d'entre-elles pouvant dans un second temps être dédoublée, portant de ce fait le total de sorties potentielles à 8 (Figure 3).

Après avoir utilisé des sacs en polyéthylène (Figure 3), des cylindres en plexiglas (Figures 3 et 4), à même d'accueillir une tête PM10, et le cas échéant d'inclure un impacteur PM2,5 ou PM1, ont été conçus.



Figure 3 : Dispositif de distribution, sur le toit de la station mobile INERIS (vue n°1)



Figure 4 : Dispositif de distribution, sur le toit de la station mobile INERIS (vue n°2).

Les premiers résultats obtenus par deux microbalances TEOM-FDMS fonctionnant en parallèle en aval du système de distribution sont présentés en Figure 5. Cette figure présente le suivi temporel des concentrations mesurées lors de deux périodes de dopage séparées par une période où le système distribuait de l'air ambiant non dopé. Ils montrent un très bon accord des concentrations mesurées par les deux appareils. La faisabilité de la participation à un exercice en conditions réelles a ainsi été démontrée.

Des essais préliminaires concernant le mesurage de la fraction volatile ont par ailleurs conduit à des valeurs comprises entre 2 et 12 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour une concentration totale respectivement comprise entre 80 et 130 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (Figure 6).

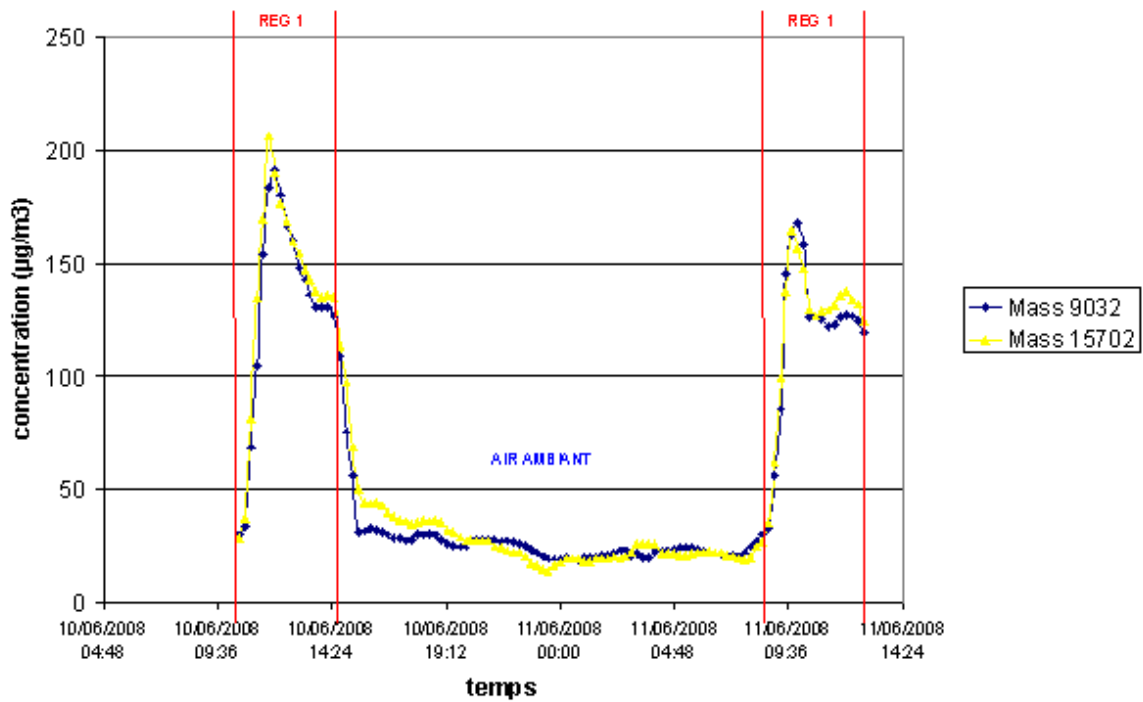


Figure 5 : Exemple de suivi temporel obtenu lors des essais sur la station mobile.

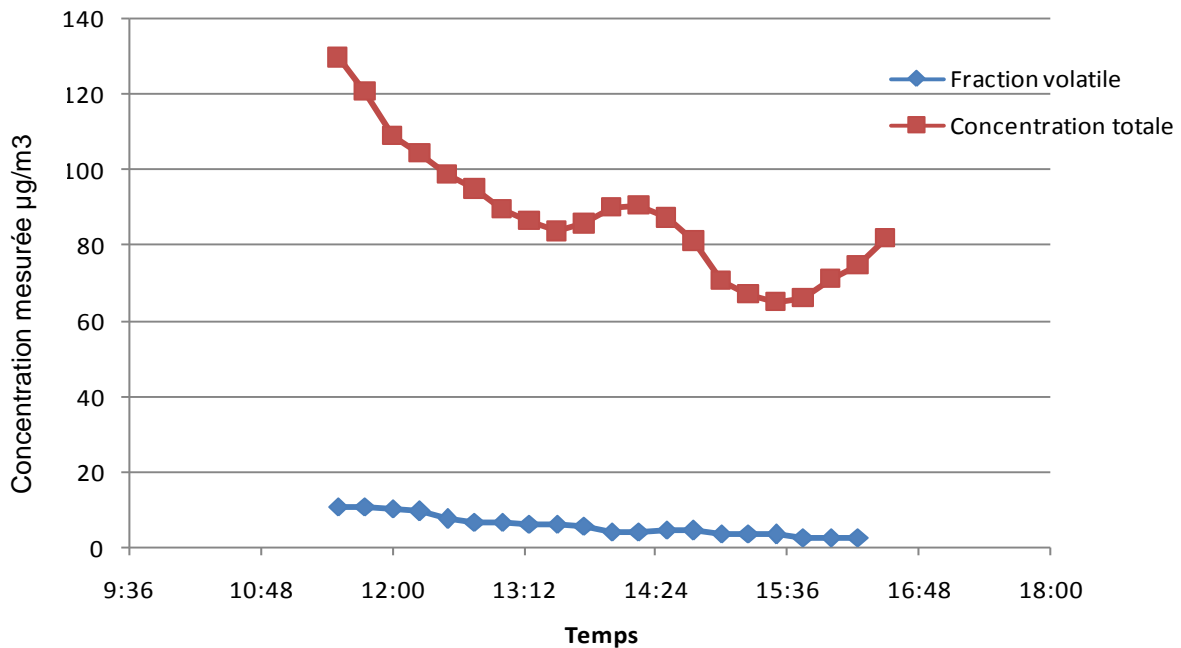


Figure 6 : Evolution temporelle de la fraction volatile et de la concentration totale moyenne ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) mesurées par 2 TEOM/FDMS

3.3 TEST ECHELLE 1

3.3.1 PREPARATION DE L'EXERCICE

Des essais menés en laboratoire courant avril 2008, puis en conditions réelles sur une station mobile (juillet 2008) ont permis de développer un système de dilution et de distribution. Au vu des résultats positifs obtenus suite à l'évaluation de ce système, il a été jugé possible de participer à l'exercice d'intercomparaison monopolluant PM10.

L'objectif initial de cette mise en œuvre était de tester ponctuellement la capacité du système à alimenter 4 appareils. Compte tenu du niveau d'avancement du développement du système de dopage, et en accord avec les organisateurs de l'exercice, les objectifs initiaux ont été révisés à la hausse :

- Initialement prévue sur quelques jours, la durée de mise œuvre a été prolongée à quatre semaines ;
- 6 appareils contre 4 prévus initialement ont finalement été alimentés en parallèle.

Le mode d'intégration du système de dopage a été étudié, certaines adaptations de la formule prévue initialement pour l'exercice inter laboratoire ont été nécessaires. Atmo Picardie a ainsi modifié des passages de toit afin de permettre l'installation de 6 systèmes de prélèvement au sein de la station, en plus de la partie « surveillance » elle-même.

3.3.2 MISE EN ŒUVRE

Les Figures 7 et 8 proposent une vue de la partie génération et distribution de la matrice.



Figure 7 : Système de génération de la matrice



Figure 8 : Système de distribution de la matrice

3.3.3 RESULTATS OBTENUS

La Figure 9 montre un exemple de suivi temporel obtenu lors de l'exercice. Chaque courbe correspond à la concentration mesurée par l'un des six TEOM-50°C PM10 fonctionnant en aval du système de dopage et par un TEOM-50°C PM10 permanent de la station AtmoPicardie de Creil. Trois périodes de dopage sont présentées ; elles sont séparées par des périodes de mesurage des concentrations dans l'air ambiant non dopé, ce dernier continuant à être distribué par le système. Le système de dopage a permis de mener des comparaisons dans une gamme de concentration allant du bruit de fond (environ $15 \mu\text{g}/\text{m}^3$) à plus de $120 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (Figure 9 et 11). Il est intéressant de noter qu'aucun plafond de concentration n'a été atteint, la valeur de $120 \mu\text{g}/\text{m}^3$ a été choisie comme concentration maximale afin d'étudier l'impact des hautes concentrations sur la maintenance des appareils. En effet, le dopage, au-delà de $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$, impacte de manière notable la fréquence de changement des filtres de microbalance.

La Figure 9 montre que lorsque les 6 TEOM-50°C sont alimentés, via le système de distribution, en air non dopé, ils sont en accord avec le TEOM-50°C PM10 fixe de la station de Creil. En revanche, lorsque les 6 TEOM-50°C sont alimentés en air dopé, on note une augmentation des concentrations jusqu'à $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Les concentrations massiques mesurées par les TEOM-50°C placés en aval du système de dopage sont cohérentes entre elles sur toute la gamme de concentration, ce qui montre une bonne homogénéité de la matrice distribuée aux appareils de mesure (voir Figure 10).

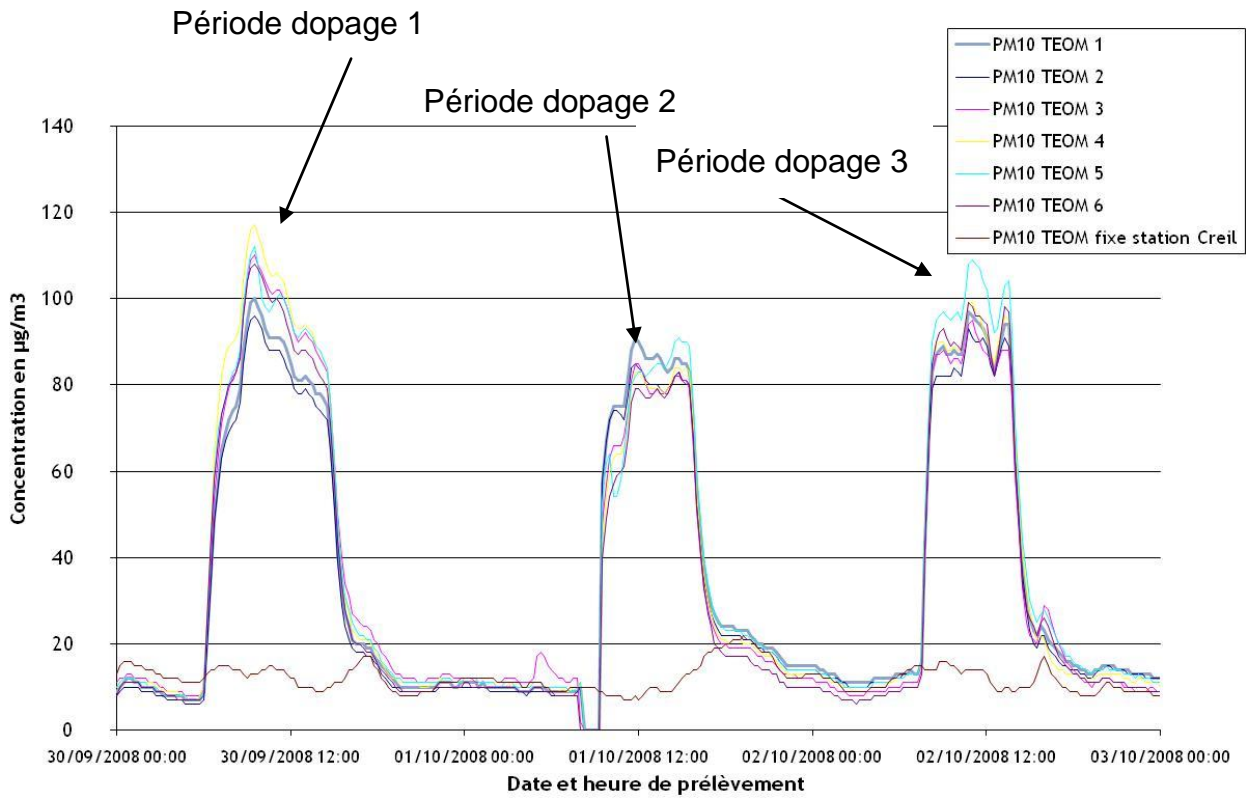


Figure 9 : Exemple de suivi temporel lors des essais d'intercomparaison monopolluant PM10

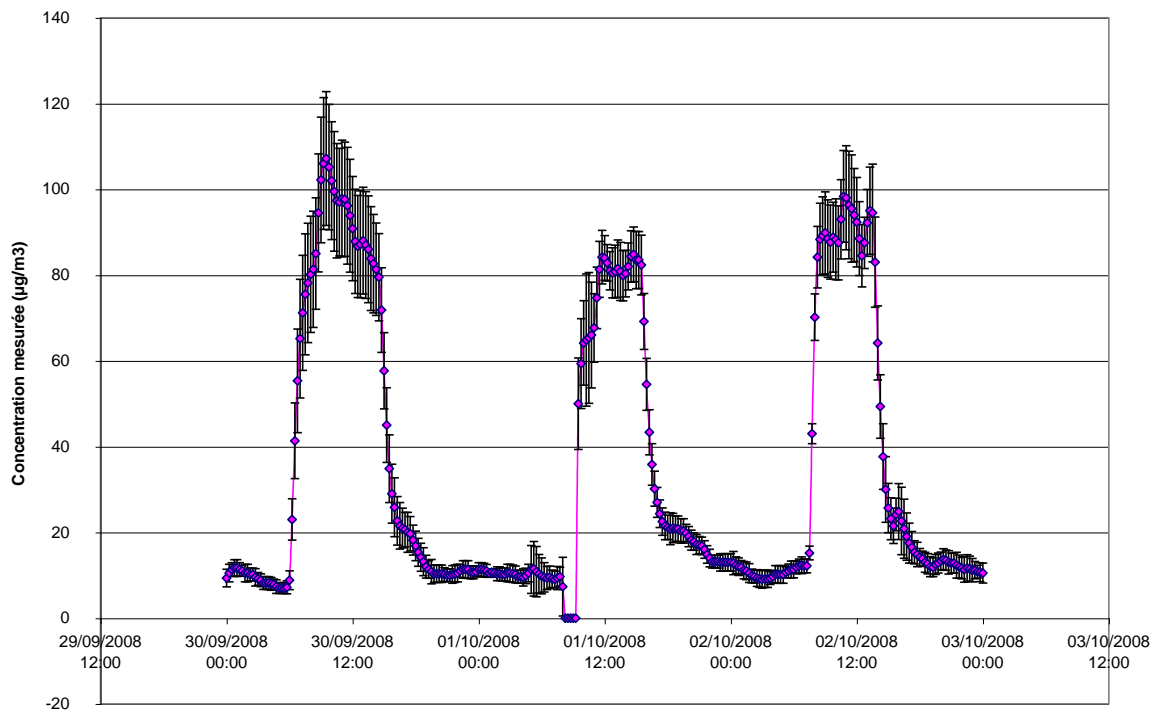


Figure 10 : Suivi temporel moyen pour les 6 TEOM dopés,
les barres d'erreurs correspondent \pm à deux fois l'écart type

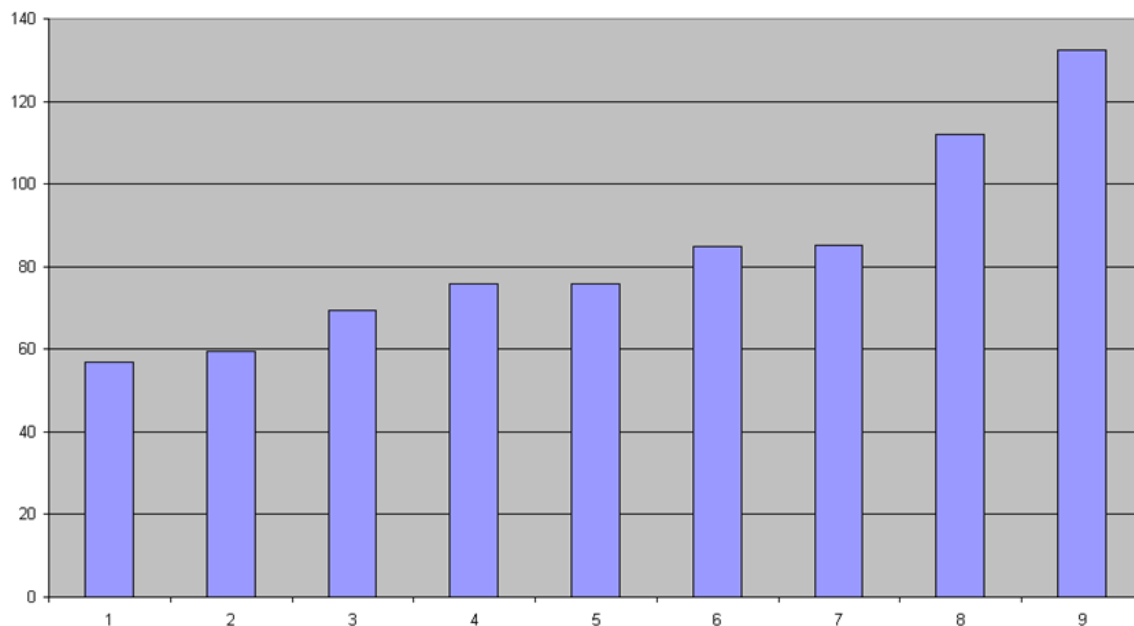


Figure 11 : Gamme de concentration moyenne considérée lors de l'exercice, lors de la production d'une matrice ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Les informations relatives à l'impact du système de génération et de distribution sur la dispersion des résultats de mesurage seront présentées dans le rapport dédié aux résultats des exercices d'intercomparaison des moyens de mesurage².

4. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'étude dédiée au développement d'un système de dopage a pour objectif de mettre à disposition un outil d'intercomparaison des moyens de mesurage des PM, au sein du LCSQA.

L'exercice 2007 a permis de disposer d'un dispositif de génération des PM par combustion, d'identifier des points de fonctionnement, et enfin de tester des systèmes de dilution commerciaux.

L'exercice 2008 a été consacré dans un premier temps à développer un système de dilution spécifique, puis un système de distribution. Ce système, pouvant être déplacé sur le terrain, devait permettre de fournir à 4 à 5 analyseurs type PM une matrice équivalente pour au moins trois niveaux de concentration entre 20 et 120 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Les résultats obtenus ont été très positifs et ont permis d'envisager la mise en œuvre de ce système durant la majeure partie de l'exercice d'intercomparaison monopolluant PM10 mené à l'automne 2008 à Creil (station AtmoPicardie).

L'ensemble de ces travaux a permis de montrer avec ce prototype :

- le caractère opérationnel de la production de PM10 et PM2,5 (objectif 1),
- la possibilité de la génération de PM10 à des concentrations comprises entre 15 et 150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (objectif 2),
- l'existence d'une fraction semi-volatile de quelques microgrammes, mise en évidence lors des essais avec des TEOM-FDMS,
- le caractère opérationnel de l'alimentation de 6 TEOM, et ce durant plusieurs semaines.

Il est ainsi désormais tout à fait envisageable d'intégrer dans le schéma QA/QC français, des exercices inter laboratoires mettant en œuvre le dopage de l'air ambiant en PM.

Des améliorations sont cependant encore nécessaires sur le système de dilution et de distribution. Ces améliorations concernent notamment la durée de vie et la facilité de mise en œuvre du système (ventilation, mode de connexion source / répartiteur, fragilité et volume des cylindres d'exposition des têtes PM10, etc.)

Il paraît également important de fournir une matrice caractérisée par des niveaux de concentration répétables. La détermination de points de fonctionnement ne permet pas à ce jour de garantir l'obtention de niveaux de concentration prédéfinis. Une réflexion sera menée sur ce point avec le partenaire industriel LNI Schmidlin SA. Si nécessaire, le recours à des sources alternatives d'émission de PM sera envisagé.

Par ailleurs, il serait nécessaire en matière d'exploitation de l'outil de poursuivre le travail d'intégration au sein des différents types d'exercices inter laboratoires (multi participants et exercices 2 à 2).

La mise en œuvre de ce système pour la réalisation d'essais d'intercomparaison de moyens de mesurage des PM2,5 est également à considérer .

Il serait enfin nécessaire d'élargir les exercices à d'autres systèmes de mesurage : analyseurs de type Jauge Beta, de type gravimétrie, et enfin RST et FDMS (problématique des semi-volatils).

5. LISTE DES ANNEXES

Repère	Désignation	Nombre de pages
Annexe 1	Fiche LCSQA Dopage PM 2008	3

THEME 1 : METROLOGIE – ASSURANCE QUALITE

Etude n° 7 : mise au point d'un système de dopage PM

Responsable de l'étude : INERIS

Objectif

L'objectif de cette étude est de mettre au point un système de dopage spécifique aux particules pour :

- réaliser des intercomparaisons avec dopage permettant de garantir durant les exercices une gamme de concentrations étendue indispensable pour déterminer l'incertitude de mesure,
- réaliser des comparaisons de stations de surveillance 2 à 2, notamment sur les futures stations de référence des PM₁₀,
- prendre en compte la fraction volatile des particules.

Contexte et travaux antérieurs

La réglementation fixe des valeurs limites de concentration de polluants dans l'air ambiant en exigeant le respect de seuils d'incertitude maximale.

Pour estimer les incertitudes associées aux mesures, le LCSQA organise notamment des exercices d'intercomparaison reposant sur un dispositif de dopage de la matrice "air" en différents polluants gazeux. Ce dispositif a été conçu pour garantir une distribution en gaz de caractéristiques identiques à tous les participants (même temps de séjour des gaz) à partir d'une matrice d'air ambiant naturelle enrichie par dopage. Une telle matrice permet, tout en conservant la représentativité d'une matrice réelle (interférents, etc.), de balayer différents niveaux de concentrations pour déterminer une incertitude de mesure sur une plage de mesure étendue. En effet, l'intérêt de la comparaison peut se trouver limité si les concentrations dans l'air ambiant lors des exercices sont trop faibles et peu variables. Par ailleurs l'uniformité des caractéristiques de l'air ambiant sur le lieu de mesure peut ne pas être parfaite et induire des écarts de mesure entre laboratoires.

Actuellement, ce type d'outil n'existe pas pour les particules. Il est donc proposé de combler cette lacune.

Pour mémoire, lors des deux premiers exercices d'intercomparaison de groupe menés au niveau français (exercices LCSQA/ASPA de 2003 et 2005), les concentrations en PM₁₀ n'ont pas dépassé 40 µg/m³ et se sont situées en majorité au dessous de 20 µg/ m³. Ces exercices se sont donc déroulés nettement au dessous de la valeur limite 24h (50 µg/m³), ce qui restreint fortement leur intérêt à l'égard de l'exigence de la directive européenne en terme d'incertitude, ainsi qu'au niveau de la démonstration de compétence des participants.

Un tel outil offrirait également la possibilité d'avoir un outil de comparaison 2 à 2 pour les futures stations de référence TEOM 50°C – TEOM-FDMS, ou jauge Beta RST, qui doivent être progressivement opérationnel à partir de 2007. La présence d'une fraction semi-volatile dans la matrice ainsi générée constituerait un avantage considérable, en particulier afin d'assurer un suivi dans le temps du fonctionnement des FDMS.

Travaux réalisés en 2007 :

Nous avons identifié un générateur produisant des particules carbonées à partir d'une combustion de gaz. Le paramétrage de ce dispositif, étudié de manière approfondie par ailleurs, permet de disposer d'une très bonne répétabilité en matière de concentration en nombre, et de distribution en taille.

Ses apports potentiels pour les objectifs de cette étude sont :

- la représentativité de l'aérosol généré : produit de combustion (source classique dans le domaine de l'air ambiant)
- la présence potentielle de composés semi-volatils : intérêt pour les modules FDMS et RST
- la production de débits importants, ce qui permet d'envisager la connexion de plusieurs analyseurs PM.

Une collaboration a été mise en place avec la société LNI, qui propose ce générateur, pour adapter ce générateur aux besoins d'un exercice d'intercomparaison de type PM.

Une première série d'essais, à l'INERIS, au cours du premier semestre ont confirmé le potentiel de ce générateur modifié, pour l'alimentation des analyseurs PM.

Il reste à traiter les points suivants :

- identifier 1 à 2 points de fonctionnement précis du générateur
- identifier un diluteur à même de diminuer suffisamment la température, mais aussi l'humidité relative
- insérer dans le dispositif, un système de collecte des condensats
- insérer un système de coupure

Une seconde série d'essais sera menée au second semestre 2007. Elle aura pour objectif de prendre en compte les axes 1 à 3, pour générer en sortie une matrice d'environ 45 litres par minutes, à une concentration entre 20 et 80 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Travaux proposés pour 2008

L'objectif, pour la fin de l'année 2007, est de disposer d'un générateur à même de travailler autour d'un point de fonctionnement, à savoir une concentration inférieure à 80 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, pour un débit permettant d'alimenter deux TEOM.

Les objectifs, pour le premier semestre 2008, seront d'élargir le panel d'intervention, et d'acquérir une première base en matière de répétabilité et de fiabilité :

- obtenir un débit à même de faire fonctionner 4 à 5 analyseurs de type PM
- disposer d'au moins 3 niveaux de concentration entre 20 et 120 $\mu\text{g}/\text{m}^3$
- disposer d'un prototype pouvant être déplacé sur le terrain.

Si tel est le cas, une mise en œuvre sera réalisée en conditions réelles lors d'une action du programme LCSQA/INERIS "intercomparaison PM".

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude		Mise au point d'un système de dopage PM	
Personne responsable de l'étude		Olivier Le Bihan	
Travaux	pluriannuels (2007 – 2008)		
Durée des travaux pluriannuels			
Collaboration AASQA			
Heures d'ingénieur	EMD : -	INERIS : 250	LNE : -
Heures de technicien	EMD : -	INERIS : 400	LNE : -
Document de sortie attendu	Rapport.		
Lien avec le tableau de suivi CPT	Thème 2 : Métrologie / AQ		
Lien avec groupe de travail	Commission de suivi "particules"		
Matériel acquis pour l'étude	petit matériel		