

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

Etude n°1

**ETUDE DE NOUVEAUX APPAREILS
DE MESURE DES PARTICULES EN
SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT**

François MATHE
Avec la collaboration technique de Benoît HERBIN
Décembre 2003

SOMMAIRE

Partie n°1 : Bilan de l'enquête sur l'observation de données atypiques sur microbalance R&P TEOM

I. Introduction	1
II. Synthèse des résultats de l'enquête sur l'observation de valeurs atypiques sur l'analyseur R&P TEOM 1400 de particules en suspension dans l'air ambiant.....	1
II.1 Type de données atypiques observées	2
II.2 les conditions d'apparition.....	3
II.3 Les caractéristiques du site	3
II.4 Les conditions techniques d'exploitation	3
III. Interprétation des résultats.....	3
III.1 Rappels	3
III.2 Analyse technique	4
III.2.1 Les conditions techniques de fonctionnement.....	4
III.2.2 les conditions environnementales de fonctionnement	5
III.2.3 l'exploitation des données de l'appareil	6
IV. Conclusion	7
ANNEXE	9

Partie n°2 :

- Etude du système SES de déshumidification de l'échantillon sur microbalance R&P TEOM - PM_{2.5}

- Présentation du préleveur séquentiel sur filtres Environnement SA PM162M - PM₁₀

1. Introduction	14
2. Moyens mis en oeuvre.....	15
3. Résultats.....	16
3.1 Etude du système de déshumidification du prélèvement sur TEOM – PM _{2.5} ...	16
3.1.1 Rappels.....	16
3.1.2 Test préliminaire	19
3.1.3 Etude du système SES sur TEOM-PM _{2.5}	21
3.1.4 Conclusions	31
3.2 Le préleveur séquentiel de particules dans l'air ambiant PM162M d'Environnement SA	31
4. Conclusion générale.....	36

RESUME de l'étude n°1 du rapport d'activités 2003

Etude suivie par: François MATHE

☎ 03 27 71 26 10

ETUDE DE NOUVEAUX APPAREILS DE MESURE DES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

1. Présentation des travaux

Les objectifs des travaux effectués sont les suivants:

Des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air ont observé un comportement jugé atypique sur leurs appareils de marque Rupprecht & Patashnick type TEOM (valeurs négatives, pics de concentration après observation de ces valeurs négatives, chute soudaine des mesures). A partir d'une enquête effectuée par l'EMD, ce rapport donne une analyse technique des causes possibles accompagnée de recommandations sur l'utilisation de l'analyseur de particules en suspension R&P TEOM afin de limiter l'apparition de ces valeurs.

La possible sous-estimation par le TEOM des concentrations massiques en particules pourrait être évitée par l'utilisation d'un système de déshumidification de l'échantillon avant la mesure, permettant ainsi d'abaisser la température de fonctionnement de la microbalance à 30°C afin de limiter les phénomènes de perte en eau de l'aérosol collecté ou la volatilisation de substances volatiles ou semi-volatiles. Dans la mesure où les particules PM_{2,5} peuvent contenir une proportion importante de composés organiques semi-volatils ou d'aérosols secondaires (nitrates, sulfates) également réputés comme volatils, une étude de ce système a été effectuée sur la plate-forme de référence de l'Ecole de Mines de Douai (comparaison avec le TEOM en configuration classique de réseau et avec une référence gravimétrique).

Un nouveau préleveur séquentiel sur filtres pour les particules en suspension est proposé par la société Environnement SA. Une présentation critique de cet appareil susceptible d'être utilisé en réseau de surveillance de la qualité de l'air est faite dans ce rapport (description du principe de fonctionnement, analyse technique)

2. Principaux résultats obtenus

Les principales informations observées lors de ces études sont les suivantes :

- Concernant l'observation de valeurs atypiques sur la microbalance à variation de fréquence R&P TEOM, le cas des valeurs négatives est le plus fréquent et se justifie essentiellement par un événement transitoire (variation rapide de la concentration et/ou de la nature des particules en suspension et/ou des conditions météorologiques telles que la température et l'humidité relative ambiantes) associé à la grande sensibilité de l'appareil. Des recommandations techniques sont émises sur le plan des servitudes d'utilisation de l'appareil ainsi que de l'exploitation de ses données afin de limiter le risque d'apparition de valeurs atypiques.

- Sur le site de l'Ecole des Mines de Douai, dans une configuration de mesures des particules PM_{2,5}, le système SES de déshumidification de l'échantillon montre une efficacité correcte pour des concentrations moyennes journalières inférieures à 20 µg.m⁻³.

Il permet alors de donner des résultats très comparables avec la référence gravimétrique. Par contre, dans une situation de proximité (automobile, industrielle), le système SES peut s'avérer être d'une efficacité insuffisante au-delà du seuil de $20 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ en moyenne journalière. Une utilisation de ce système ne semble donc n'être envisageable qu'en situation de fond. Ceci nécessite d'être confirmé sur d'autres sites de mesure.

- s'agissant du nouveau préleveur séquentiel à bas volume, le PM162M de la société Environnement SA est équipé d'une tête de prélèvement PM_{10} échantillonnant sur filtre de diamètre 47 mm à un débit de prélèvement de $2,3 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$. Ce débit de prélèvement plus important que celui des appareils actuellement utilisés en AASQA ($1 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$) a donc l'avantage de prélever une quantité de matière plus importante en vue d'une analyse chimique. Cette tête est conforme à la norme EN 12341 et est largement utilisée par certains pays comme l'Allemagne. A ce jour, l'appareil est encore en cours de développement, le préleveur mis à la disposition des Mines de Douai n'étant pas l'appareil définitif.

**ETUDE DE NOUVEAUX APPAREILS DE MESURE DES
PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT**

**Bilan de l'enquête sur l'observation de données
atypiques sur microbalance R&P TEOM**

**François MATHE
Décembre 2003**

I. Introduction

Des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) ont observé un comportement jugé atypique sur leurs appareils de marque Rupprecht & Patashnick type TEOM (valeurs négatives, pics de concentration après observation de ces valeurs négatives, chute soudaine des mesures) et ont donc exprimé le besoin d'une analyse technique sur ces « problèmes » rencontrés sur ce type d'analyseurs.

En réponse à ce besoin, dans le cadre des activités du Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air, le département Chimie et Environnement de l'école des Mines de Douai a effectué une enquête auprès des associations sur le comportement de ces analyseurs lors leur utilisation par le biais d'un questionnaire, les objectifs étant:

- de quantifier le degré d'occurrence de tels phénomènes sur l'ensemble des AASQA françaises
- d'essayer de discerner l'origine d'un tel comportement (conception de l'appareil, environnement, utilisation...)
- de donner des recommandations permettant de limiter voire supprimer ce comportement à priori « atypique »

Ce rapport est donc la synthèse du dépouillement de ce questionnaire établi par l'Ecole des Mines de Douai (cf. annexe). Il présente un résumé des réponses émises par les AASQA et essaye d'apporter des réponses au comportement de l'appareil observé lors de son exploitation en station de mesure. Des recommandations relatives à l'exploitation des données sont également établies.

II. Synthèse des résultats de l'enquête sur l'observation de valeurs atypiques sur l'analyseur R&P TEOM 1400 de particules en suspension dans l'air ambiant

Ce dépouillement a été effectué sur la base de 11 réponses sur 40 envois de questionnaires (soit un taux de réponse de près de 28%)

Les réseaux ayant répondu regroupent 110 analyseurs R&P TEOM de particules en suspension, représentant environ 36% des 309 appareils répertoriés par l'ADEME en 2002. L'analyse qui suit peut donc être considérée comme représentative du comportement de cet appareil en conditions usuelles d'exploitation.

Toutes les réponses et chiffres indiqués dans ce rapport ne concernent que les appareils des réseaux ayant répondu à l'enquête.

L'enquête est décomposée en 4 thèmes qui sont les suivants:

- le type de données atypiques observées
- les conditions d'apparition le cas échéant
- les caractéristiques de la station de mesure
- les conditions techniques d'exploitation de l'appareil

II.1 Type de données atypiques observées

Ces données jugées atypiques sont de plusieurs types, pouvant être observées par une même AASQA:

- des valeurs nulles ou jugées anormalement faibles (2 AASQA sur 11)
- des valeurs faiblement négatives (entre 0 et $-15\mu\text{g}/\text{m}^3$) (6 AASQA sur 11)
- des valeurs fortement négatives ($< -15\mu\text{g}/\text{m}^3$) (4 AASQA sur 11)
- des valeurs jugées instables (alternance de valeurs faibles voir nulles et de valeurs plus élevées) (2 AASQA sur 11)
- une variation rapide des mesures pouvant être selon les cas
 - ↳ des valeurs anormalement élevées après une série de mesures normales (3 AASQA sur 11)
 - ↳ des valeurs anormalement élevées après une série de mesures négatives (3 AASQA sur 11)
 - ↳ des valeurs anormalement élevées suivies de mesures négatives (1 AASQA sur 11)

En définitive, le cas de valeurs négatives semble être le plus fréquent

II.2 les conditions d'apparition

L'observation de données « curieuses » selon une répétition de type “jour” ou “créneau horaire” sur une station donnée et pendant une période donnée est en général lié à une activité particulière (le plus souvent des travaux de type BTP).

Une certaine périodicité dans les apparitions de valeurs atypiques (mais non reliable à une activité à proximité pouvant générer des vibrations) n'est constatée que chez 3 AASQA, ce qui renforce le caractère occasionnel de ces phénomènes, ou en tout cas, l'impossibilité de les relier à un aspect saisonnier.

Dans le 1^{er} cas, l'observation est faite après une intervention sur l'appareil (ex : maintenance) à associer avec l'observation de valeurs anormales du paramètre « Noise » de l'appareil traduisant une instabilité du système de mesure.

Dans le 2^{ème} cas, le phénomène apparaît après un changement des conditions météorologiques (conditions anticycloniques puis dépressionnaires: le temps est clair et ensoleillé avec une humidité relative faible, des température et pression ambiantes élevées. Puis une variation de ces paramètres intervient avec humidité relative en hausse, baisse des température et pression ambiantes)

Dans le 3^{ème} cas, une variation de la vitesse de vent est observée.

Une justification de telles données observées est possible (cf. paragraphe III)

2 AASQA sur 11 mentionnent le cas d'observations totalement aléatoires, avec cependant un point météorologique commun : un vent soutenu et une humidité relative élevée. Une justification est aussi possible (cf. paragraphe III)

L'observation est aussi bien constatée sur un appareil isolé que sur plusieurs appareils de l'AASQA. Dans ce dernier cas, la simultanéité de l'observation et le décalage dans le temps sont relevés.

Le type de station ne semble pas être mis en cause dans le phénomène

Les conditions météorologiques sont le plus souvent particulières (brouillard, pluie, orage, grêle, neige...) accompagnée d'une variation rapide de la température et de l'humidité

relative ambiantes. Dans un cas, l'apparition de valeurs négatives est observée pour une humidité relative très faible (moins de 20%)

Aucun niveau anormal en autres polluants (CO, NO, NO₂, SO₂, O₂, BTX, PM_{2.5}, autres..) n'est relevé.

Il est enfin noté que dans le cas de mesures instables, cette instabilité est systématiquement plus faible sur la mesure PM_{2.5} que sur la mesure PM₁₀ lorsque la mesure simultanée de ces 2 paramètres dans la même station est disponible

II.3 Les caractéristiques du site

La majorité des sites impliqués est située à proximité des sources particulières de particules importantes (ex : Unité d'Incinération d'Ordures Ménagères) ou ponctuelles (gare ferroviaire – routière, parkings, sortie de garage...)

La présence de plans ou cours d'eau ainsi que de végétation importante (forêt, parc) n'est que peu mentionnée.

La présence à proximité de l'appareil de sources de vibrations (chantiers BTP, passage de poids lourds ou de tramways...) pouvant perturber la mesure n'est qu'épisodique.

II.4 Les conditions techniques d'exploitation

La génération d'appareil ne semble pas en cause, l'observation étant faite quelle que soit la version de TEOM (TEOM 1400 A ou AB)

L'observation de valeurs atypiques peut être faite avec la sortie analogique (valeurs nulles ou négatives si utilisation d'un offset, avec un effet d'écèlement en fonction de la valeur de l'offset) ou la sortie numérique de l'appareil (dans ce cas, la totalité des valeurs est prise en compte)

L'utilisation classique du pas de temps d'acquisition de 15 minutes est commune à l'ensemble des AASQA

Le type de système d'acquisition de mesures diffère d'une AASQA à une autre (chassis personnel, système CENTRALP, station d'acquisition FDE, système SAM M&E ARGOPOL ou SEII)

L'utilisation d'un logiciel spécifique de traitement de données pour le TEOM n'est pas systématique

III. Interprétation des résultats

III.1 Rappels

La méthode de mesurage utilisée sur le TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance) pour la détermination de la concentration massique des particules en suspension dans l'air ambiant est assimilable à une « pesée » de la matière en suspension échantillonnée à l'aide d'une microbalance constituée d'un élément vibrant à une fréquence donnée et placée dans une enceinte thermostatée à 50°C. Un filtre est installé sur l'élément vibrant. Les particules déposées augmentent la masse du système produisant une décroissance de la fréquence de vibration. Cette fréquence est enregistrée

toutes les 2 secondes par l'unité de contrôle avec une sensibilité de l'ordre de 10^{-5} Hz et est convertie en masse suivant la relation:

$$\Delta m = K_0 \left(\frac{1}{f_0^2} - \frac{1}{f_1^2} \right)$$

K_0 : constante (dépendant principalement de la masse de l'élément oscillant)

f_0 : fréquence initiale

f_1 : fréquence après dépôt

Après détermination de la masse de matière déposée, le volume d'air étant connu, la concentration est alors accessible.

La donnée de base sortant de l'appareil est alors une moyenne de la concentration en particules sur 10 minutes, glissante car rafraîchie toutes les 2 secondes. La moyenne sur 30 minutes, horaire ou journalière est également accessible.

Les conclusions sont donc les suivantes :

- l'appareil est extrêmement sensible. Compte tenu de la caractéristique de mesure de la fréquence, le constructeur affiche pour le TEOM un minimum de détection de 0,06 et 2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ respectivement pour une durée d'intégration de 1 et 24 heures.
- les AASQA ayant besoin d'une donnée quart-horaire, elles doivent donc traiter la donnée de sortie de l'appareil. La moyenne glissante sur 10 minutes est récupérée « à la volée » par le système d'acquisition de la station selon un pas de temps donné (usuellement toutes les 10 s). La donnée quart-horaire en PM10 est donc constituée de 90 valeurs de la moyenne glissante sur 10 minutes sortant du TEOM, donc 90 valeurs non indépendantes étant donné que le résultat d'une mesure est « influencée » par la mesure précédente. Il est à noter que pour les gaz, l'intégration est faite sur la valeur instantanée récupérée en sortie d'analyseur, donc les 90 valeurs sont dans ce cas indépendantes, le pas de temps de 10s assurant un renouvellement total de l'échantillon dans le système de mesure de l'analyseur.

III.2 Analyse technique

L'observation de valeurs atypiques ne traduit pas un dysfonctionnement de l'appareil et peut s'expliquer dans la majeure partie des cas rapportés par les AASQA

III.2.1 Les conditions techniques de fonctionnement

Dans le cas d'observation après passage en station, plusieurs raisons matérielles peuvent être invoqués :

- Un mauvais placement du filtre vierge sur l'élément vibrant
- La vibration du plancher de la station traduisant un « isolement » perfectible de la surface où repose la microbalance voire un vieillissement prématuré des silent blocks destinés à isoler la partie « mesure » de la microbalance
- Un mauvais conditionnement en T du filtre vierge. Le constructeur recommande de laisser un filtre vierge à l'intérieur de l'enceinte thermostatée à 50°C. En effet, la fibre de verre téflonnée constituant le filtre peut avoir un certain caractère hygroscopique, nécessitant un temps d'équilibrage pouvant être long si le filtre est à une température très différente des 50°C requis et s'il présente une certaine humidité initiale.

- Les valeurs instables peuvent être dues à une mauvaise isolation thermique du tube inox de jonction entre la tête de prélèvement et la microbalance, impliquant l'influence de la régulation thermique de la station. Une forte différence de température entre extérieur et intérieur peut induire des phénomènes de condensation d'eau pouvant perturber la mesure. La mise en place d'une gaine isolante sur la ligne inox à l'intérieur de la station est recommandée par le constructeur afin de s'affranchir des écarts de température entre extérieur et intérieur. L'éloignement de cette ligne inox par rapport à la climatisation de la station peut être vérifié, ainsi que les respects de critère d'exploitation du fournisseur de climatisation pour avoir une température homogène en station (puissance frigorifique suffisante, sens et localisation du point de sortie du flux d'air froid)
- Il convient aussi de rappeler que par rapport à la configuration initiale prévue par le constructeur (débit de microbalance à 3 L/min), les AASQA contactées utilisent fréquemment un réducteur de débit (le plus souvent à 2 L/min) permettant ainsi de prolonger la durée de vie du filtre de prélèvement qui est un consommable relativement coûteux. Ceci peut être à l'origine de phénomènes d'échanges incontrôlés sur le filtre en cas d'exposition prolongé du filtre TEOM. En effet, en cas de concentration massique en poussières faible, si le TEOM est utilisé à 2 L/min, il est courant que la durée de vie du filtre soit de plus d'un mois. Le constructeur recommande de repasser à un débit de 3 L/min si la durée de vie du filtre dépasse 1 mois en configuration à 2 L/min
- Enfin, le respect des conditions d'entretien de l'appareil (notamment le nettoyage de la tête de prélèvement PM₁₀ à effectuer à chaque changement de filtre de collecte dans la mesure du possible) est nécessaire.

III.2.2 les conditions environnementales de fonctionnement

Les valeurs négatives mentionnées par les AASQA sont majoritairement observées dans le cas de régimes pouvant être qualifiés de « transitoires ». Le principe de mesure du TEOM implique que lorsque la concentration ambiante en particules est relativement constante, la masse du filtre augmente régulièrement du fait de l'accumulation constante de particules. Dans le cas d'un régime « transitoire », la masse du filtre peut cesser d'augmenter. La nature de l'aérosol collecté a alors son importance. Si cet aérosol est hygroscopique ou contient des matières volatiles ou semi-volatiles (composés organiques tels que des hydrocarbures ou inorganiques tels que du nitrate ou du sulfate d'ammonium), la masse du filtre peut alors diminuer par volatilisation.

Compte tenu de la sensibilité et du pas de temps d'acquisition de la mesure de fréquence, une mesure négative est donc tout à fait envisageable.

Ce phénomène est d'ailleurs à l'origine de l'écart constaté entre cette méthode automatique et la méthode par gravimétrie sur filtre.

Ces phénomènes « transitoires » sont répertoriés :

- Un épisode de pollution rapide (ex : émission industrielle) suivi par un retour à un niveau de pollution faible (ex : changement dans le régime de vent). Les composés semi-volatils accumulés sur le filtre lors du pic de pollution sont revolatilisés au contact de l'air moins pollué, phénomène pouvant être favorisé si l'hygrométrie varie également.
- Un épisode de pluie le plus souvent précédée par une forte hygrométrie impliquant un échantillonnage de poussières humides par le TEOM. La pluie « lavant » l'atmosphère fait chuter très rapidement la concentration en particules de l'air ambiant, stoppant

l'augmentation de masse du filtre de collecte du TEOM et rendant mesurable la perte de masse des poussières humides

- La variation rapide conjointe de la température et de l'humidité relative ambiantes jusqu'à un seuil critique, induisant un comportement vis à vis de la vapeur d'eau du filtre vierge ou faiblement empoussiéré ou de l'échantillon d'aérosol collecté dessus. Si ce comportement est à priori constant dans le cas du filtre, il peut s'avérer variable dans le cas de l'échantillon collecté selon la composition chimique. Des phénomènes d'adsorption/désorption de gaz (notamment la vapeur d'eau) sur le média filtrant et/ou avec les particules déposées sur le filtre peuvent intervenir. Certains types de poussières et notamment les particules formées par les embruns marins présentent une hygroscopie reliée à un phénomène d'hystérésis important. Dans le cas de sites sous influence marine (pas forcément à proximité des côtes), le « gâteau » de poussières déposé sur le filtre peut alors générer des variations de masse dues à l'hygrométrie non négligeables par rapport à la faible augmentation de masse due aux poussières déposées en continu (piégeage/relargage d'eau par le chlorure de sodium à caractère hygroscopique)
- La chute de vitesse et/ou de la direction du vent est également un facteur pouvant favoriser l'apparition de valeurs négatives. Une vitesse de vent élevée favorise la resuspension de particules terrigènes donnant des concentrations élevées en PM₁₀, notamment dans les AASQA du sud de la France. Ces particules à base de silicates ou de carbonates peuvent avoir un certain caractère hygroscopique pouvant donner des échanges détectables par le TEOM. Un changement de direction permet d'invoquer la succession de masses d'air d'origines différentes

III.2.3 l'exploitation des données de l'appareil

Les principes de base suivant devraient être appliqués sur les données issues du TEOM :

- conserver le maximum de données à partir du moment il y a cohérence avec la connaissance habituelle de la pollution locale.
- appliquer l'invalidation si aucun indice ne permet de justifier leur pertinence. Ces indices peuvent être la corrélation entre plusieurs stations, la cohérence avec les polluants gazeux (notamment les oxydes d'azote) mesurés sur la station, un événement météorologique local particulier...

Dans un premier temps, compte tenu du traitement de données effectué par les AASQA, il apparaît judicieux de vérifier si la donnée horaire ou journalière calculée par le TEOM lui-même est comparable avec la donnée similaire issue de l'utilisation de la valeur quart-horaire calculée par le système d'acquisition de la station. En effet, la donnée horaire ou journalière du TEOM intègre l'ensemble des variations de fréquence sur la séquence de mesure alors que la donnée calculée en poste centrale peut être faite après élimination de données jugées « anormales » par l'AASQA alors qu'elles ne le sont pas. Il y a alors un risque de modification de la moyenne horaire par élimination des valeurs négatives, modification risquant d'être « amplifiée » dans le cas de recalcul de données à l'aide d'un facteur de correction tel que le recommande la Directive 99/30/CE du 22 Avril 1999.

En cas d'observation de données atypiques calculées par le système d'acquisition de la station, l'utilisation de la donnée horaire ou journalière du TEOM est alors à privilégier.

Dans l'état actuel des connaissances, il convient d'être prudent concernant les corrections éventuelles à apporter sur les données obtenues sur les appareils de mesure en continu de concentrations massiques de particules en suspension

Dans le cadre de la validation des données, les règles suivantes sont appliquées par les AASQA :

- s'agissant des valeurs faiblement négatives (entre 0 et $-5 \mu\text{g}/\text{m}^3$) ou fortement négatives, les valeurs sont forcées à zéro (sauf exception) et ne sont invalidées que si rien ne permet de justifier leur pertinence ou si elles influencent nettement la moyenne horaire. La comparaison avec une moyenne directement calculée par le TEOM (ex : horaire) trouve là toute son importance.
- Concernant les valeurs anormalement élevées, elles ne sont pas invalidées tant qu'aucune information technique concernant le fonctionnement de l'appareil ne permet de mettre en doute leur présence. La corrélation inter-stations est alors utilisée.

IV. Conclusion

L'objectif initial de cette enquête était d'avoir une vue objective du comportement de l'appareil TEOM en réseau de mesure. Le cas le plus fréquent (observation de valeurs négatives) s'explique principalement par la grande sensibilité de l'appareil lors d'un événement transitoire (variation rapide de la concentration et/ou de la nature des particules en suspension et/ou des conditions météorologiques telles que la température et l'humidité relative ambiantes). L'élimination de données observées dans ces cas de figure peut alors être justifiée.

Les recommandations pouvant être tirées de cette enquête afin de limiter ces phénomènes sont les suivantes:

① Sur le plan des servitudes d'utilisation de l'appareil.

- ↪ le conditionnement (en température et humidité) au préalable d'un filtre vierge en le plaçant à l'intérieur de la microbalance en préparation du prochain changement de filtre sur l'appareil
- ↪ la limitation de la durée de vie de filtre (ex : 1 mois maximum ou 85% de charge) pour éviter des artéfacts au niveau de l'échantillon de poussières accumulées
- ↪ la mise sous surveillance (ex : carte de contrôle) du paramètre « NOISE » de l'appareil, permettant ainsi de contrôler les vibrations parasites éventuelles (proximité de travaux, trafic routier, passage de personnes en station...)
- ↪ l'utilisation d'une gaine isolante sur la ligne inox de prélèvement à l'intérieur de la station
- ↪ le respect des recommandations du constructeur concernant la maintenance périodique, notamment sur le nettoyage de la tête de prélèvement.

② Sur le plan de l'exploitation des données issues de l'appareil.

- ↪ concernant le traitement de données, la vérification de la compatibilité des données calculées par le système d'acquisition de la station et les différentes données calculées par le TEOM lui-même (moyenne horaire ou journalière)
- ↪ concernant la validation de données et en fonction des résultats obtenus au point précédent, la conservation d'un maximum de données pour éviter de biaiser les valeurs moyennées ultérieurement, en appliquant le principe que « la meilleure correction des données en continu est la non-correction ». Certains indicateurs peuvent cependant être utilisés pour justifier l'invalidation (corrélation entre polluants de la station, corrélation entre stations voisines, événement local particulier tels que des travaux à proximité, la resuspension des particules par vent fort)

↳ Il serait intéressant d'effectuer une vérification de la configuration de l'appareil sur l'ensemble du parc national de TEOM, afin de vérifier l'homogénéité des résultats obtenus sur ce type d'appareil. Les paramètres opérationnels principaux à vérifier sont :

- le mode de calcul du débit volumique à maintenir au niveau de la tête de prélèvement (calcul devant dépendre des conditions ambiantes),
- le mode d'expression des résultats (en fonction des conditions ambiantes moyennes lors de la séquence de prélèvement)
- la valeur des coefficients de correction de mesure (paramètres CONST A et CONST B normalement fixés respectivement à 1,030 et 3,000)
- la version du programme interne de traitement de données (version 3.012 au minimum)
- l'utilisation de réducteur de débit sur la microbalance

Cette enquête confirme le fait que dans l'état actuel des connaissances scientifiques, tant au niveau de la nature des particules en suspension dans l'air ambiant que des moyens techniques pour en mesurer la concentration massique en temps réel, les mesures obtenues par le TEOM (et par extension par tout appareil automatique à pas de temps d'acquisition court) sont un estimateur de l'aérosol troposphérique, au même titre que l'acidité forte était en son temps un estimateur de la pollution atmosphérique acide. Le problème réside alors dans le fait de transformer cet estimateur en données réglementaires, avec un objectif de qualité donné.

ANNEXE**Questionnaire à l'attention des AASQA****Observation de mesures anormales sur appareil R&P TEOM****I. Type de données atypiques observées**

Quel type de valeurs « atypiques » observez vous :

- valeurs nulles
- valeurs faiblement négatives (entre 0 et $-15\mu\text{g}/\text{m}^3$)
- valeurs fortement négatives ($< -15\mu\text{g}/\text{m}^3$)
- valeurs anormalement élevées : → après série de mesures normales
- après série de mesures négatives

II. Conditions d'apparition**II.1 Description générale**

❶ Observez vous le phénomène selon une certaine périodicité ? : oui non

- uniquement de jour
- uniquement de nuit
- toujours pendant le même créneau horaire (ex : de 16 à 18h)
- après simple passage en station
- après une intervention sur l'appareil (ex : maintenance)
- autre cas (à détailler) :

.....

❷ Observez vous le phénomène :

- sur 1 seul appareil
- sur 2 appareils (dans le cas où 2 TEOM sont placés sur le même site ex : PM_{10} et $\text{PM}_{2.5}$)
- sur plusieurs appareils du réseau. Dans ce cas, observez vous le phénomène :
 - en simultané
 - en décalé

❸ Observez vous le phénomène:

- sur le même type de station (ex : urbaine dense)
- sur des stations de types différents

II.2 Conditions environnementales

❶ Observez vous le phénomène:

- pour des directions de vent particulières
- pour des vitesses de vent particulières
- dans des conditions de température ambiante particulières
- lors de variations rapides de température ambiante
- dans des conditions d'humidité relative ambiante particulières
- lors de variations rapides d'humidité relative ambiante
- dans des conditions météorologiques particulières (brouillard, pluie, orage, grêle, neige...)

II.3 Observations particulières

Lorsque le phénomène apparaît, relevez vous également :

- des valeurs anormales du paramètre « Noise » ?
- des niveaux anormaux en autres polluants (CO, NO, NO₂, SO₂, O₂, BTX, PM_{2.5}, autres..) ?

III. Caractéristiques de site

❶ L'appareil est il à moins de 1000m:

- de sources importantes particulières ex : UIOM ?
- de plans ou cours d'eau ?

❷ L'appareil est il à moins de 500m:

- d'émissions ponctuelles particulières (gare ferroviaire – routière, parkings, sortie de garage...)?
- de végétation importante (forêt, parc...)?

❸ L'appareil est il à moins de 50m:

- de sources de vibration potentielle (chantiers BTP, passage de poids lourds ou de tramways...)?

IV. Conditions techniques d'exploitation

❶ génération appareil:

↪ type:

↪ n° de série:

↪ date de 1^{ère} mise en exploitation:

ETUDE DE NOUVEAUX APPAREILS DE MESURE DES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

Etude du système SES de déshumidification de l'échantillon sur microbalance R&P TEOM-PM_{2.5}

Présentation du préleveur séquentiel sur filtres Environnement SA PM162M-PM₁₀

**François MATHE
Avec la collaboration technique de Benoît HERBIN
Décembre 2003**

1. INTRODUCTION

Dans le cadre des activités du Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air, l'Ecole des Mines de Douai a acquis depuis 1994 une certaine expérience dans le domaine de la mesure des particules en suspension dans l'air ambiant.

La plate-forme de mesure de la phase particulaire implantée sur le site de l'Ecole des Mines de Douai a permis:

- de mettre en évidence le décalage conséquent entre le TEOM et une référence gravimétrique (rapport d'activités LCSQA - EMD 1999 – n°2 partie 4)
- d'étudier la possibilité d'appliquer un facteur correctif sur les mesures du TEOM (rapport d'activités LCSQA - EMD 2000 n°1, étude n°2, partie 2)
- d'étudier la faisabilité technique d'une méthode gravimétrique comme moyen de mesure de la concentration des particules en suspension (rapport d'activités LCSQA - EMD 2000 n°1, étude n°2, partie 2)
- de démontrer la complexité d'un raccordement entre anciennes méthodes de mesures des particules en suspension telles que l'indice de fumées noires ou la radiométrie bêta avec tête AFNOR X43-021 et les nouvelles techniques telles que le TEOM (rapport d'activités LCSQA - EMD 2000 n°1, étude n°2, partie 2)
- de montrer sa potentialité de détection des événements naturels sur les pics de pollution particulaire à une large échelle (rapport d'activités LCSQA - EMD 2000 n°1, étude n°2, partie 2)
- d'étudier le système de déshumidification de l'échantillon PM_{10} avant la mesure, permettant ainsi d'abaisser la température de fonctionnement de la microbalance à 30°C (rapport d'activités LCSQA - EMD 2001 n°1, étude n°3, partie 2)
- d'étudier la possibilité d'utiliser le système additionnel sur filtres ACCU sur le TEOM, en configuration $PM_{2.5}$, sous réserve d'aménagement technique pouvant être relativement contraignant (ligne d'échantillonnage spécifique la plus courte possible, en évitant les courbures) dans le cas d'une installation dans une station de mesure classique (rapport d'activités LCSQA - EMD 2002 n°2, étude n°5, partie 2).

Compte tenu de l'influence de la composition chimique de l'aérosol, dans la mesure où les particules $PM_{2.5}$ peuvent contenir une proportion importante d'aérosols secondaires (nitrates, sulfates) ou de composés organiques semi-volatils, la sous estimation par le TEOM de la concentration en particules risque d'être plus importante que pour les PM_{10} . Il apparaît donc intéressant d'employer ce système pour les mesures de $PM_{2.5}$ dont la mesure est d'ores et déjà requise par la Directive Européenne 99/30/CE du 22 avril 1999. Le système de déshumidification du prélèvement sur la microbalance TEOM- $PM_{2.5}$ étudié sur le site de Douai fait l'objet du présent rapport.

Par ailleurs, un nouveau préleveur séquentiel sur filtres pour les particules en suspension dans l'air ambiant est disponible sur le marché, le PM162M d'Environnement SA. Une présentation de l'appareil est effectuée (description du principe de fonctionnement, analyse technique critique de l'appareil...) avant une éventuelle utilisation en AASQA.

2. MOYENS MIS EN OEUVRE

Depuis août 1999, une plate-forme de mesure de la phase particulaire a été mise en place sur un site urbain de Douai, rassemblant les différents types d'analyseurs ou de préleveurs équipant actuellement les réseaux français de surveillance de la qualité de l'air. Cette plate forme est opérationnelle depuis 1999 (rapport d'activités LCSQA – EMD 1999 n°2 –partie 4).

Ce site est de type urbain et possède les caractéristiques suivantes:

- l'influence du trafic routier est forte
- le faible éloignement du Département Chimie et Environnement de l'EMD permet de réduire la durée des déplacements qui sont fréquents
- les risques de vandalisme sont minimisés dans la mesure où le site est dans l'enceinte clôturée du Centre de Recherches

A l'heure actuelle, les appareillages disponibles sur le site sont les suivants:

- 3 microbalances à variations de fréquence R&P TEOM (1 à tête PM_{10} , 2 à tête $PM_{2.5}$)
- 2 préleveurs sur filtres à faible volume R&P Partisol Plus à tête PM_{10} ou $PM_{2.5}$
- 1 préleveur automatique sur filtre à grand volume Digitel DA80 à tête PM_{10}

L'ensemble des appareils est logé dans ensemble Portakabin climatisé transportable type Pacemaker référence PK 241.



Figure 1: Vue d'ensemble de l'abri autonome sur le site de mesure de l'EMD

3. RÉSULTATS

3.1 ETUDE DU SYSTÈME DE DÉSHUMIDIFICATION DU PRÉLÈVEMENT SUR TEOM – PM_{2.5}

3.1.1 Rappels

La tête de prélèvement PM_{2.5} utilisée pour cette étude est le Sharp Cut Cyclone (SCC) (cf figure 2). Ce dispositif peu coûteux (environ 850 euros HT) ne nécessite pas d'entretien particulier (pas de graissage ou de filtre interne, nettoyage peu fréquent) et peut s'installer facilement à la base d'une tête PM₁₀ classique (cf. figure 3). C'est ce dispositif qui a été retenu dans le cadre du programme pilote français « Mesure des particules en suspension ».



Figure 2: Dispositif SCC



Figure 3: SCC monté sur tête PM₁₀

Le système SES (Sample Equilibration System) permet de réduire l'humidité relative de l'échantillon de la microbalance TEOM. Cela permet alors de baisser la température de travail initiale du TEOM de 50 °C jusqu'à 30° C en théorie, limitant ainsi la possible volatilisation de composés semi-volatils. Le schéma fluide du TEOM équipé d'un tel système est donné dans la figure 2. Le principe est basé sur l'utilisation d'un sécheur à membrane Nafion Permapure (cf. figure 4) avec passage à contre courant de gaz sec (cf. figure 5), pour obtenir un gradient d'humidité. L'ensemble est classiquement monté à la verticale, dans l'alignement de la tête PM_{2.5} (cf. figure 6).

S'agissant du système SES en lui-même, son installation sur un TEOM existant peut s'avérer être problématique pour des stations multipolluants dont l'espace libre est limité (abaissement nécessaire de 60 cm minimum de la microbalance déjà en place).

Rappelons enfin que le Nafion est un polymère à base Téflon comprenant des groupements acides sulfoniques. La forte affinité spécifique du groupement acide sulfonique avec l'eau permet de sécher un gaz, par migration des molécules d'eau sur les groupes acides de la membrane. Le processus n'est donc pas la perméation mais est régi par la pression partielle en vapeur d'eau de part et d'autre de la membrane Nafion.

Le prix de vente du système SES varie de 3700 euros HT (sans module de mesure de l'humidité relative de l'air en aval des cartouches NAFION) à 4500 euros HT (avec module), auquel s'ajoute le coût de régénération de la membrane Nafion (2000 euros HT) ainsi qu'une membrane Nafion de rechange (3000 euros HT), nécessaire pour le maintien de l'appareil en fonctionnement lors de la régénération de la membrane usagée.

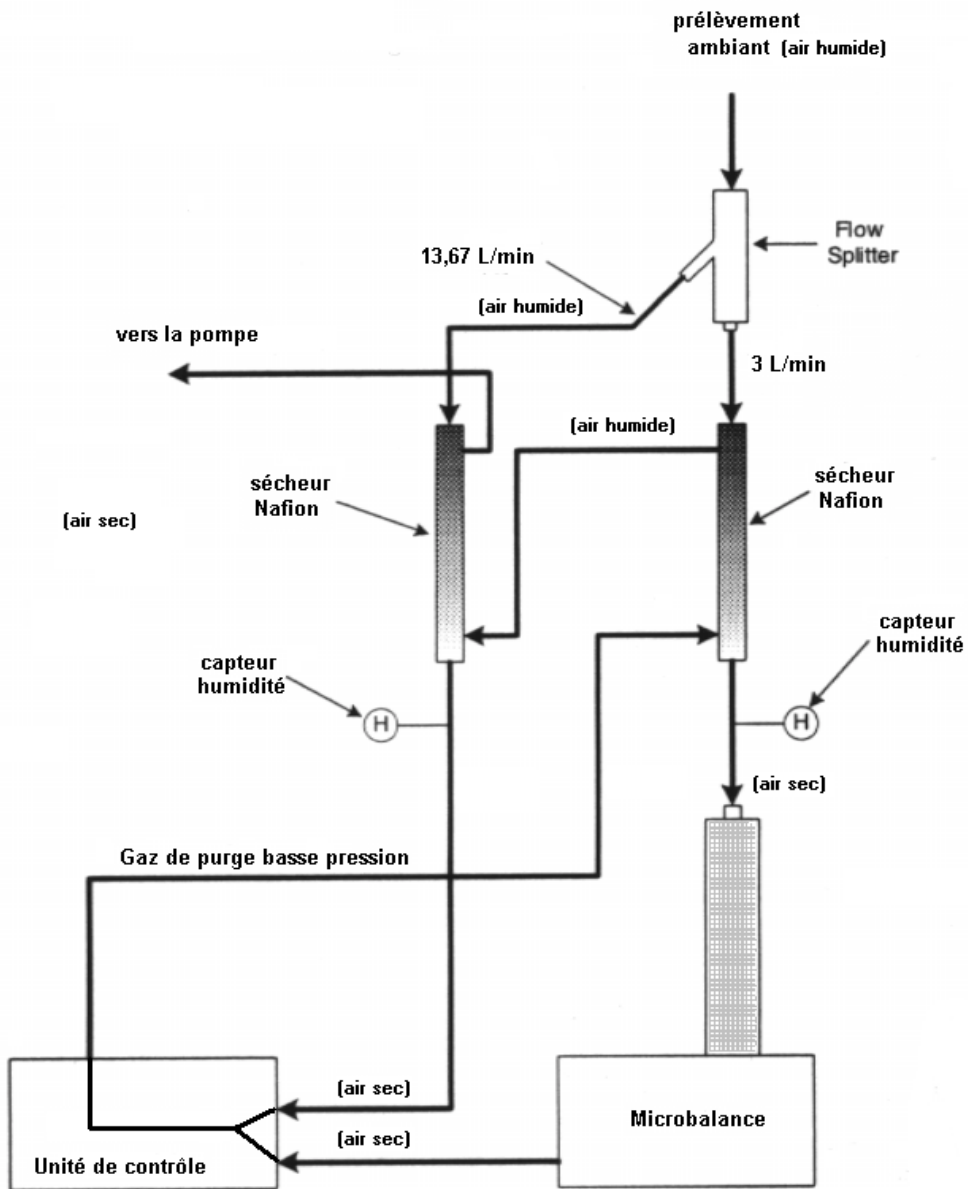


Figure 4 : schéma fluide du TEOM équipé du système SES

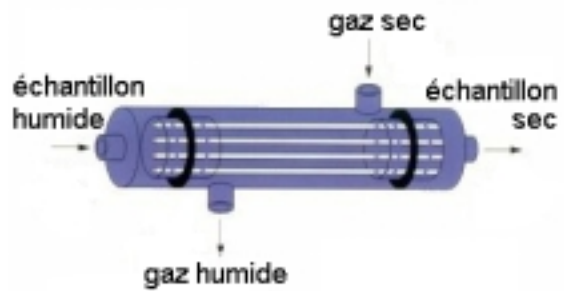
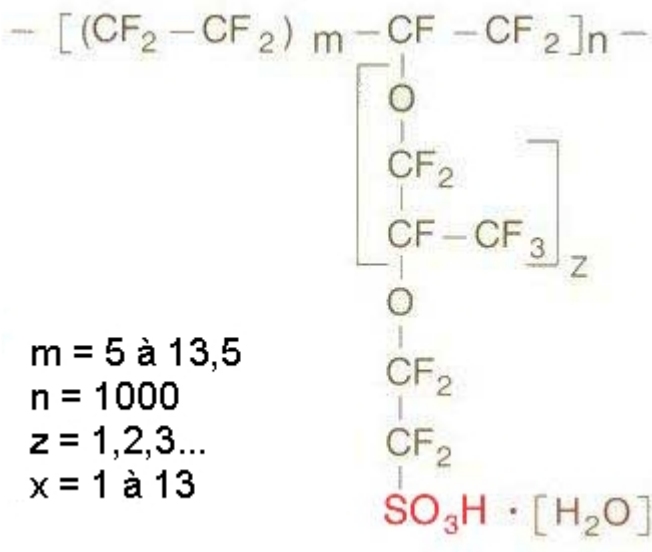


Figure 5: structure chimique et principe fluide du sécheur NAFION Permapure

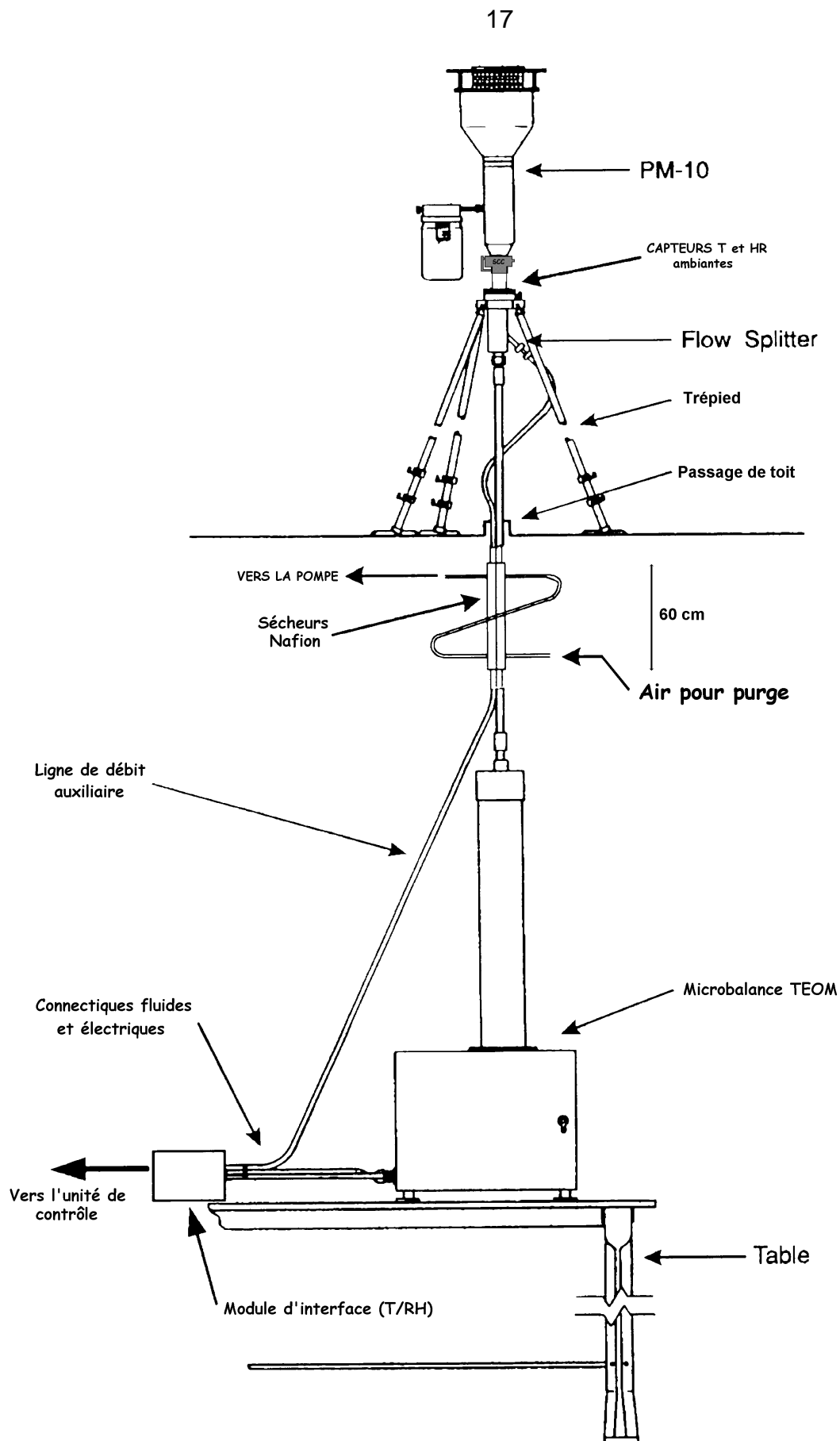


Figure 6 : schéma de montage global du TEOM équipé du système SES

Dans le cas de mesures PM_{10} , le système SES de déshumidification de l'échantillon d'un TEOM a montré sur le site de l'Ecole des Mines de Douai une efficacité

intéressante pour des concentrations moyennes supérieures à $30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Dans ce cas, l'écart avec la référence gravimétrique est réduit de façon notable (entre 10 et 15%). L'utilisation d'un tel système semble donc devoir se limiter aux sites de proximité (automobile, industrielle) susceptibles d'être exposés à des pics de pollution particulaire ou à des sites urbains denses soumis à des concentrations moyennes journalières supérieures à $30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

3.1.2 Test préliminaire

Dans un premier temps, l'influence de la présence du système **SES sans abaissement de la température de fonctionnement du TEOM** a été étudiée. Un TEOM muni du système SES et fonctionnant à 50°C a été comparé à un TEOM non modifié fonctionnant également à 50°C .

Les valeurs moyennes journalières prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement de 45 jours, du 28 mars au 11 mai 2003 (cf. figure 7) :

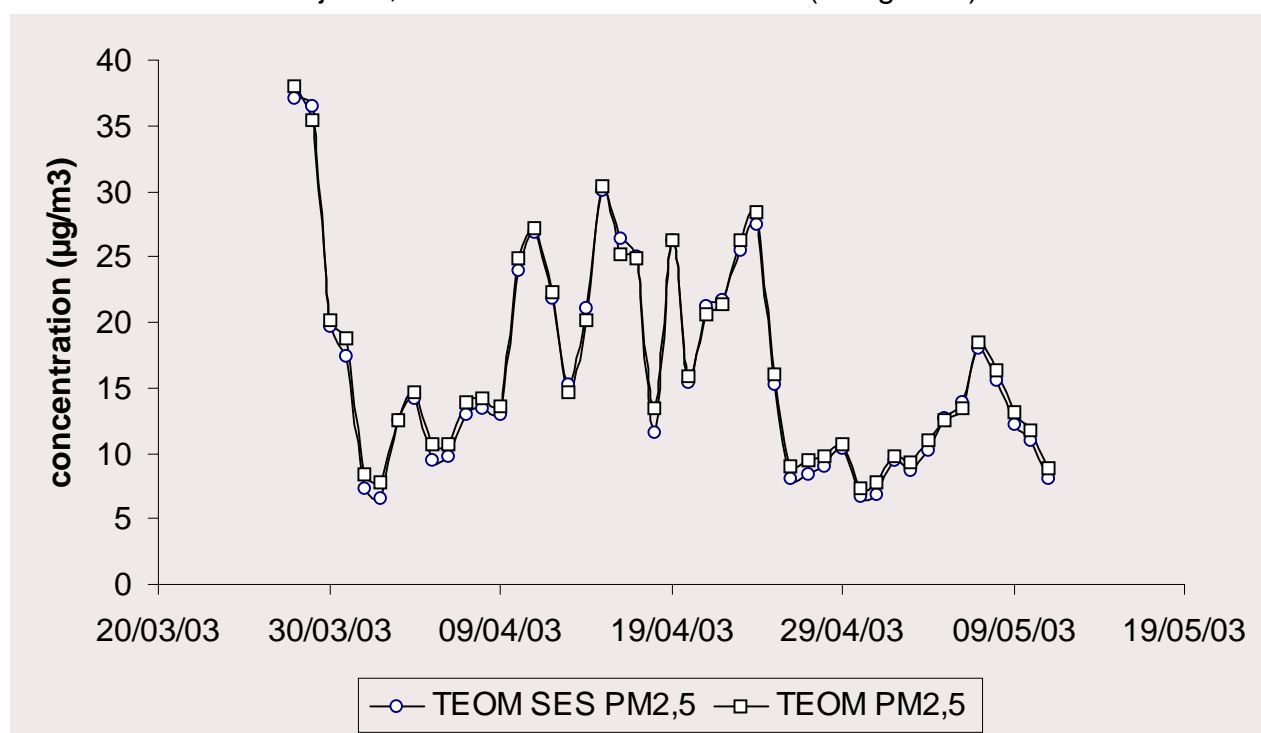


Figure 7: Profil chronologique des valeurs journalières des TEOM sans et avec système SES (température de fonctionnement fixée à 50°C)

Le tableau I résume les résultats obtenus :

Tableau I: récapitulatif des mesures en parallèle

Appareil	TEOM seul	TEOM SES
Nombre de données traitées	45	
Minimum ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	7,3	6,6
Maximum ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	38,1	37,0
Moyenne ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	16,8	16,3
Droite de corrélation obtenue	TEOM SES = 0,983 TEOM	
Coefficient de corrélation	0,996	
Rapport des moyennes $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$	0,973	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}} \pm \text{écart-type}$	0,959 \pm 0,056	

La corrélation entre les séries de mesures est décrite dans la figure suivante :

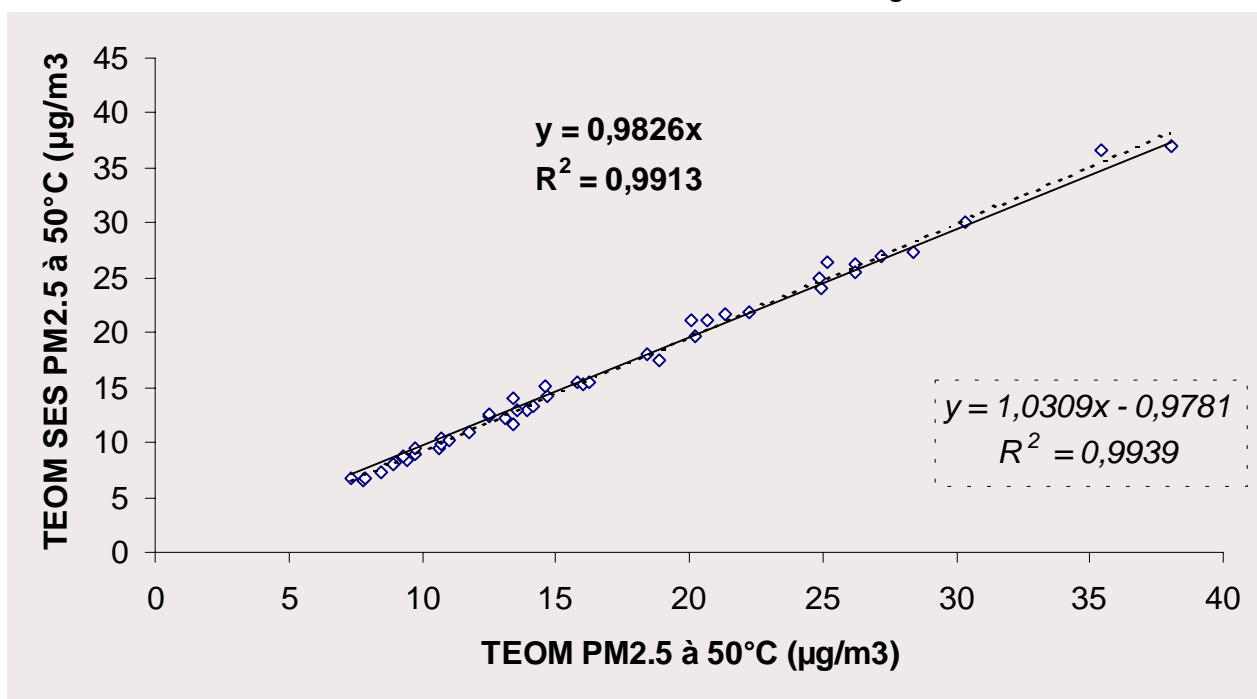


Figure 8: Corrélation entre les mesures gravimétriques journalières TEOM sans et avec système SES (température de fonctionnement fixée à 50°C)

La modification du circuit fluide du TEOM due au système SES n'induit donc pas de modification du comportement de l'appareil.

3.1.3 Etude du système SES sur TEOM-PM_{2,5}

La température de fonctionnement de la microbalance TEOM munie du système SES a été abaissée à 30°C, celle du TEOM fonctionnant sans SES est maintenue à 50°C.

4 périodes de fonctionnement ont été ciblées, à savoir mai-juin, juin-juillet, août et septembre. Les valeurs moyennes journalières prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement totale de 101 jours, réparties entre le 12 mai et le 30 septembre 2003.

Les figure 9 à 12 décrivent le profil chronologique obtenu pour chaque période:

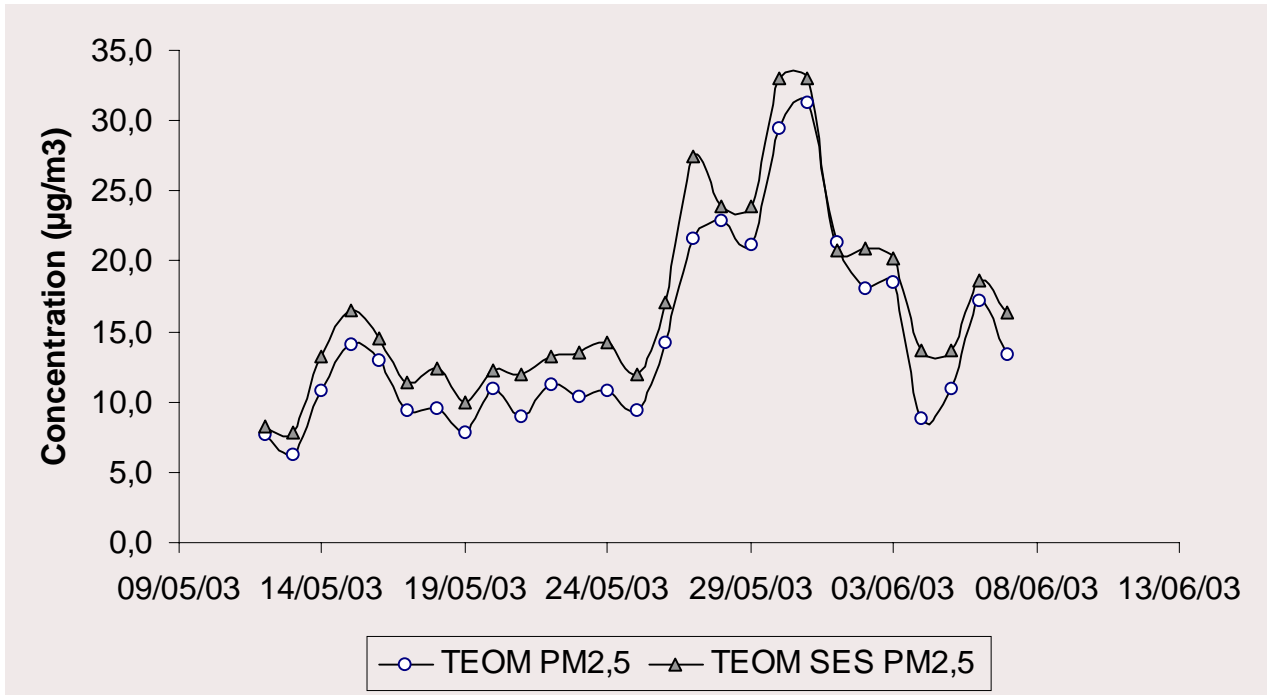


Figure 9: Profil chronologique des valeurs journalières des TEOM sans (50°C) et avec système SES (30°C) entre le 12/05 et le 07/06/03 (période 1)

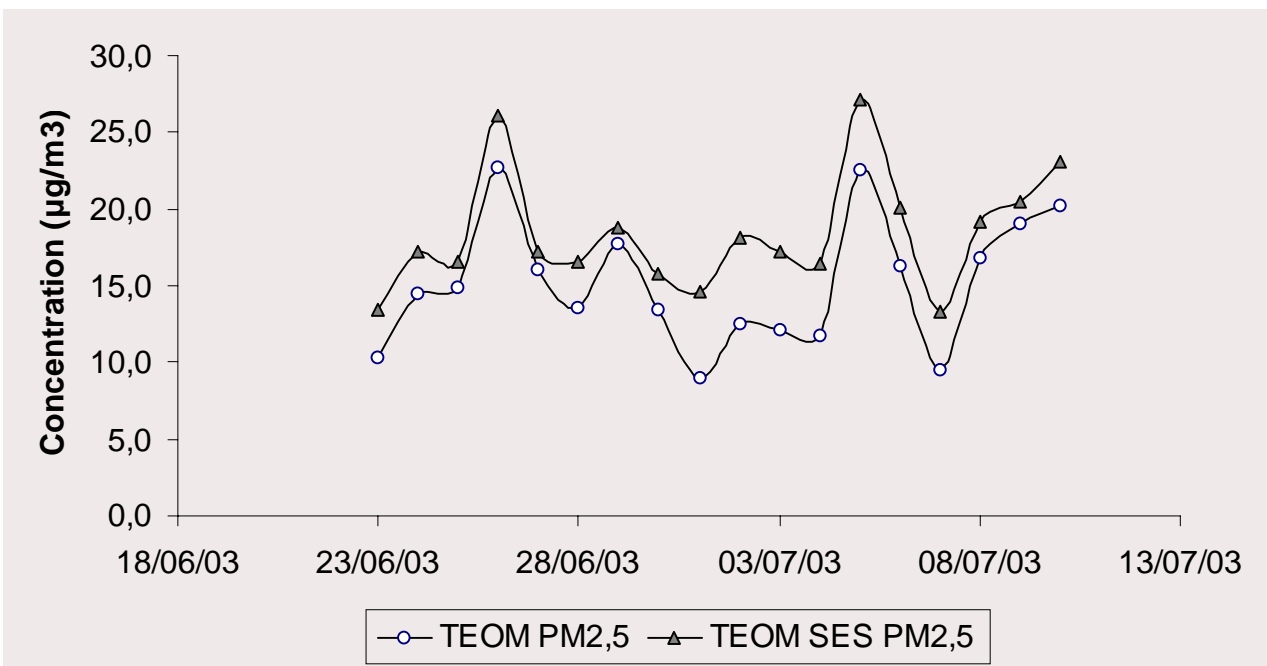


Figure 10: Profil chronologique des valeurs journalières des TEOM sans (50°C) et avec système SES (30°C) entre le 23/06 et le 10/07/03 (période 2)

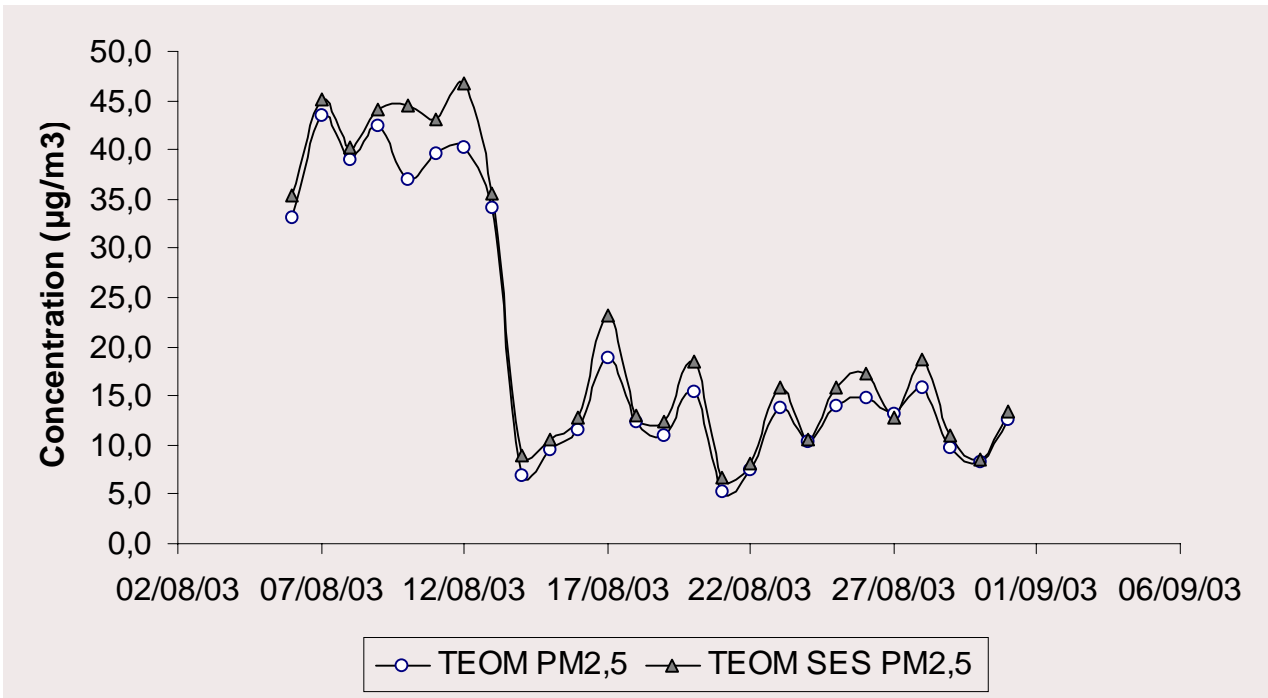


Figure 11: Profil chronologique des valeurs journalières des TEOM sans (50°C) et avec système SES (30°C) entre le 06/07 et le 31/08/03 (période 3)

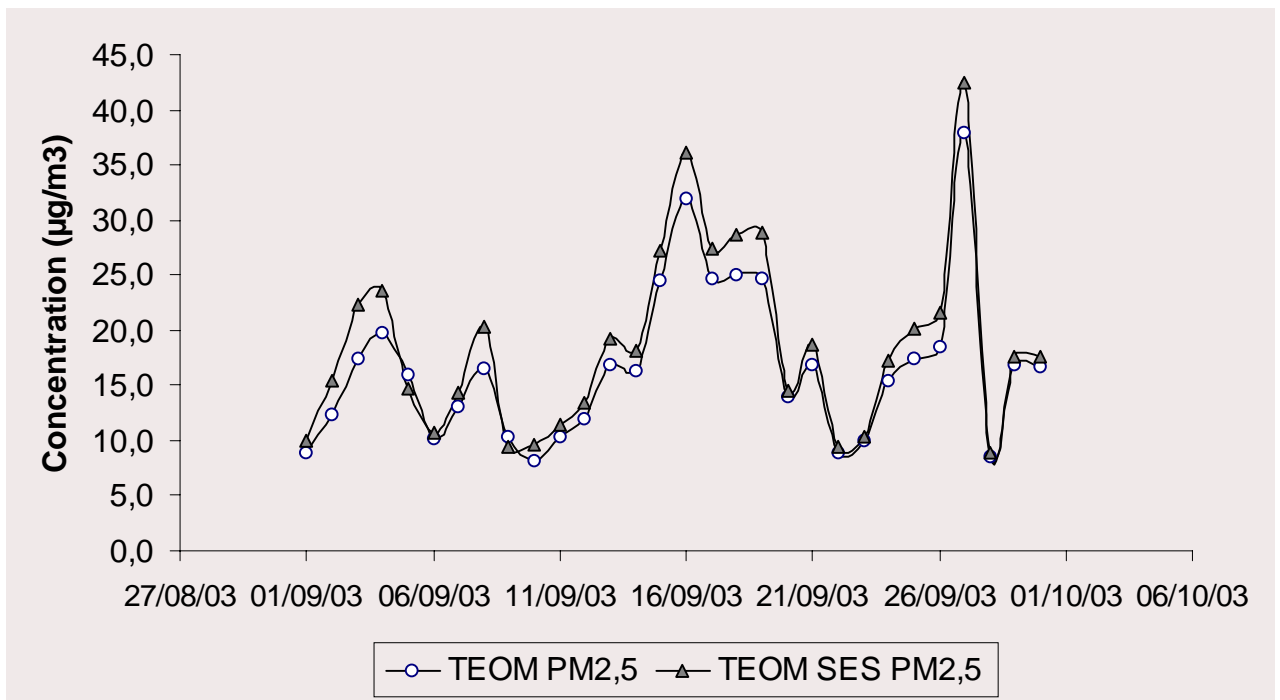


Figure 12: Profil chronologique des valeurs journalières des TEOM sans (50°C) et avec système SES (30°C) entre le 01/09 et le 30/09/03 (période 4)

Le tableau II rassemble les résultats obtenus sur les 4 périodes:

Tableau II: récapitulatif des mesures en parallèle

Appareil	TEOM seul 50°C	TEOM SES 30°C
Nombre de données traitées	101	
Minimum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	5,4	6,7
Maximum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	43,6	46,8
Moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	16,7	19,0
Droite de corrélation obtenue	TEOM SES = 1,122 TEOM	
Coefficient de corrélation	0,985	
Rapport des moyennes $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$	1,140	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}} \pm \text{écart-type}$	1,157 \pm 0,117	

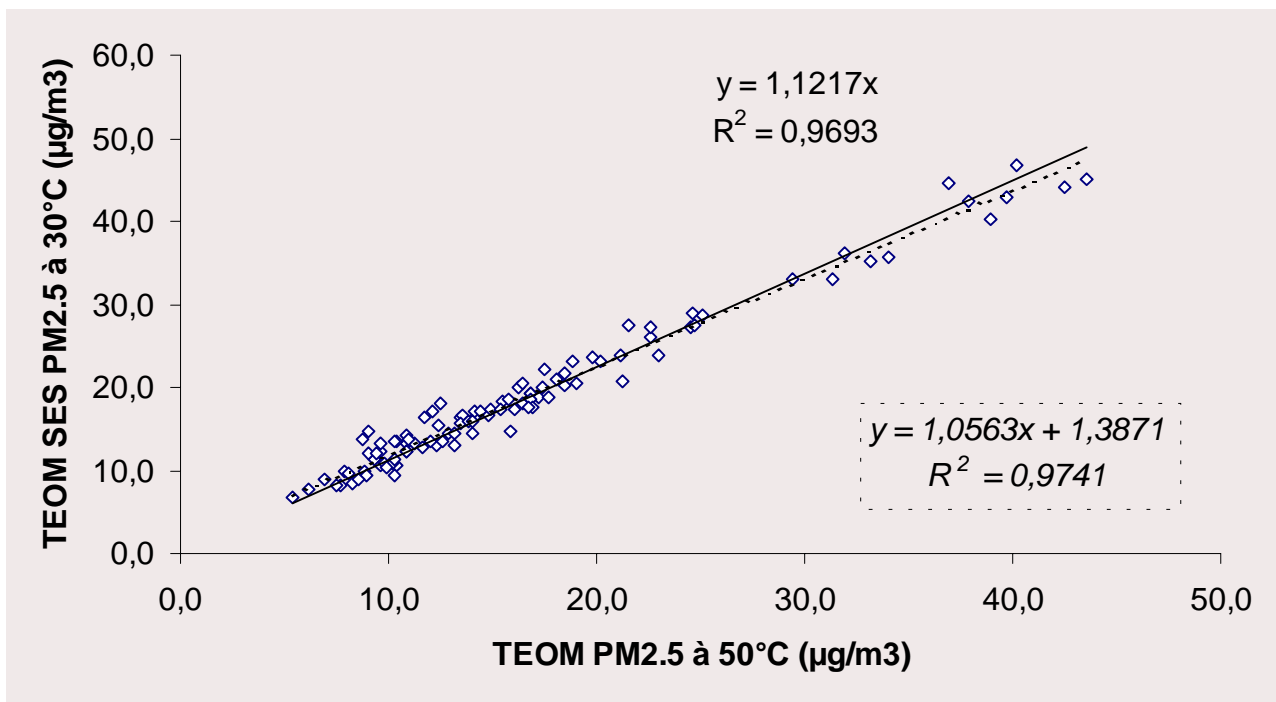


Figure 13: Corrélation entre les mesures journalières TEOM sans (température = 50°C) et avec système SES (température = 30°C)

Le détail des résultats obtenus en fonction de la période d'étude est donné dans le tableau III :

Tableau III: résultats des mesures en parallèle en fonction de la période d'étude

Période	Du 12/05 au 07/06	Du 23/06 au 10/07	Du 06/07 au 31/08	Du 01/09 au 30/09
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$ ± écart-type	1,19 ± 0,12	1,24 ± 0,15	1,12 ± 0,08	1,11 ± 0,08
Rapport des moyennes $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$	1,17	1,21	1,10	1,12
Droite de corrélation obtenue	TEOM SES = 1,137 TEOM	TEOM SES = 1,191 TEOM	TEOM SES = 1,092 TEOM	TEOM SES = 1,125 TEOM
Coefficient de corrélation	0,971	0,871	0,994	0,990
T ambiante moyenne (°C) ± écart-type	16,8 ± 4,2	19,6 ± 2,0	22,0 ± 4,2	17,2 ± 2,9
HR ambiante moyenne (%) ± écart-type	63 ± 16	53 ± 15	44 ± 12	54 ± 12

Globalement, le système de déshumidification de l'échantillon permet d'augmenter de façon notable (entre 10 et 15%) les mesures du TEOM-PM_{2.5}. Cependant cette efficacité est variable selon les périodes, compte tenu des modifications possibles de la nature de l'aérosol ainsi que des conditions atmosphériques ambiantes (humidité relative et température). Un meilleur comportement de l'appareil (bonne corrélation traduisant une dispersion moindre des mesures) est observé en période sèche et chaude. Cependant, aucun effet spécifique lié à la canicule du mois d'août 2003 n'est réellement observé.

L'efficacité du système SES pouvant être liée au niveau de concentration en particules, les données ont été étudiées par rapport à un seuil arbitraire de 20µg/m³, basé sur l'historique du site (concentration moyenne en PM₁₀ de 31,5 µg/m³ observée en 1999) et sur le fait que le rapport moyen PM_{2.5}/PM₁₀ est d'environ 0,60):

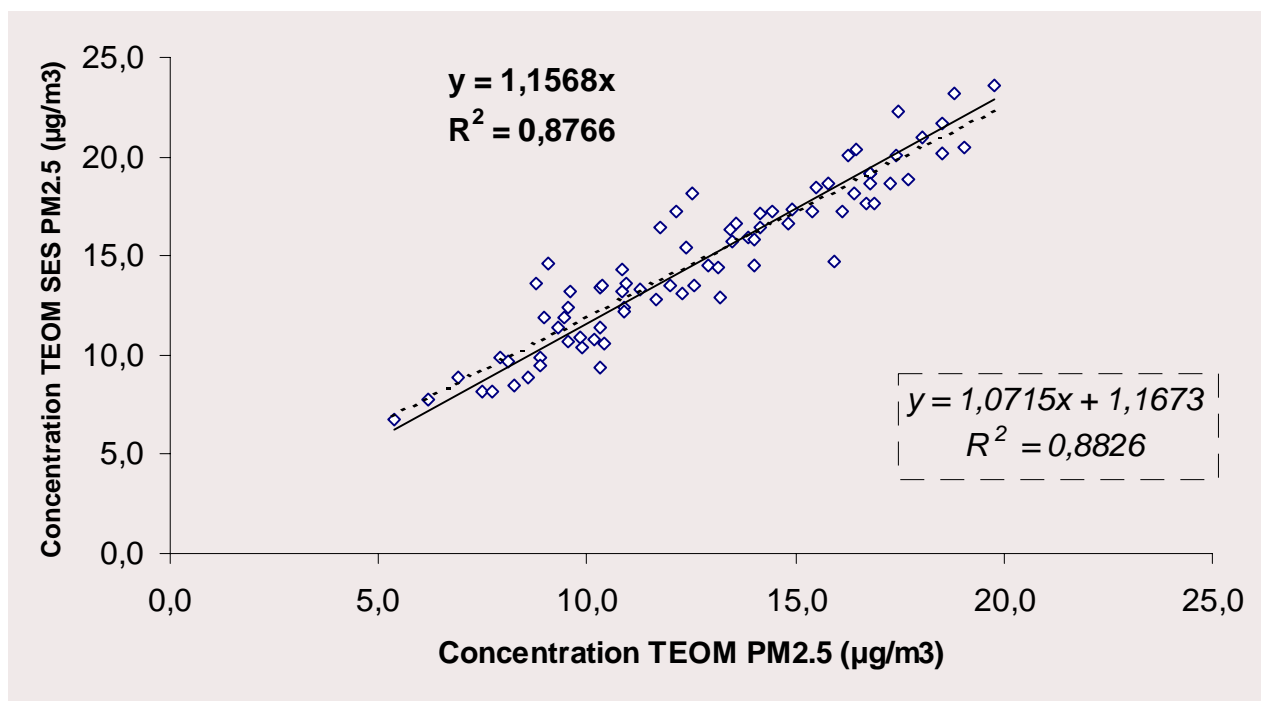


Figure 14: Corrélation entre les mesures journalières TEOM sans et avec système SES (concentrations TEOM < 20 µg/m³)

Tableau IV: exploitation des mesures (concentrations < 20 µg/m³)

Appareil	TEOM seul 50°C	TEOM SES 30°C
Nombre de données traitées	78	
Minimum (µg.m⁻³)	5,4	6,7
Maximum (µg.m⁻³)	19,8	23,6
Moyenne (µg.m⁻³)	12,7	14,8
Droite de corrélation obtenue	TEOM SES = 1,157 TEOM	
Coefficient de corrélation	0,936	
Rapport des moyennes $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$	1,163	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}} \pm \text{écart-type}$	1,171 ± 0,125	

Les mesures inférieures à 20 µg/m³ représentent 77% des données de la période d'étude. La dispersion des résultats est correcte (coefficient de corrélation ≈ 0,94).

Pour une concentration en PM_{2,5} supérieure à 20 µg/m³, le rapport des moyennes diminue sensiblement (cf. figure 15 et tableau V)

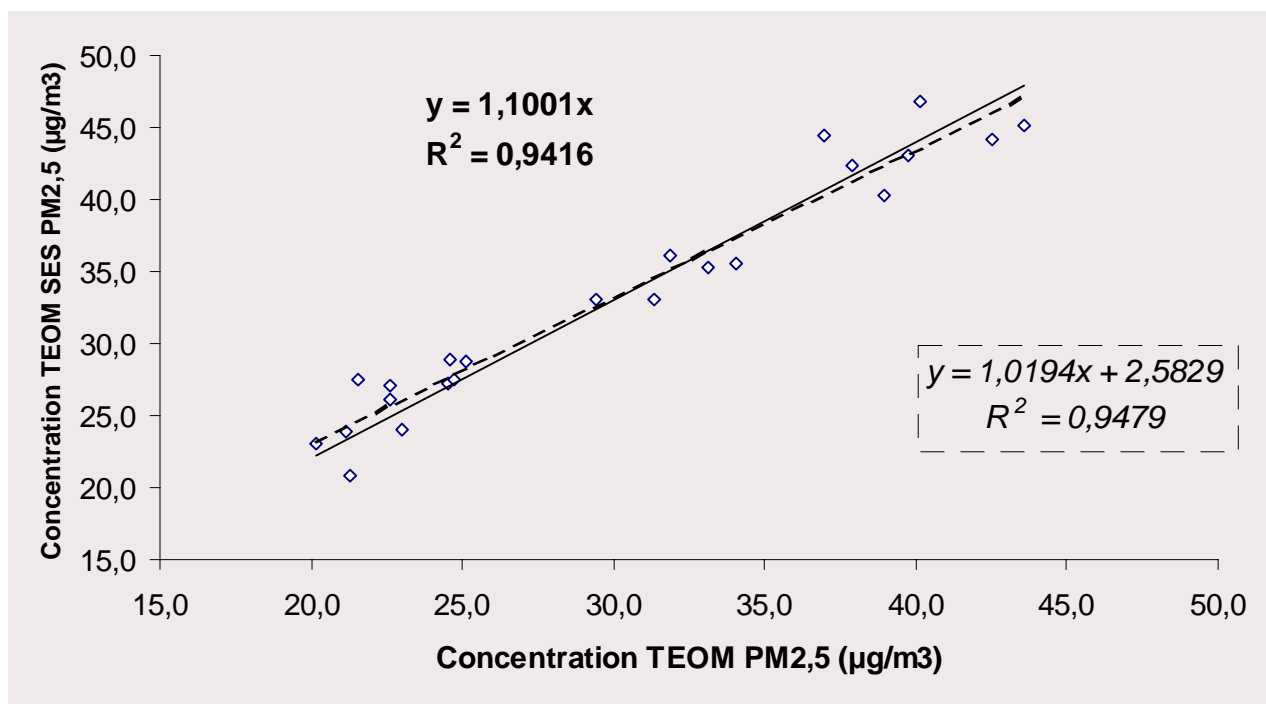


Figure 15: Corrélation entre les mesures journalières TEOM sans et avec système SES (concentration moyenne journalière > 20 µg/m³)

Tableau V: exploitation des mesures (concentration moyenne journalière > 20 µg/m³)

Appareil	TEOM seul 50°C	TEOM SES 30°C
Nombre de données traitées	23	
Minimum (µg.m⁻³)	20,2	20,8
Maximum (µg.m⁻³)	30	33,2
Moyenne (µg.m⁻³)	43,6	46,8
Droite de corrélation obtenue	TEOM SES = 1,10 TEOM	
Coefficient de corrélation	0,970	
Rapport des moyennes $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}}$	1,105	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM avec SES}}{\text{TEOM sans SES}} \pm \text{écart-type}$	1,111 ± 0,069	

Dans le cas de notre site d'étude, l'efficacité du système SES semble donc diminuer avec la concentration en PM_{2,5}. Il est possible qu'au delà d'un certain seuil en concentration, le système SES « sature » et que son efficacité stagne. Il est à noter que cette observation est à l'opposé du comportement du système SES monté sur TEOM-PM₁₀ où l'efficacité du système SES apparaissait meilleure pour les concentrations moyennes relativement élevées (dans notre cas, supérieures à 30 µg/m³). L'influence de l'aérosol de granulométrie comprise entre 2,5 et 10 µm (qui contribue plus fortement dans la concentration massique que l'aérosol fin) est possible (meilleure efficacité du système SES sur cette fraction granulométrique, type d'aérosol plus propice aux phénomènes de déshumidification ou de désorption de composés volatils)

Une comparaison entre le TEOM équipé du système SES et une référence gravimétrique (préleveur séquentiel à bas volume R&P Partisol 2025, appareil reconnu conforme à la norme européenne EN 12341) a été effectuée.

Les données prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement validé de 50 jours, entre le 03/09 et le 22/10/2003. Durant cette période, les température et humidité relatives ambiantes ont été respectivement de $14,7 \pm 4,3^\circ\text{C}$ et $59 \pm 14\%$.

Les figures 14 et 15 résument les résultats obtenus :

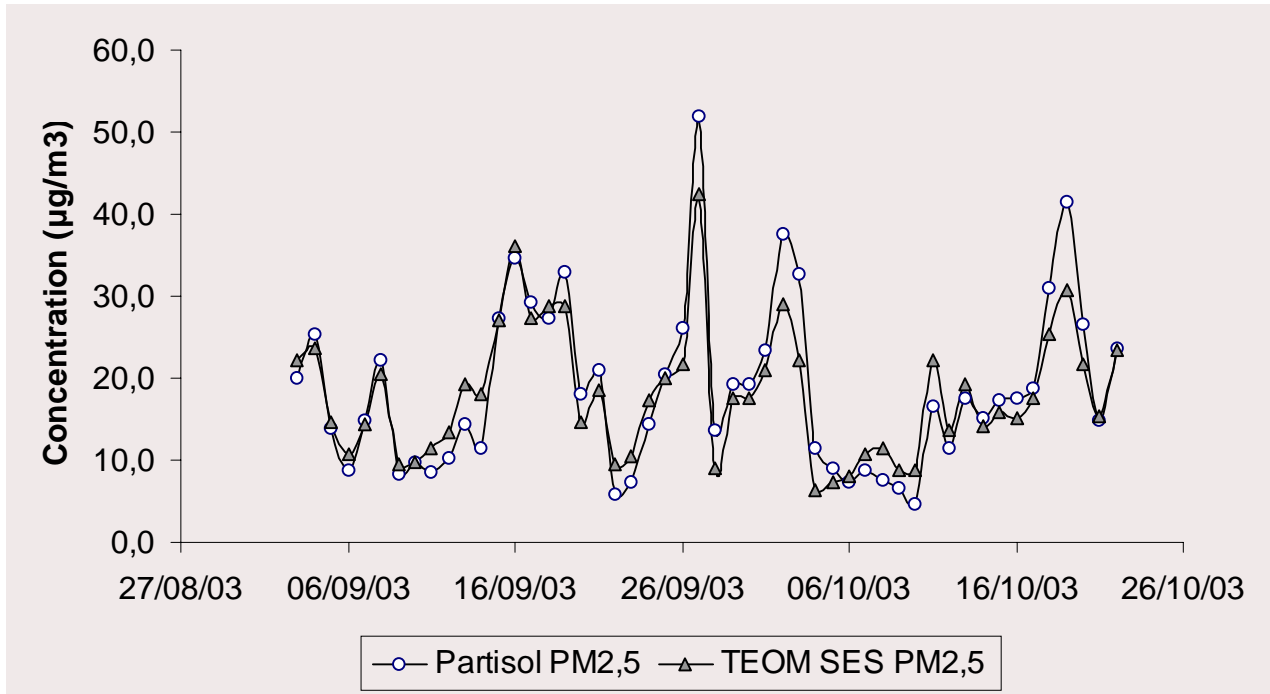


Figure 16: Profil chronologique des valeurs journalières du LVS Partisol 2025 et du TEOM avec système SES (température de fonctionnement fixée à 30°C)

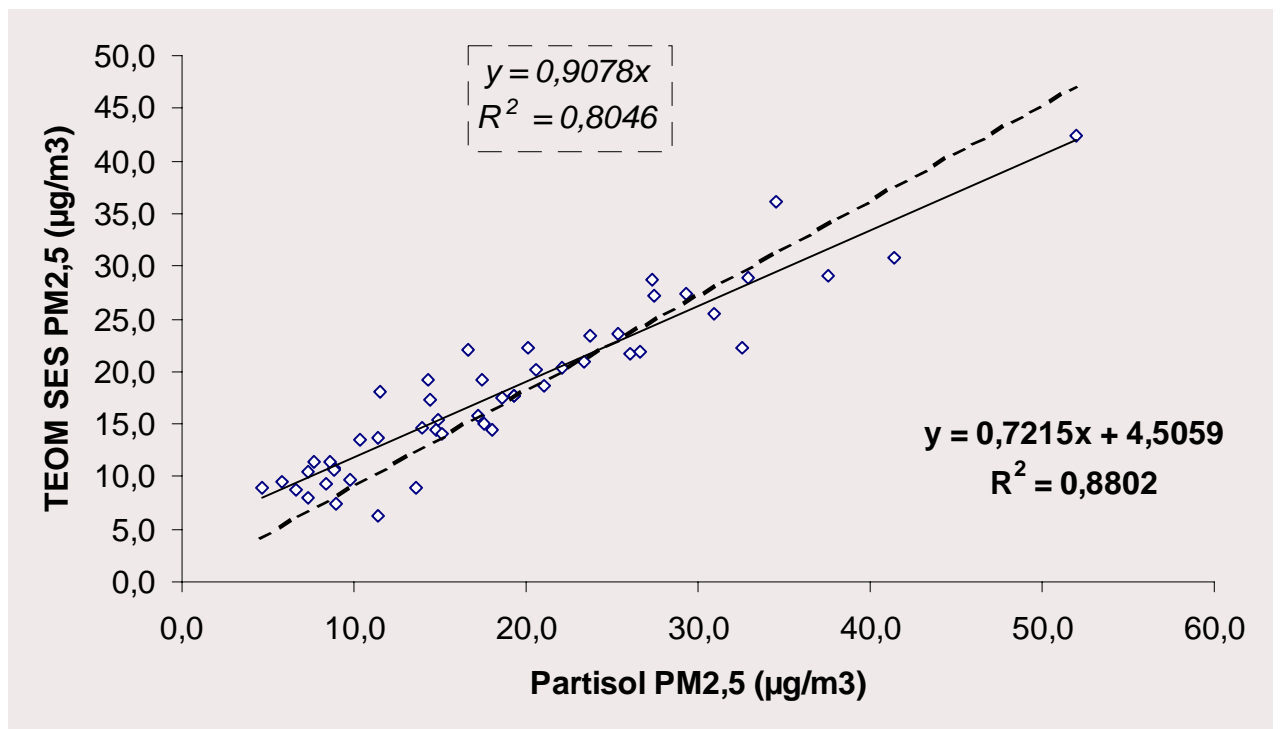


Figure 17: Corrélation entre les mesures gravimétriques Partisol 2025 et TEOM avec SES (valeurs journalières)

Tableau VI: récapitulatif des mesures TEOM avec SES – Partisol 2025 PM_{2.5} en parallèle

Appareil	Partisol Plus	TEOM avec SES
Nombre de données traitées	50	
Minimum (µg.m⁻³)	4,7	6,2
Maximum (µg.m⁻³)	52,0	42,4
Moyenne (µg.m⁻³)	18,8	18,0
Droite de corrélation obtenue	TEOM = 0,722 Partisol+ 4,51	
Coefficient de corrélation	0,938	
Rapport des moyennes	0,962	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM}}{\text{Partisol}} \pm \text{écart-type}$	1,043 ± 0,264	

Pour cette période de mesures, le rapport moyen $\frac{\text{TEOM}}{\text{Partisol}}$ est égal à 1,043 ± 0,264.

L'utilisation du système SES sur le TEOM-PM_{2.5} permettrait donc un accord correct avec la méthode de référence gravimétrique.

En utilisant la droite de régression, le seuil de concentration de 35 µg.m⁻³ (proposition de valeur limite journalière en PM_{2.5} sur une référence gravimétrique) correspondrait à un seuil de 30 µg.m⁻³ sur le TEOM-SES soit une sous-estimation de 5µg.m⁻³ (environ 14%).

En utilisant la régression forcée par zéro, le rapport moyen $\frac{\text{TEOM}}{\text{Partisol}}$ ou le rapport des moyennes, un dépassement du seuil réglementaire journalier envisagé de 35 µg.m⁻³ proposé correspondrait à des valeurs variant entre 32 et 37 µg.m⁻³ sur le TEOM-SES PM_{2.5}.

Pour confirmer que l'efficacité du système SES peut être liée au niveau de concentration en particules, les données ont été étudiées par rapport au seuil arbitraire de $20\mu\text{g}/\text{m}^3$:

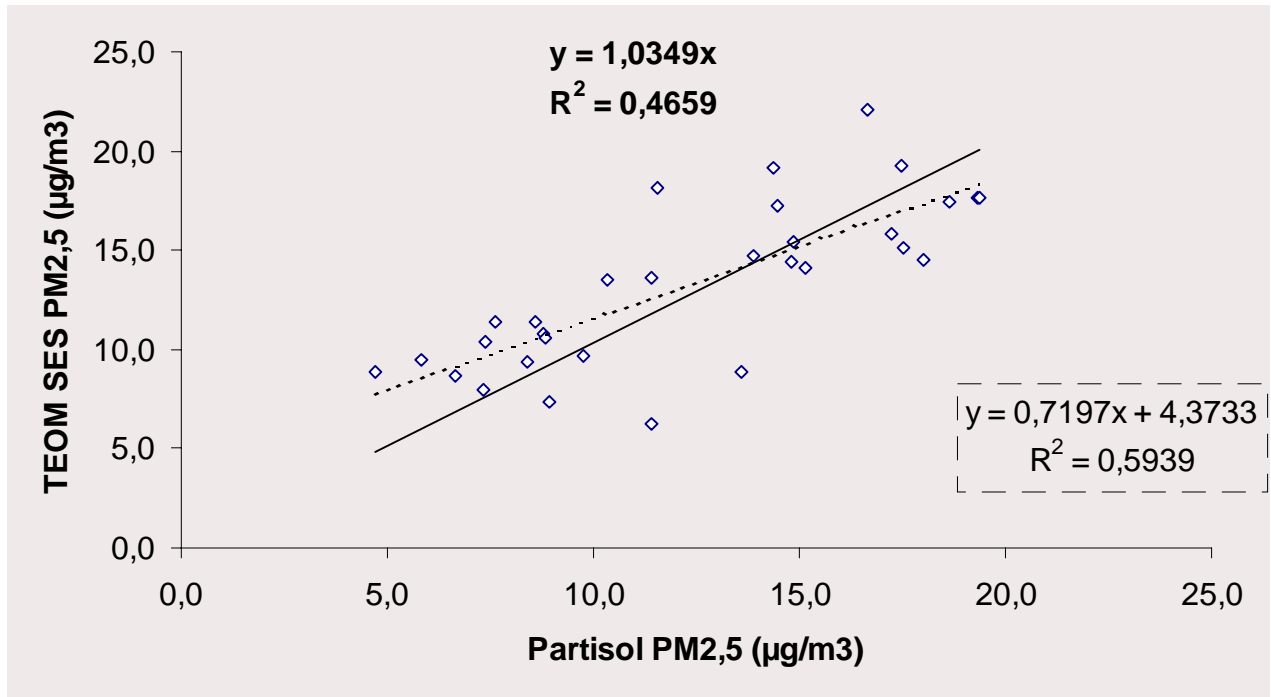


Figure 18: Corrélation entre les mesures journalières Partisol et TEOM avec système SES (concentration moyenne journalière $< 20\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Tableau VII: récapitulatif des mesures TEOM avec SES – Partisol 2025 $\text{PM}_{2,5}$ en parallèle pour une concentration moyenne journalière $< 20\mu\text{g}/\text{m}^3$

Appareil	Partisol Plus	TEOM avec SES
Nombre de données traitées	31	
Minimum ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	4,7	6,2
Maximum ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	19,4	22,1
Moyenne ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)	12,4	13,3
Droite de corrélation obtenue	TEOM = 1,72 Partisol+ 4,37	
Coefficient de corrélation	0,770	
Rapport des moyennes	1,074	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM}}{\text{Partisol}} \pm \text{écart-type}$	1,132 \pm 0,291	

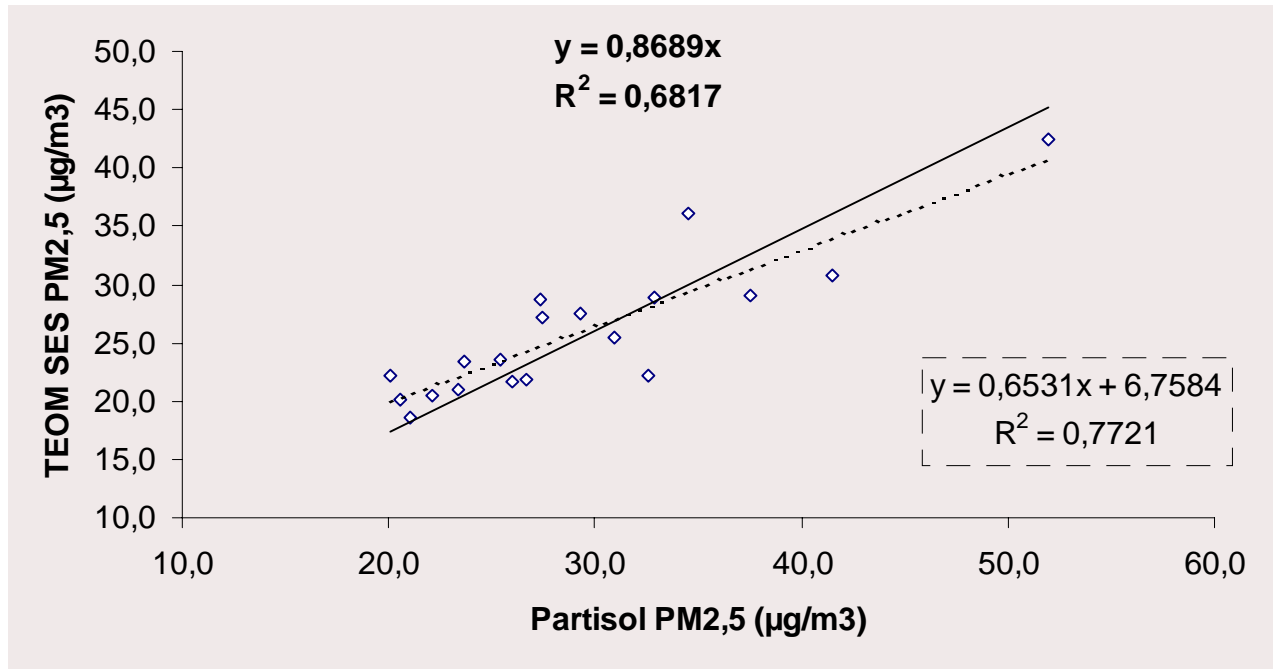


Figure 19: Corrélation entre les mesures journalières Partisol et TEOM avec système SES (concentration moyenne journalière > 20 µg/m³)

Tableau VIII: récapitulatif des mesures TEOM avec SES – Partisol 2025 PM_{2,5} en parallèle pour une concentration moyenne journalière > 20 µg/m³

Appareil	Partisol Plus	TEOM avec SES
Nombre de données traitées	19	
Minimum (µg.m ⁻³)	20,1	18,6
Maximum (µg.m ⁻³)	52	42,4
Moyenne (µg.m ⁻³)	29,2	25,8
Droite de corrélation obtenue	TEOM = 0,653 Partisol+ 6,76	
Coefficient de corrélation	0,879	
Rapport des moyennes	0,884	
Rapport moyen $\frac{\text{TEOM}}{\text{Partisol}} \pm \text{écart-type}$	0,899 ± 0,112	

Dans le cas de notre site d'étude, la comparaison entre la méthode gravimétrique et le TEOM-SES PM_{2,5} selon le niveau de concentration en particules confirme le fait que l'efficacité du système SES diminue avec la concentration en PM_{2,5} (diminution du rapport des moyennes et du rapport moyen au dessus du seuil de 20µg/m³)

3.1.4 Conclusions

Le système SES de déshumidification de l'échantillon de la microbalance TEOM a été développé pour permettre de baisser la température de fonctionnement du TEOM jusqu'à 30°C, ceci afin de limiter les phénomènes de perte en eau de l'aérosol collecté ou la volatilisation de substances volatiles ou semi-volatiles. Sur le site de l'École des Mines de Douai, dans une configuration de mesures des particules PM_{2.5}, ce système montre une efficacité correcte pour des concentrations moyennes journalières inférieures à 20 µg/m³. Il permet alors de donner des résultats très comparables avec la référence gravimétrique. Une utilisation de ce système en situation de fond peut donc être envisagée. Par contre, dans une situation de proximité (automobile, industrielle), le système SES peut s'avérer être d'une efficacité insuffisante au-delà du seuil de 20µg.m³ en moyenne journalière. Il convient enfin de rappeler que ce système est soumis à des contraintes d'installation (modification de montages existants) et à des servitudes de maintenance (nettoyage / régénération des membranes Nafion).

Compte tenu de ces remarques, un tel système ne semble pas être la solution idéale pour combler l'écart entre le TEOM et la référence gravimétrique: Dans une configuration PM_{2.5}, son utilisation semble devoir se limiter aux sites urbains denses soumis à des concentrations moyennes journalières inférieures à 20 µg.m⁻³.

3.2 LE PRELEVEUR SEQUENTIEL DE PARTICULES DANS L'AIR AMBIANT PM162M D'ENVIRONNEMENT SA

Les préleveurs séquentiels sur filtres équipant actuellement les AASQA sont majoritairement des Partisol 2025 de la marque Rupprecht & Patashnick. Bien que ces appareils donnent dans l'ensemble satisfaction, il apparaît utile de connaître les autres solutions techniques disponibles sur le marché. L'objectif de ce rapport est de présenter le nouveau préleveur automatique de particules en suspension de la société Environnement SA.

Cet échantillonneur séquentiel se présente sous la forme d'un coffret de 15kg, de dimension H x L X P = 22 x 48 x 44 cm (cf. figure 18) intégrable dans les baies d'analyse classiques de station de mesure ou en armoire extérieure individuelle, la température de du boîtier doit alors être comprise entre 5 à 40°C.

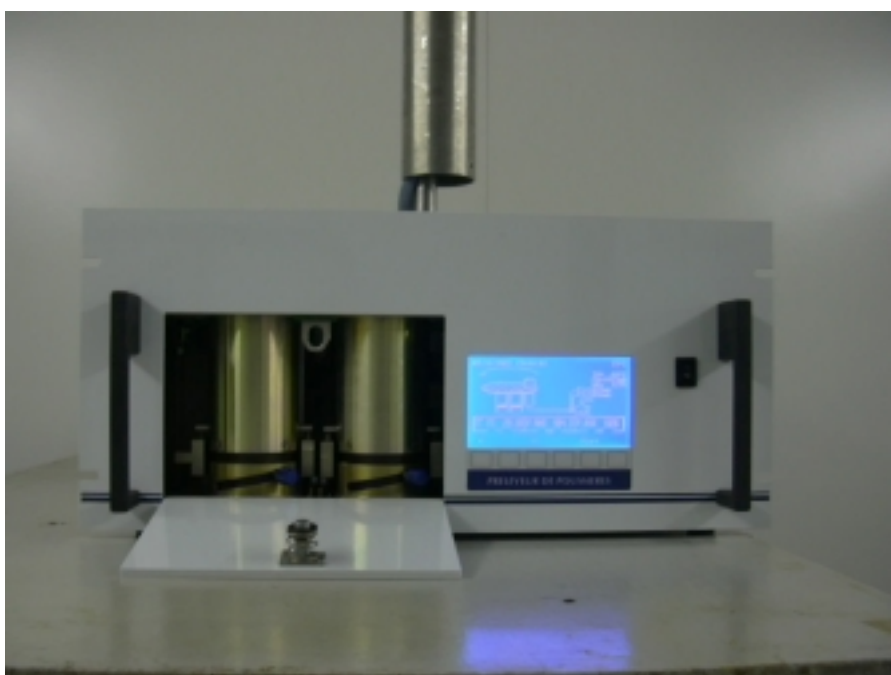


Figure 18 : Vue générale du MP162M en station de mesure

Le tube de prélèvement de longueur variable (de 1 à 2,75 m) est chauffé et régulé en température. L'appareil est fourni avec un capteur de température et d'humidité relative ambiantes afin d'asservir le chauffage de tube à ces 2 paramètres météorologiques. Ceci permet d'avoir une température de prélèvement (donc au niveau du filtre d'échantillonnage) au maximum à 5°C au dessus de la température de l'air échantillonné. Les risques de condensation et d'altération de l'échantillon (perte en matières volatiles) sont alors minimisés.

L'aspiration est assurée par une turbine dimensionnée pour assurer le débit nominal à travers les différents types de média filtrants couramment utilisés (membranes en esters de cellulose ou PTFE, fitres fibreux). Les coupelles porte-filtres sont simples d'utilisation (système à clips), très compactes, privilégiant le faible encombrement (cf. figure 19).

Le prélèvement est réalisé à débit volumique constant, avec compensation à l'aide d'une vanne motorisée de la perte de charge due au filtre et variant avec le dépôt progressif de particules. La pression et la température ambiantes sont prises en compte (cf. figure 20) pour le calcul du volume dans les conditions de prélèvement. Le volume de prélèvement est donc constant, dépend de la consigne choisie en fonction de la tête de prélèvement utilisée et est exprimé en fonction des température et pressions ambiantes.



Figure 19 : Coupelle porte-filtre du PM162M (démontée, avec filtre vierge, avec filtre empoussiéré)

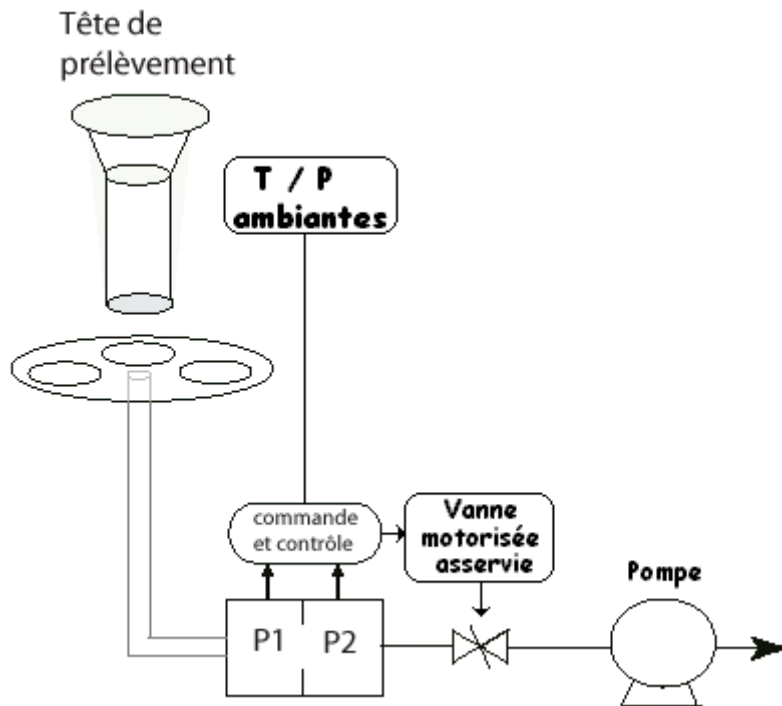


Figure 20 : Schéma de régulation de débit du PM162M

La tête PM_{10} équipant actuellement le PM162M est conforme aux spécifications de la norme EN12341 et nécessite un débit régulé à 2,3 m³/h. Elle peut être ouverte rapidement et aisément à l'aide de deux grenouillères, offrant ainsi un accès aisé et rapide à l'impacteur en vue de son nettoyage. Tous les composants sont en aluminium. Les surfaces, traitées par électrolyse, sont renforcées de zirconium et de titane. Le débit de prélèvement et le seuil de coupure sont facilement modifiables par simple échange de l'impacteur (cf. figures 21 et 22) :

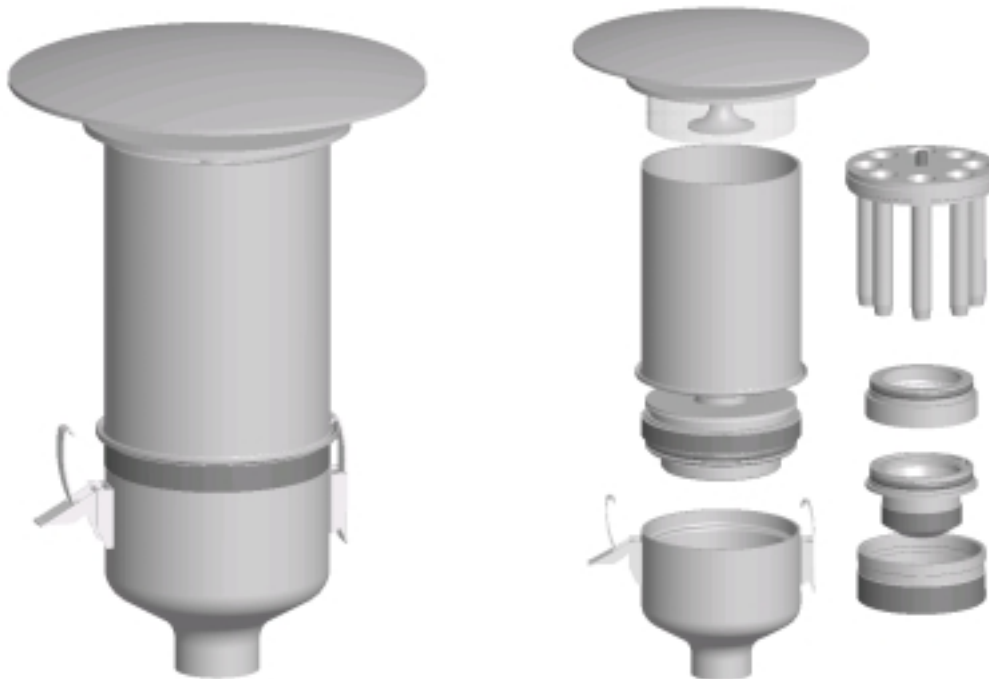


Figure 20 : la tête PM_{10} du préleveur PM162M

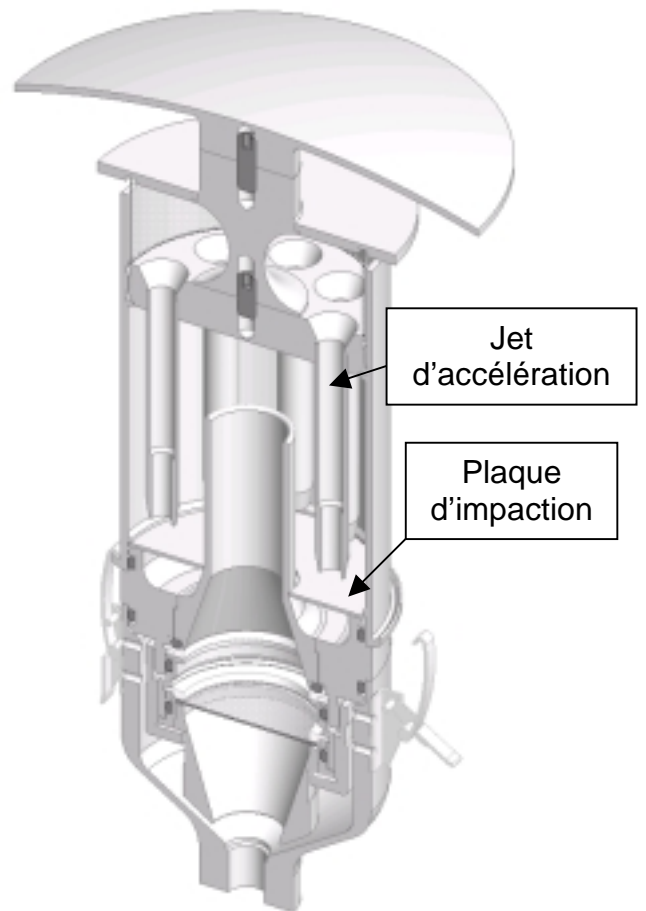


Figure 21 : Vue générale et en coupe de la tête PM₁₀ du MP162M

Le principe de régulation de débit est basé sur la mesure des deux pressions statiques absolues P_1 et P_2 prises de part et d'autre d'un diaphragme, dans une configuration telle que l'écoulement est turbulent.

La valeur du débit Q est donnée par la relation :

$$Q = k \sqrt{P_1 - P_2} \cdot \frac{P_1 \cdot T_{\text{ambiant}}}{P_{\text{ambiant}} \cdot T_1}$$

La constante k est déterminée lors de l'étalonnage du débit par l'utilisateur.

T_1 est la température au niveau du filtre.

La stabilité de la régulation de débit est annoncée à $\pm 2\%$ par le constructeur.

L'appareil est équipé d'un changeur automatique d'une capacité maximale de 22 filtres de diamètre 47 mm, le diamètre de filtration étant de 40 mm en conformité avec la norme EN 12341. L'ensemble des filtres est placé dans un magasin d'approvisionnement en métal. Le mécanisme de changement de porte-filtre est commandé selon un programme de collecte désiré et varié (prélèvement journalier avec changement quotidien ou alterné, prélèvement statistique tel que x h/jour sur le même filtre pendant y jours). L'autonomie maximale est de 3 semaines en cycle de 24h.

L'écran de contrôle à cristaux liquides LCD est similaire à celui utilisé sur les analyseurs de polluants gazeux de la série 2M de la marque Environnement SA (cf. figure 22) :



Figure 22 : Ecran de contrôle du MP162M

Le prix de vente de l'appareil n'est pas encore fixé mais devrait lui permettre d'être concurrentiel par rapport aux appareils actuellement sur le marché. A titre indicatif, le prix du préleveur R&P Partisol 2025 (Partisol Plus) est de 14000 euros HT.

A la prise en main de cet appareil, les premiers commentaires sont les suivants :

- A ce stade de développement (fin d'année 2003), le PM162M mis à la disposition de l'EMD est un prototype nécessitant encore des perfectionnements dont il faudra tenir compte dans la notice de fonctionnement définitive.

- Le schéma fluidique est relativement simple, la procédure d'étalonnage en débit proposée à l'heure actuelle est améliorable. Le fabricant doit intégrer une procédure de contrôle d'étanchéité / test de fuite.

- Le fonctionnement de l'appareil nécessite 3 mesures de pression (P_1 et P_2 pour la régulation de débit, la pression atmosphérique). D'après le constructeur, le type de capteur utilisé est linéaire entre 150 et 1150 millibar sur une plage de température de 0° à 85 °C. L'incertitude maximale est de ± 15 mbar. Sur le PM162M, il existe une routine d'étalonnage pour P_1 et P_2 , le capteur de pression atmosphérique est vérifiable par rapport aux 2 autres au démarrage du préleveur, assurant ainsi une valeur juste nécessaire pour la régulation du débit et pour l'expression des résultats.

- Afin de répondre au mieux à la recommandation de la norme EN12341 concernant le prélèvement dans les conditions ambiantes du site, l'appareil effectue une mesure conjointe de la pression atmosphérique et de la température et hygrométrie relative ambiantes au niveau de la tête de prélèvement. La mesure de la température ambiante couplée à la valeur mesurée en humidité relative assure le déclenchement du chauffage de la ligne à au plus $T_{\text{ambiante}} + 5^\circ\text{C}$, afin d'éviter la condensation sur le filtre et de minimiser la reévaporation des composés volatils. Selon le constructeur, un tel dispositif permettrait une utilisation du préleveur en station dans une baie d'analyse.

- Le fonctionnement de l'appareil utilise 3 mesures de température (la température de l'air échantillonné, la température au niveau du filtre et la température interne de boîtier). Ces capteurs sont étalonnés en usine avec une réponse linéaire garantie de - 55 à 150 °C, avec une incertitude maximale de $\pm 1,0$ °C. Le

constructeur ne prévoit pas pour l'instant de procédure de vérification/étalonnage de ces capteurs, compte tenu de l'incertitude des capteurs.

- L'appareil effectue la mesure d'humidité relative ambiante pour améliorer le prélèvement à la température atmosphérique telle que . Comme pour les capteurs de température, le capteur d'humidité est fourni étalonné pour une mesure de 0 à 100% HR (sans condensation), avec une incertitude maximale de $\pm 2\%$ à 25 °C.
- La régulation de débit sur l'appareil a une stabilité de $\pm 2\%$ selon le fabricant.

4. CONCLUSION GENERALE

Sur le site de Douai, l'utilisation du système SES de déshumidification de l'échantillon sur la microbalance TEOM-PM_{2.5} permet de compenser l'écart entre cette méthode de mesure automatique et la méthode gravimétrique de référence. Cependant, l'efficacité du système semble être liée au niveau de concentration en particules et montrer ses limites en terme d'efficacité lorsque la concentration moyenne journalière est supérieure à 20 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Les contraintes techniques pour l'emploi d'un tel système sont les mêmes que pour une configuration de TEOM en PM₁₀, à savoir une difficulté d'installation sur un matériel déjà en place en station et un entretien de l'appareil pouvant s'avérer coûteux.

Le nouveau préleveur séquentiel à bas volume de particules dans l'air ambiant PM162M de la société Environnement SA est équipé d'une tête de prélèvement PM₁₀ échantillonnant sur filtre de diamètre 47 mm à un débit de prélèvement de 2,3 m³.h⁻¹. Ce débit de prélèvement plus important que celui des appareils actuellement utilisés en AASQA (1 m³.h⁻¹) a donc l'avantage de prélever une quantité de matière plus importante en vue d'une analyse chimique. Cette tête est conforme à la norme EN 12341 et est largement utilisée par certains pays comme l'Allemagne. Cependant, l'appareil mis à la disposition de l'Ecole des Mines de Douai n'était pas l'appareil définitif et présentait quelques imperfections que le constructeur déclare avoir résolu sur les appareils actuellement fabriqués.