

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

Etude n°2
Partie 1

**Métrologie des particules en
suspension**
Mesures des particules fines PM 2.5

Jean-Luc HOUDRET, François MATHE, Richard DIBIAC
Février 2001

SOMMAIRE

Résumé.....	2
1. OBJECTIFS	3
2. ETAT DE LA NORMALISATION.....	3
3. VILLES ET ORGANISMES CONCERNES.....	4
4. SITES DE MESURE ET ÉQUIPEMENTS	5
5. LES MESURES DE PARTICULES.....	6
5.1 LES APPAREILS UTILISÉS.....	6
5.2 LE CONTRÔLE DE L'ÉTALONNAGE DES TEOM.....	7
5.3 MESURE DES PM _{2,5} OU PM ₁₀ PAR GRAVIMÉTRIE.....	7
6. CAMPAGNES DE MESURE	8
6.1 DURÉES ET NOMBRE DE CAMPAGNES PM _{2.5}	8
6.2 CAMPAGNE DE MESURE DES PM ₁₀	8
7. EXPLOITATION DES DONNÉES.....	9

Résumé de l'étude n°2 partie 1 du compte rendu d'activités 2000**Etude suivie par: Jean-Luc HOUDRET****☎ 03 27 71 26 13****METROLOGIE DES PARTICULES EN SUSPENSION
MESURE DES PARTICULES FINES PM 2.5**

Résumé

Les particules en suspension sont mesurées depuis de nombreuses années en terme de masse par unité de volume, d'une manière directe ou indirecte.

Les corrélations entre les concentrations en particules et les phénomènes liés à la santé obtenues avec les PM10 s'étant révélées moins bonnes qu'avec les fumées noires de taille inférieure, le besoin s'est fait sentir de mettre en œuvre des méthodes plus spécifiques de mesure des particules fines de taille inférieure à 2.5 micromètres appelées couramment PM2.5.

Dans le cadre du programme pilote national de surveillance des particules fines lancé par l'ADEME, et des activités LCSQA, l'EMD est chargée d'une mission d'assistance aux réseaux (suivi technique, coordination du programme de mesurages gravimétriques des particules en suspension PM2.5 et également PM10, récupération et traitement des données (cf fiche LCSQA).

Sur une station de mesure par ville concernée, un analyseur automatique TEOM et un préleveur sur filtre PARTISOL, tous deux équipés d'une tête PM2.5, seront installés auprès d'un TEOM-PM10 déjà existant en zone URBAINE DENSE. Chaque ville disposera d'une autre station équipée de deux TEOM, l'un équipé d'une tête PM2.5 et l'autre d'une tête PM10, mais sans préleveur sur filtre.

La tête PM2.5 retenue pour cette étude est la tête PM10 classique complétée du dispositif « Sharp Cut Cyclone SCC ».

La pesée centralisée des filtres des préleveurs PARTISOL sera effectuée par le Département Métrologie et Qualité de l'Ecole des Mines de Douai. Compte-tenu du nombre important de filtres, une station automatique de pesée a été mise au point.

Il est prévu de réaliser 2 campagnes de 2 mois (28 jours), une en hiver et une en été. La première campagne est prévue pendant l'été 2001.

Les deux campagnes par ville devront être réalisées dans la même station URBAINE. Une campagne supplémentaire plus courte et dans quelques villes, pourrait être consacrée à l'échantillonnage sur filtre des PM10 (en ôtant simplement le SCC) afin de faire une comparaison avec les TEOM-PM10.

Le protocole d'exploitation des données sera le fruit d'un travail commun entre les participants, l'animation sera réalisée par l'EMD.

METROLOGIE DES PARTICULES EN SUSPENSION

MESURE DES PARTICULES FINES PM 2.5

1. OBJECTIFS

Afin de répondre aux besoins de connaissance des concentrations en particules et aux recommandations de la directive européenne 1999/30/CE, un programme pilote national de surveillance des particules fines lancé par l'ADEME, est mis en œuvre.

Extrait de la directive : « *les états membres veillent à ce que les stations de mesure fournissant des données sur les concentrations de PM_{2.5} soient installées et exploitées si possible aux mêmes endroits que les points de prélèvement des PM₁₀ ... Des exercices de comparaison des méthodes d'échantillonnage et de mesure des PM_{2.5} sont effectués dès que possible* ».

Dans le cadre de ce programme et des activités LCSQA, l'EMD est chargée d'une mission d'assistance aux réseaux (suivi technique, coordination du programme de mesurages gravimétriques des particules en suspension PM_{2.5} et également PM₁₀, récupération et traitement des données (cf fiche LCSQA).

Les objectifs de ce programme pilote sont les suivants :

- Répondre aux recommandations de la directive européenne d'avril 1999 ,
- Participer aux travaux préparatoires des PM_{2.5} (paragraphe V de l'annexe IX de la directive) en "effectuant des exercices de comparaison de méthode d'échantillonnage et de mesure",
- Etre cohérent avec les normes actuelles, publiées ou en cours d'élaboration.
- profiter de la mise en place de ces nouveaux préleveurs pour effectuer une comparaison entre les TEOM-PM₁₀ et la mesure gravimétrique des PM₁₀ en vue de déterminer un éventuel facteur correctif à appliquer aux méthodes automatiques afin de les rendre équivalentes aux méthodes gravimétriques prises comme référence.

2. ETAT DE LA NORMALISATION

ISO 7708 - éq. EN 481	Qualité de l'air - Définitions des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé
-----------------------	---

Commentaires : ces normes définissent les conventions de fractions de tailles de particules, thoraciques, inhalables et alvéolaires : PM10 , PM4 et PM2.5 .

NF X 43-023 : 1991	Air ambiant – Mesure de la concentration des matières particulaires en suspension dans l'air ambiant – Méthode gravimétrique
--------------------	--

Commentaires : cette norme très peu utilisée décrit la méthode de pesée des filtres d'échantillonnage respectant la norme précédente XP X 43-021 .

EN 12341 :1999	Qualité de l'air – Détermination de la fraction MP10 de matière particulaire en suspension
----------------	--

Commentaires : cette norme européenne définit uniquement des têtes de prélèvement PM10, soit de référence, soit équivalentes, qui peuvent équiper des appareils décrits dans les normes XP X 43-021, NF X 43-017 .

PrEN CEN 264/WG15	Méthode gravimétrique de référence pour la détermination de la fraction PM2.5 de la matière particulaire en suspension dans l'air ambiant
-------------------	---

Commentaires : en cours d'élaboration, cette norme décrit les appareils complets d'échantillonnage et/ou d'analyse des particules PM2.5 , soit de référence, soit équivalents.

3. VILLES ET ORGANISMES CONCERNES

Le laboratoire de Métrologie-Qualité de l'Ecole des Mines de Douai est associé à ce programme pour la partie gravimétrique. Les AASQA impliquées dans ce programme sont soit :

- participantes : il s'agit des villes ayant participé au programme InVS de coordination de pôles locaux de surveillance épidémiologique (8 villes), ou concernées par des programmes spécifiques (ERPUR et VESTA, 2 villes),
- associées : il s'agit des villes ayant exprimé le souhait d'implication.

Tableau 1 : AASQA concernées par le programme pilote

AASQA participantes	VILLE	Nb de stations urbaines existantes en 2000
AIRPARIF	Paris	3
COPARLY	Lyon	2
ORAMIP	Toulouse	2
AIRMARAIX	Marseille	2
AIRAQ	Bordeaux	2
ASPA	Strasbourg	2

AREMALM	Lille	2
REMAPPA	Rouen	2
ALPA	Le Havre	2
ASCOPARG	Grenoble	1
AASQA associées	VILLE	Nb de stations U
ATMO-AUVERGNE	Clermont-Ferrand	1
AIR-LR	Montpellier	1

Les villes concernées sont listées dans le tableau 1 ci-dessus.

Note :en ce qui concerne PARIS, ce programme est en cours de réalisation dans le cadre d'une collaboration AIRPARIF-INERIS.

4. SITES DE MESURE ET EQUIPEMENTS

Sur chaque station de mesure concernée de type I, un analyseur automatique TEOM et un préleveur sur filtre PARTISOL, tous deux équipés d'une tête PM2.5, sont installés auprès d'un TEOM-PM10 déjà existant en zone URBAINE DENSE.

Chaque ville dispose d'une autre station de type II, équipée de deux TEOM, l'un équipé d'une tête PM2.5 et l'autre d'une tête PM10, mais sans préleveur sur filtre.

Les prélèvements sur filtre seront journaliers; les filtres prépesés seront fournis dans leurs cassettes de maintien qui seront empilées dans des chargeurs de 15 filtres, assurant ainsi une autonomie de 2 semaines, incluant un "blanc terrain".

Un mode opératoire incluant l'organisation de la transmission des filtres, leur manipulation sur le terrain, le contrôle des échantillonneurs et la récupération des données relatives aux mesures gravimétriques, sera fourni aux AASQA.

L'EMD a fait l'acquisition d'un lot de 3600 filtres, en une seule fois afin de disposer des filtres les plus homogènes possibles, tant en masse qu'en composition chimique.

Le matériel de maintien et de transport des filtres devra être disponible en quantités suffisantes pour que l'EMD puisse gérer le fonctionnement temporel des campagnes sans être tributaire des délais de retour des filtres exposés. Afin de disposer en tout de 5 chargeurs comprenant chacun 15 cassettes et 3 valises de transport, l'EMD complètera l'équipement déjà disponible dans les réseaux.

5. LES MESURES DE PARTICULES

5.1 Les appareils utilisés

Les appareils suivants seront utilisés :

- L'analyseur TEOM équipé de la tête ANDERSEN classique pour les PM10 ,
- L'analyseur TEOM équipé de la tête ANDERSEN PM10 classique complétée du dispositif «Sharp Cut Cyclone » (SCC) pour la mesure des PM2.5 ,
- L'échantillonneur séquentiel PARTISOL PLUS équipé de la tête ANDERSEN PM10 classique complétée du dispositif «Sharp Cut Cyclon » (SCC) pour la mesure des PM2.5 par gravimétrie avec un comparateur de masse au μg disponible à l'EMD.

Selon les essais déjà réalisés au niveau européen, (CEN 264 / GT6 et GT15), les têtes PM10 doivent être démontées et nettoyées 1 fois par semaine et graissées. Dans la pratique de routine, il semble peu probable que cette maintenance astreignante soit réalisée à la fréquence indiquée par les travaux CEN. Cependant, pour les besoins du programme pilote, cette maintenance sera réalisée au début, au milieu et en fin de chaque campagne.

Ce dispositif a les caractéristiques suivantes :

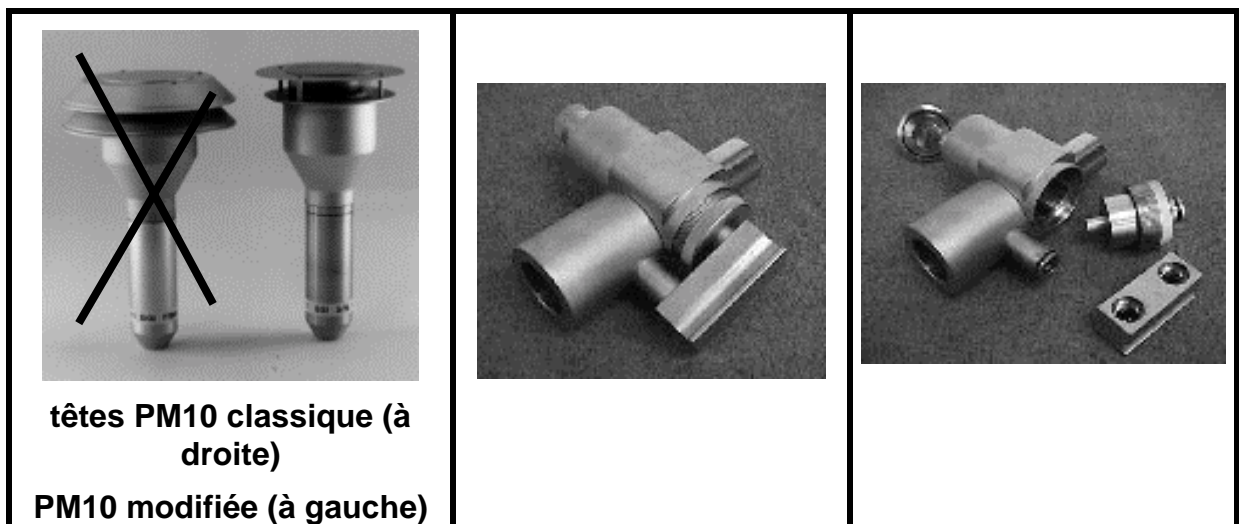


Figure 1: Le dispositif « Sharp Cut Cyclone »

- échantillonnage par effet cyclone (pas de graissage intérieur),
- long intervalle entre nettoyages,
- utilisation directe en aval d'une tête PM10 classique et entraîne un coût moindre,

- pour l'instant pas reconnu par l'USEPA, mais semble équivalent à d'autres têtes PM2.5 (ex : l'impacteur WINS , cyclone URG , ...) d'après les tests de comparaison effectués au Health and Safety Laboratory de Sheffield (UK) .

5.2 Le contrôle de l'étalonnage des TEOM

Les travaux EMD-LCSQA 1999 serviront de base de travail pour le contrôle de l'étalonnage des 2 analyseurs en continu. Il est basé sur la mesure de la fréquence d'oscillation, alternativement de l'élément vibrant à vide, puis de cet élément muni d'un filtre de masse connue. Le calcul permet de contrôler la conformité de la constante d'étalonnage saisie dans l'appareil.

L'EMD devrait mettre en circulation des filtres de masse connue, avec une procédure adaptée.

Des contrôles des débits d'échantillonnage seront réalisés par les réseaux avec une assistance de l'EMD si nécessaire.

Ainsi, une comparaison relative des PM10 et des PM2.5 sera viable si les 2 appareils sont contrôlés de la même manière.

Des travaux EMD-LCSQA antérieurs ont permis d'estimer la répétabilité de l'analyseur TEOM ($\pm 7,2 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, rapport d'activités EMD 1997). Cela permettra de compenser l'absence de duplication des appareillages.

5.3 Mesure des PM2,5 ou PM10 par gravimétrie

Les mesures gravimétriques seront journalières.

Il existe un grand nombre de médias filtrants disponibles commercialement pour la mesure des aérosols. Le paramètre le plus important pour choisir un filtre est l'efficacité de collecte appropriée à la granulométrie de l'aérosol à échantillonner.

Pour la mesure des PM2.5 par gravimétrie, le choix du filtre à utiliser pour la mesure des PM2.5 s'est porté sur les filtres en téflon "Zefluor de Gelman" ; la membrane poreuse est constituée de téflon PTFE hydrophobe. L'efficacité de collecte est très grande malgré une perte de charge généralement élevée ; dans le cas de ce programme, le débit de prélèvement faible ($1 \text{ m}^3\cdot\text{h}^{-1}$) limite ce défaut. Les particules sont collectées en surface. Etant donné une épaisseur moyenne plus faible que celle des filtres en fibres, entre 25 et 150 μm , la manipulation peut s'avérer délicate (filtre peu rigide, accumulation d'électricité statique). Le filtre retenu est le Zefluor-Gelman de taille de pores $2\mu\text{m}$. Sa structure en PTFE supporté rend sa manipulation relativement facile. Ce filtre est celui retenu dans le cadre de la mesure des métaux lourds dans les PM10.

La pesée centralisée des filtres des préleveurs séquentiels sera effectuée par le Département Métrologie et Qualité de l'Ecole des Mines de Douai. Compte-tenu du nombre important de filtres, une station automatique de pesée a été de mise au

point. Elle est constituée d'un passeur automatique et d'un comparateur de résolution $1\mu\text{g}$. Le problème d'électricité statique lors de la pesée est traité.

Un protocole de pesée a été rédigé.

6. CAMPAGNES DE MESURE

6.1 Durées et nombre de campagnes PM2.5

Deux campagnes de 2 mois consécutifs, l'une en période hivernale et une en période estivale seront réalisées afin d'assurer des longueurs suffisantes aux séries chronologiques de données, permettant un traitement statistique le plus pertinent possible.

Les campagnes successives par ville devront se réaliser dans la même station URBAINE.

6.2 Campagne de mesure des PM10

Dans le cadre des recommandations européennes sur la mesure des particules, il est conseillé aux Etats Membres d'entreprendre des mesures en parallèle entre méthode automatique et méthode de référence sur au moins 1 site par Etat Membre, ou région de l'Etat Membre dans le cas où des facteurs tels que la température, l'humidité relative, la composition de l'aérosol sont soumis à variation, ce qui semble être le cas de la France.

Des tests montrant l'équivalence du R&P Partisol Plus-2025 selon la norme EN12341 (effectués par le TUV) sont en passe d'être publiés.

Il apparaît donc important qu'une campagne supplémentaire soit consacrée à l'échantillonnage sur filtre des PM10 afin de faire une comparaison avec les TEOM-PM10.

Cela pourrait se faire de deux manières :

- Soit simplement ôter le SCC et faire cette campagne en dernier,
- Soit disposer sur le site concerné un PARTISOL supplémentaire équipé en PM10, et de travailler en parallèle avec la gravimétrie PM2.5.

Cela relèvera d'une démarche volontaire des réseaux.

Il est préférable d'organiser une campagne supplémentaire après toutes les autres, afin d'assurer une solidité statistique optimale aux traitements des données qui seront effectués sur les mesures des PM2.5 et d'éviter toute confusion éventuelle.

7. EXPLOITATION DES DONNEES

Le protocole d'exploitation des données sera le fruit d'un travail commun entre les participants, l'animation sera réalisée par l'EMD.

Les réseaux pourront assurer leur propre exploitation locale.

Une centralisation des données sera réalisée à l'EMD en vue de la rédaction des rapports qui seront réalisés en étroite liaison avec les exploitants des stations concernées.

Il sera indispensable que chaque AASQA dispose des données météorologiques pour chaque journée de mesure soit sous la forme de moyennes ou de tendance pour : vent, pluie, température et pression, dont la prise en compte sera indispensable pour une meilleure interprétation des résultats.

L'ensemble des résultats validés issus des TEOM et capteurs de paramètres météorologiques sera communiqué par les AASQA à l'EMD en fin de chaque campagne afin d'effectuer des bilans progressifs et pour un traitement final au niveau national.

La transmission de ces données se fera à partir des postes centraux des réseaux après discussion entre l'ADEME et les AASQA afin de faciliter l'opération.

Les comparaisons entre :

Sur la station de type I, (3 appareils) :

- les PM2,5 automatiques (TEOM) et les PM10 automatiques (TEOM),
- les PM2,5 par gravimétrie et PM2,5 TEOM,

et sur la station de type II, (2 appareils) :

- les PM2,5 automatiques (TEOM) et les PM10 automatiques (TEOM),

seront réalisées par groupes de situations météorologiques.