



Cahier des charges dédié au développement d'un Générateur d'Aérosols de Référence Portable

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

CAHIER DES CHARGES DEDIE AU DEVELOPPEMENT D'UN GENERATEUR D'AEROSOLS DE REFERENCE PORTABLE (GARP)

François Gaie-Levrel (LCSQA-LNE)

Décembre 2021

Vérification : T. Amodeo (LCSQA-INERIS) et F. Mathé (LCSQA-IMT NE)

Approbation : T. Macé (LCSQA-LNE)

LE LABORATOIRE CENTRAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L'AIR

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de l'IMT Nord Europe, de l'Ineris et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère chargé de l'Environnement. Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au ministère et aux AASQA.

L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre des réglementations nationales et européennes mais aussi dans un cadre plus prospectif destiné à fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper les évolutions futures.

TABLE DES MATIERES

RESUME	6
ABSTRACT	7
1. CONTEXTE ET LIEN AVEC LES ETUDES PRECEDENTES	8
2. DESCRIPTION DES SOUS-ELEMENTS COMMERCIAUX DU SYSTEME GARP	9
2.1 Système d'air comprimé séché et filtré	10
2.2 Vanne « air comprimé »	10
2.3 Générateur d'aérosols.....	10
2.4 Système de séchage d'aérosols	11
2.5 Vanne de distribution.....	11
2.6 Filtres HEPA	11
2.7 Résumé des sous-éléments commerciaux du système GARP	11
3. MONTAGE DU SYSTEME GARP	12
4. CARACTERISATION METROLOGIQUE DU SYSTEME GARP	12
4.1 Le porte-filtre externe	13
4.2 La régulation de débit	13
4.3 Le protocole de caractérisation	13
4.4 Traitement des résultats	16
5. PROTOCOLE D'UTILISATION DU SYSTEME GARP	16
5.1 Etapes préliminaires avant utilisation.....	16
5.2 Couplage du système GARP	17
5.3 Mise en fonctionnement et synchronisation du système GARP	17
6. CONCLUSION GENERALE	20
7. REFERENCES	20

RESUME

La microbalance à variation de fréquence et la jauge radiométrique sont des appareils de mesure très répandus au sein des Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces instruments permettent de mesurer en continu la concentration massique des particules en suspension dans l'air (en $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$) alors que la méthode gravimétrique nécessite des pesées postérieures au prélèvement.

A l'heure actuelle, ces appareils sont contrôlés à l'aide de cales étalons au niveau d'un paramètre intermédiaire (fréquence, densité surfacique) mais sans tenir compte de la phase particulaire prélevée. C'est pourquoi le LCSQA-LNE a développé une méthode de contrôle en masse des microbalances à variation de fréquence et des jauges radiométriques. La méthode consiste à générer des particules à des concentrations connues et stables et à les faire prélever par les appareils dans des conditions proches de leur fonctionnement « normal ». Un système de génération d'aérosols, nommé GARP pour « Générateur d'Aérosol de Référence Portable », a ainsi été développé puis caractérisé (Gaie-Levrel et al., 2017). Son protocole d'utilisation a été optimisé par des expériences menées sur le terrain entre 2013 et 2017 (LCSQA, 2013-2017).

A la suite de ces travaux le LCSQA-LNE propose dans ce rapport un cahier des charges technique (CDC) permettant aux AASQA de fabriquer leur propre système GARP afin de vérifier le bon fonctionnement des appareils mesurant les concentrations massiques particulières en temps réel.

ABSTRACT

The frequency-varying microbalance and radiometric gauge are widely used measuring devices within Approved Air Quality Monitoring Associations (AASQA). These instruments make it possible to continuously measure the mass concentration of particles suspended in the air (in $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$) while the gravimetric method requires weighing after sampling.

It is important to note that these devices are checked using calibration filter but without taking into account the particulate phase sampled. This is why the LCSQA-LNE has developed a method for mass control of frequency-varying microbalances and radiometric gauges. The method consists of generating particles at known and stable concentrations and sampling them by the instrument under conditions close to their "normal" operation. An aerosol generation system, named GARP for "Portable Reference Aerosol Generator", was thus developed and then characterized (Gaie-Levrel et al., 2017). Its protocol for use was optimized by experiments carried out in the field between 2013 and 2017 (LCSQA, 2013-2017).

The LCSQA-LNE proposes in this report a technical specification allowing the AASQA to manufacture their own GARP system in order to verify the correct operation of instruments dedicated to the particulate mass concentrations measurements in real time.

1. CONTEXTE ET LIEN AVEC LES ETUDES PRECEDENTES

Les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) ont pour mission de mesurer les concentrations des polluants dans l'air ambiant. Parmi ces polluants, se trouvent les fractions particulaires PM_{10} et $PM_{2.5}$ dont il convient de mesurer les concentrations massiques conformément à la directive européenne 2008/50/CE. Au sein du LCSQA, le LNE a pour mission d'assurer la traçabilité des mesures de concentrations massiques de particules réalisées par les AASQA.

Dans ce cadre, le LCSQA-LNE a développé un dispositif permettant de vérifier le bon fonctionnement des appareils mesurant les concentrations massiques particulaires au sein des AASQA. Ce système de génération d'aérosols, nommé GARP pour « Générateur d'Aérosol de Référence Portable », consiste à générer un aérosol caractérisé par des concentrations connues et stables dans le temps.

Entre 2012 et 2014, le système GARP a été développé puis caractérisé en déterminant sa répétabilité et sa reproductibilité grâce à la méthode gravimétrique et par son couplage avec des microbalances à élément oscillant (TEOM-FDMS) (LCSQA, 2012, 2013, 2014). En 2015, le GARP a été optimisé de par sa miniaturisation afin de le rendre plus léger et donc plus facilement transportable et plus autonome (LCSQA, 2015). En 2016, afin de rendre ce dispositif versatile, la procédure a également été appliquée au contrôle des jauges radiométriques en complément des caractérisations déjà réalisées pour l'utilisation du système GARP avec les TEOM-FDMS (LCSQA, 2016).

En 2017, afin d'approfondir l'évaluation du système GARP lors d'applications directes sur le terrain, ce dernier a été envoyé successivement à 7 AASQA volontaires qui ont réalisé des essais sur différents types d'instruments mesurant les concentrations massiques de particules (TEOM/TEOM-FDMS et jauges radiométriques). Il a été observé que 67 % des masses mesurées par les TEOM/TEOM-FDMS et 65 % des mesures des jauges radiométriques étaient comprises dans les zones de référence définies par la méthode gravimétrique pour des temps de génération de 12, 24 et 36 minutes (LCSQA, 2017).

En 2018, afin de déterminer ses performances métrologiques en lien avec les mesures effectuées par les jauges radiométriques, le générateur GARP a été caractérisé au LCSQA-LNE en utilisant la méthode gravimétrique à un débit de prélèvement égal à celui des jauges radiométriques, soit $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Les résultats liés à cette caractérisation ont conduit à des écarts-types relatifs de reproductibilité compris entre 5,9 % et 16,9 % (LCSQA, 2018).

Ces essais ont ainsi montré que le GARP du LNE offre de nouvelles perspectives dans la compréhension du fonctionnement et des données des appareils mesurant en continu la concentration massique des particules en suspension dans l'air. Il permet une vérification complète, allant du prélèvement au système de mesure, renforçant ainsi la fiabilité métrologique.

A la suite de ces travaux le LCSQA-LNE a proposé de rédiger un cahier des charges technique (CDC) présentant :

- la description des sous-éléments du système GARP disponibles dans le commerce,
- un schéma de montage,
- sa caractérisation métrologique et le protocole associé,
- le protocole d'utilisation du système GARP.

Ainsi, ce CDC permettra aux AASQA de s'équiper d'un système GARP permettant de vérifier le bon fonctionnement des appareils mesurant les concentrations massiques particulières.

2. DESCRIPTION DES SOUS-ELEMENTS COMMERCIAUX DU SYSTEME GARP

Le dispositif GARP est composé des sous-éléments suivants, à savoir :

- ➔ un système d'air comprimé séché et filtré,
- ➔ une vanne « air comprimé »,
- ➔ un générateur d'aérosol,
- ➔ un système de séchage d'aérosol,
- ➔ un condenseur,
- ➔ une vanne de distribution,
- ➔ des filtres HEPA (Haute Efficacité pour les Particules Aériennes).

La Figure 1 décrit l'assemblage de ces différents éléments du système GARP.

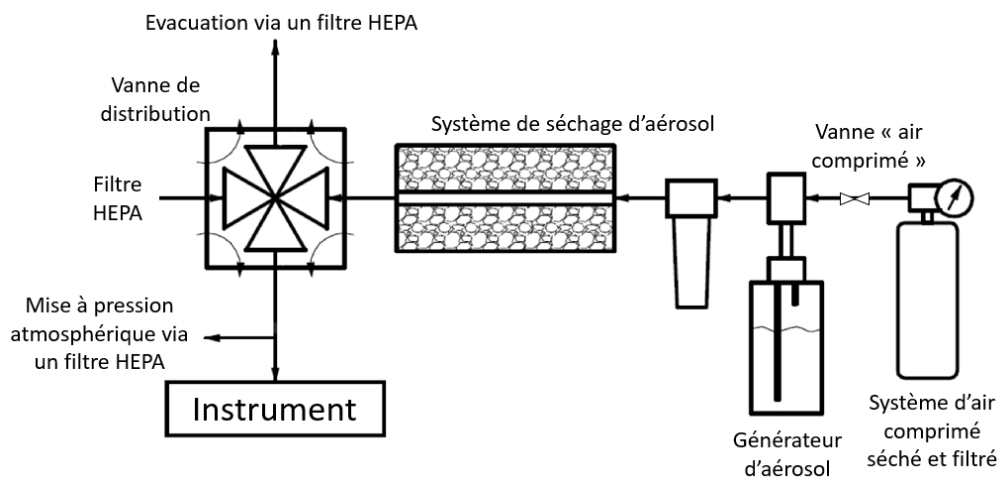


Figure 1: Schéma de couplage des sous-éléments du système GARP

2.1 Système d'air comprimé séché et filtré

Le système d'air comprimé permet d'alimenter le générateur d'aérosol. Il conviendra d'utiliser un air comprimé séché et filtré. ***Pour ce faire, un réseau d'air comprimé ou l'utilisation d'un compresseur est conseillé avec un système de filtration et séchage adapté.*** Les spécifications minimales sont les suivantes : un débit maximal de 56 L.min⁻¹ à 2 °C, une pression d'entrée maximale de 150 psig (1000 kPa). Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier le ***modèle 3074B de la société TSI inc.*** comme bloc d'alimentation en air séché et filtré le plus adapté. Afin de s'affranchir de l'utilisation d'un système de séchage/filtration, ***l'utilisation d'une bouteille d'air synthétique comprimé doté d'un manomètre adapté est également possible.*** Cependant, la consommation de gaz associée à l'utilisation de bouteille d'air comprimé sera à considérer en termes de budget et de temps d'utilisation.

2.2 Vanne « air comprimé »

En aval du système d'air comprimé, ***une vanne à boisseau sphérique (ex : du type SS-43GS6MM de la société Swagelok)*** est recommandée afin de contrôler l'alimentation du générateur d'aérosol.

2.3 Générateur d'aérosols

Afin de produire un aérosol, ***un générateur de type nébuliseur*** est conseillé afin de générer un aérosol ayant (1) - une distribution granulométrique en nombre polydispersée et monomodale caractérisée par un diamètre modal se situant autour de 50 nm – 60 nm et (2) – une concentration en nombre stable dans le temps située autour de 10⁶ particules.cm⁻³. Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier les ***modèles 3076 de TSI inc. ou du modèle AGF10.0 de PALAS.*** Dans le cadre de son développement au LCSQA-LNE, une solution de KCl a été utilisée afin de limiter les phénomènes de colmatage de filtres en utilisant des cristaux de KCl (***référence VWR 1.04936.0500*** à titre d'exemple). Une concentration à 0,1 g.L⁻¹ est recommandée en diluant ces cristaux dans de l'eau Milli Q (commercialisée par la société Millipore). Cependant, toute solution et/ou suspension colloïdale peut être utilisée dans le cadre de l'utilisation du système GARP. Il est important de préciser que la pression associée à l'alimentation en air comprimé du générateur devra être optimisée afin d'obtenir un débit d'aérosols supérieur à 3 L.min⁻¹.

2.4 Système de séchage d'aérosols

En aval du générateur, un système de séchage est nécessaire dans le cas de la nébulisation d'une solution ou d'une suspension colloïdale aqueuse. Entre le générateur et ce système, l'utilisation d'un condenseur permettant la récupération de gouttelettes de condensation est conseillée afin de ne pas entraîner une saturation de son gel de silice. **Un sécheur de type dessiccateur intégrant du gel de silice déshydratant coloré (sans chlorure de cobalt) est conseillé (référence CAS 112926-00-8).** Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier le **modèle 3062-NC de TSI inc. étant donné qu'il intègre un condenseur. Mais d'autres systèmes sont disponibles tel que le modèle DDU-570 de TOPAS. Concernant le gel de silice, la référence BOHLV1895-12 de VWR est proposée.**

2.5 Vanne de distribution

En aval du sécheur, une vanne 4 voies est nécessaire pour la distribution de l'aérosol généré vers l'instrument de mesure. Cette vanne comprend une première voie raccordée à la sortie du système de séchage d'aérosols précité, une deuxième voie venant se raccorder à l'analyseur automatique de particules, une troisième voie débouchant vers l'atmosphère via un filtre HEPA et une quatrième voie utilisée en tant qu'évacuation et à connecter à un système d'extraction de gaz ou bien à un filtre HEPA. Il faudra privilégier une vanne 4 voies avec des sections internes assez larges ne limitant pas le débit d'aérosols et ayant peu d'influence en termes de pertes particulaires et de perte de charge. Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier **la vanne 4 voies à boisseau sphérique Swagelok ayant pour référence SS-45YF8 avec quatre adaptateurs ayant pour référence SS-10-MTA-1-8.**

2.6 Filtres HEPA

Des filtres HEPA (Haute Efficacité pour les Particules Aériennes) sous forme de capsules sont nécessaires dans le montage du système GARP, aussi bien pour générer un air propre du point de vue de la fraction particulaire que pour protéger les utilisateurs vis-à-vis des évacuations. Un filtre HEPA doit éliminer 99.97% des particules de 0.3 µm. Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier **le modèle 514-4092 chez VWR.**

2.7 Résumé des sous-éléments commerciaux du système GARP

Le Tableau 1 présente un résumé des sous-éléments conseillés pour le système GARP et disponibles dans le commerce.

Tableau 1 : Résumé des sous-éléments du système GARP

Sous –élément	Fournisseur	Référence
Système d'air comprimé séché et filtré	TSI inc.	3074B
Vanne « air comprimé »	Swagelok	SS-43GS6MM
Générateur d'aérosols	TSI inc.	3076
	PALAS	AGF10.0
Système de séchage d'aérosols	TSI inc.	3062-NC
	TOPAS	DDU-570
Gel de silice	VWR	BOHLV1895-12
Vanne de distribution avec adaptateurs	Swagelok	SS-45YF8 + SS-10-MTA-1-8 (4 unités)
Filtre HEPA	VWR	514-4092 (3 unités)
Tuyau de diamètre interne 8mm (voir paragraphe 3)	TSI	3001789

3. MONTAGE DU SYSTEME GARP

Le système GARP peut être assemblé et utilisé aussi bien sur une paillasse de laboratoire qu'au sein d'une valise renforcée pour le transport de matériel fragile (ex : valise de transport avec mousses de type Pelicase). Les sous-éléments précédemment décrits sont ainsi couplés par des tuyaux souples en matériau imprégné au carbone afin de limiter les pertes électrostatiques (voir Figure 1 pour l'ordre d'assemblage). Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier **un tuyau de diamètre interne 7,9 mm (correspondant à un raccord cannelé 3/8") et vendu par la société TSI avec la référence 3001789**. Les longueurs et les cintrages de ces conduits doivent être réduits autant que possible. La Figure 1 présente le schéma de couplage à respecter. Notons que la voie de mise à pression atmosphérique sera connectée à un filtre HEPA lors du couplage à un instrument. Cette phase est détaillée au paragraphe 4.3.

4. CARACTERISATION METROLOGIQUE DU SYSTEME GARP

Afin de déterminer les performances métrologiques du dispositif GARP, il est conseillé de mener une caractérisation en laboratoire par méthode gravimétrique à un débit de prélèvement égal à celui de la partie « microbalance » des TEOM-FDMS & 1405-F ou égal au débit total des jauges radiométriques, soit $3L.min^{-1}$ et $1 m^3.h^{-1}$ respectivement, pour des temps de génération de 12, 24 et 36 minutes.

La méthode gravimétrique consiste à prélever les particules produites par le générateur d'aérosols sur un filtre placé dans un porte-filtre externe et à peser ce filtre sur une balance de précision ayant une résolution au μg . Elle permet : (1) - de déterminer les masses de référence de particules générées, (2) - de déterminer les incertitudes de répétabilité et de reproductibilité dans le temps du générateur de particules.

Dans le cadre de cette caractérisation, 9 mesures par temps de génération (12, 24 et 36 minutes) doivent être réalisées, soit un total de 27 mesures (cf. § 4.3).

4.1 Le porte-filtre externe

Pour réaliser la caractérisation par méthode gravimétrique, un porte filtre classique adapté pour des filtres de 47 mm est conseillé. ***Pour le porte-filtre, la référence 300-0002 du fournisseur VWR est recommandée.*** Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier ***les filtres « Pallflex® » de type « Emfab™ TX40HI20-WW » constitués de microfibres de verre borosilicate renforcées avec un tissu de verre tissé et collé grâce à du PTFE.***

4.2 La régulation de débit

En aval du porte-filtre, un système de régulation de débit massique (RDM) doit être utilisé dans une plage de régulation allant de 0,4 à 20 L.min⁻¹. Ce RDM devra nécessairement être couplé à une pompe à vide. Les tests effectués par le LCSQA-LNE ont permis d'identifier ***le régulateur de débit massique vendu par la société Bronkhorst avec la référence F-111B-20K-AAD-22-V avec un couplage à une vanne de régulation ayant pour référence F-004AC-LUU-22-V. En aval, une pompe à vide à membrane ayant pour référence N 840.3 FT.18 ou N 840.1.2 FT.18 chez VWR est proposée.*** Toute pompe ayant des caractéristiques de performances identiques peut cependant convenir.

4.3 Le protocole de caractérisation

Les Figures 2 (A & B) présentent le schéma de couplage du système GARP avec le porte-filtre externe de 47 mm pour une caractérisation dans le cadre de l'utilisation avec une microbalance à variation de fréquence ou une jauge radiométrique respectivement. Avant le début d'un essai, la vanne 4 voies est en position rouge n°1, c'est-à-dire que l'aérosol est envoyé vers l'évacuation et que le porte-filtre externe est relié au filtre HEPA connecté à la vanne 4 voies. Aucune particule ne peut donc se déposer sur le filtre du porte-filtre externe. Pour débiter un essai, la vanne 4 voies est basculée en position jaune n°2. L'aérosol est alors prélevé sur le filtre inséré au sein du porte-filtre externe.

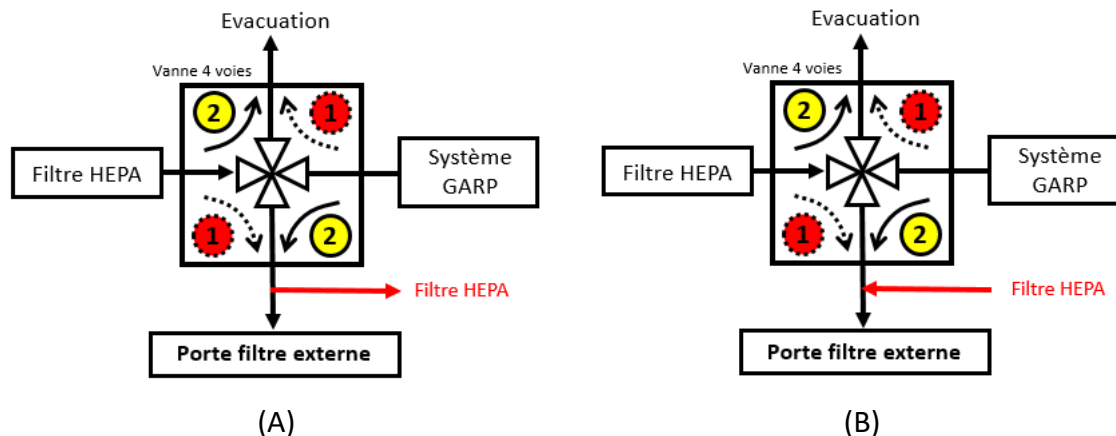


Figure 2 : Couplage du système GARP avec le porte-filtre externe de 47mm pour une caractérisation dans le cadre de l'utilisation avec (A) - un TEOM-FDMS, (B) – une jauge radiométrique.

Il faudra bien veiller au sens du filtre HEPA indiqué en rouge sur la Figure 2, en lien avec le débit du générateur d'aérosols de l'ordre de quelques L.min⁻¹.

Dans le cadre de la configuration associée à la microbalance (Figure 2A), ce filtre permet la mise à pression atmosphérique, tandis que son utilisation dans la configuration associée aux jauges radiométriques (Figure 2B) permet l'arrivée du débit d'air filtré nécessaire au débit total de l'instrument (~16,67 L.min⁻¹). Le mode opératoire adopté pour la caractérisation du générateur est décrit ci-après.

Etape 1 : Pesée des filtres vierges

La technique adaptée à la pesée des filtres est la double pesée par comparaison à un filtre témoin. Ce protocole consiste à comparer deux fois le filtre à un filtre témoin avant, puis après le dépôt de particules. Le processus est donc le suivant :

- Peser le filtre témoin : lecture sur la balance après stabilisation de la valeur T₁
- Peser le filtre vierge : lecture sur la balance après stabilisation de la valeur E_{V1}
- Peser le filtre vierge : lecture sur la balance après stabilisation de la valeur E_{V2}
- Peser le filtre témoin : lecture sur la balance après stabilisation de la valeur T₂

Entre la première et la seconde pesée d'un filtre, celui-ci est retiré de la balance, puis redéposé sur le plateau après quelques secondes. Le résultat d'une telle comparaison permet de connaître l'écart de justesse ΔX_V entre le filtre vierge et le filtre témoin selon la relation suivante :

$$\Delta X_V = \frac{E_{V1} - T_1 - T_2 - E_{V2}}{2}$$

Etape 2 : Conditionnement du porte-filtre et du régulateur de débit

- Placer le filtre vierge dans le porte-filtre externe ;

- Mettre en fonctionnement le régulateur de débit massique à 3 L.min⁻¹ dans le cadre d'une utilisation avec une microbalance, ou à 16,67 L.min⁻¹ dans le cadre d'une utilisation avec une jauge radiométrique ;
- Mettre en route la pompe ;
- Attendre 15 minutes pour le préchauffage du débitmètre.

Etape 3 : Préparation du générateur

- Remplir le sécheur d'aérosols avec du gel de silice neuf ou régénéré et à température ambiante ;
- Visser la bouteille contenant la solution de KCl préparée à 0,1 g.L⁻¹ à nébuliser.

Etape 4 : Caractérisation du générateur avec le porte-filtre externe

- Attendre 1 minute de fonctionnement du générateur ;
- Passer la vanne en position jaune n°2 (Figure 2 - A & B) et démarrer le chronomètre ;
- A la fin du temps de prélèvement, passer la vanne en position rouge n°1 (Figure 2 – A & B) ;
- Arrêter la pompe et fermer la vanne « air comprimé »;
- Sortir le filtre du porte-filtre externe et le placer dans une boîte, de préférence en métal ou en verre, pour la pesée.

Etape 5 : Pesée des filtres chargés

Suivre le protocole de pesée décrit à l'étape 1 avec E_{c1} et E_{c2} correspondant aux pesées du filtre chargé. On obtient alors ΔX_c pour le filtre chargé et ΔX_v pour le filtre vierge. La masse du dépôt, m_d , est donnée par l'expression suivante :

$$m_d = \Delta X_c - \Delta X_v$$

Avec,

$$\Delta X_v = \frac{E_{V1} - T_1 - T_2 - E_{V2}}{2} \text{ et } \Delta X_c = \frac{E_{c1} - T_1 - T_2 - E_{c2}}{2}$$

Réitérer ces étapes pour les autres temps de prélèvement.

Etape finale : Nettoyage

- Mettre à zéro la consigne du débitmètre et l'éteindre ;
- Dévisser la bouteille contenant la solution de KCl ;
- Visser une bouteille contenant l'eau Milli-Q au générateur ;
- Faire fonctionner 30 secondes le générateur avec de l'eau Milli-Q pour nettoyer la buse de nébulisation puis dévisser la bouteille ;
- Vider le gel de silice du sécheur et le placer à l'étuve pour régénération (ou utiliser du gel de silice neuf);
- Nettoyer la chambre de condensation du sécheur avec du papier absorbant.

4.4 Traitement des résultats

Le tableau 1 présente un exemple de mise en forme des valeurs moyennes obtenues et du traitement statistique global des données à effectuer selon la norme ISO 5725-2 en termes de reproductibilité ($k=1$) sur les 9 essais réalisés pour chaque temps de prélèvement de 12, 24 et 36 min.

Tableau 1 : Exemple de mise en forme des résultats et incertitudes pour la caractérisation du générateur GARP avec un porte-filtre externe.

		Valeur moyenne (μg)	Ecart-type de reproductibilité	
			Absolu (μg)	Relatif (%)
Temps de génération	12 min	---	---	---
	24 min	---	---	---
	36 min	---	---	---

Dans le cadre des essais effectués, les écarts-types relatifs de reproductibilité devront être inférieurs à 20% pour les masses de référence. Ainsi, cette caractérisation globale permet de déterminer un domaine de masse de référence (et donc de concentration massique de référence) pour les trois temps de prélèvement.

Il est important de préciser que la caractérisation initiale du système GARP peut être réalisée par le LCSQA/LNE dans le cadre de ses activités de raccordement des mesures des AASQA. Des vérifications annuelles seront alors à envisager par la suite.

5. PROTOCOLE D'UTILISATION DU SYSTEME GARP

5.1 Etapes préliminaires avant utilisation

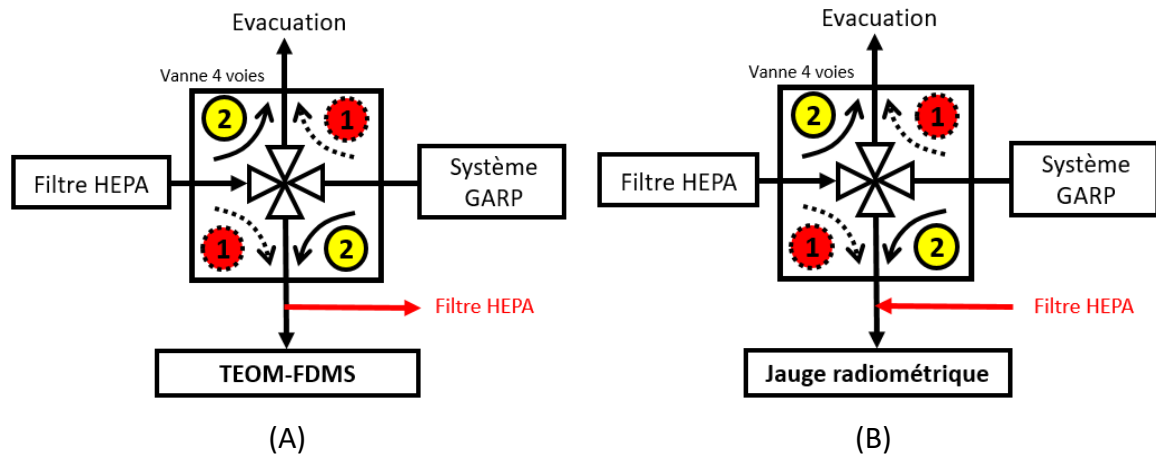
→ Vérification du système de séchage d'aérosols

Il est important de vérifier l'état de saturation du gel de silice au sein du système de séchage d'aérosols. Le gel est imprégné d'un indicateur coloré qui change de couleur au fur et à mesure qu'il se charge en humidité. L'indicateur passe de l'orange à l'état sec à presque incolore à l'état "humide". Si ce dernier est saturé, vider le gel de silice dans un récipient adapté et le placer à l'étuve pour régénération ou le remplacer par du gel de silice neuf.

Il est également nécessaire de vérifier périodiquement la chambre de condensation. Si besoin, procéder à son nettoyage interne grâce à du papier absorbant et vérifier la qualité du joint torique avant de remettre en place la chambre.

5.2 Couplage du système GARP

Vérifier que la vanne de distribution (4 voies) est en position rouge n°1 (Figure 3-A & B). Connecter le tuyau à l'instrument à contrôler : (1) - pour les microbalances, la connexion doit être effectuée sur l'entrée à 3 L.min⁻¹, (2) - pour les jauges radiométriques, la connexion doit être effectuée sur l'entrée de l'analyseur à 16,67 L.min⁻¹, en enlevant la tête de prélèvement et en utilisant un embout d'adaptation permettant la connexion du tube en silicone conducteur sur le tube de prélèvement de la jauge.



5.3 Mise en fonctionnement et synchronisation du système GARP

➔ Protocole pour les TEOM 1400-FDMS

- Appuyer sur « STEP SCREEN » puis sur « Mass concentration » (ou taper 14 + Enter) afin de visualiser la position de la vanne du module FDMS :
 - **Cas n°1** : Si la vanne du module FDMS est en position « REF », attendre son positionnement sur la position « BASE », puis ouvrir la vanne « air comprimé » et attendre le rafraichissement de la masse totale « Tot Mass » sur l'écran du boîtier de contrôle de l'appareil (1min30 d'attente);
 - **Cas n°2** : Si la vanne du module FDMS est déjà en position « BASE », attendre un cycle complet afin que la vanne passe sur « REF », puis attendre le positionnement de la vanne du module FDMS à nouveau sur « BASE », ouvrir ensuite la vanne « air comprimé » et attendre le rafraichissement de la masse totale « Tot Mass » sur l'écran du boîtier de contrôle de l'appareil (environ 1min30 d'attente);
- En attendant le rafraichissement de la masse totale « Tot Mass », préparer un chronomètre;
- Dès le rafraichissement de « Tot Mass », basculer la vanne de distribution 4 voies en position jaune (n°2, Figure 3A) et lancer le chronomètre ;

- Noter la valeur initiale de « Tot Mass » affichée à l'écran ;
- Relever les masses totales sur l'écran du boîtier de contrôle de l'appareil à 12, 24 et 36 min ;
- Après le point à 36 min, rebasculer la vanne de distribution 4 voies, fermer la vanne « air comprimé », puis stopper le chronomètre ;
- Puis procéder, si nécessaire, au changement des filtres de la microbalance et du module FDMS (en fonction du taux de colmatage);
- Les valeurs relevées doivent être **soustraites de la valeur initiale de « Tot Mass »** et également **multipliées par un facteur 2** étant donné le passage entre la BASE et la REF. Les valeurs doivent donc être comprises dans les gammes de référence déterminées lors de la caractérisation du système GARP pour les trois temps de génération (12 min, 24 min, 36 min).

→ **Protocole pour les TEOM 1405-F**

- Appuyer sur « Settings » puis sur « Data Storage » puis sur « Storage Interval » ;
- Taper 720 afin de paramétrer un temps d'acquisition de 12 min, puis appuyer sur « Skip hourly synchronization » ;
- Appuyer sur « Settings », puis sur « Data Storage », puis sur « Edit List » ;
- Choisir « Total Mass » afin d'enregistrer la valeur de la masse totale prélevée toutes les 12 min ;
- Appuyer sur « Instrument Conditions », puis sur « FDMS Module » afin de visualiser la position de la vanne du module FDMS :
 - **Cas n°1** : Si la vanne du module FDMS est en position « REF », attendre son positionnement sur la position « BASE »
 - Puis ouvrir la vanne « air comprimé »;
 - Attendre 60 s (pour le rafraîchissement de la masse totale « Tot Mass » dans le système) ;
 - En attendant, préparer le chronomètre et positionner une main sur la vanne de distribution 4 voies;
 - Après ces 60 s, basculer la vanne de distribution 4 voies en position jaune n°2 (Figure 3-A) et lancer le chronomètre;
 - Noter l'heure de démarrage indiquée sur l'écran de l'appareil.
 - **Cas n°2** : Si la vanne du module FDMS est déjà en position « BASE », attendre un cycle complet afin que la vanne passe sur « REF », puis attendre le positionnement de la vanne du module FDMS à nouveau sur « BASE »
 - Puis, ouvrir la vanne « air comprimé »;
 - Attendre 60 s (pour le rafraîchissement de la masse totale « Tot Mass » dans le système) ;

- En attendant, préparer le chronomètre et positionner une main sur la vanne de distribution 4 voies ;
 - Après ces 60 s, basculer la vanne de distribution 4 voies en position jaune n°2 (Figure 3A) et lancer le chronomètre ;
 - Noter l'heure de démarrage indiquée sur l'écran de l'appareil.
- Après le point à 36 min, rebasculer la vanne de distribution 4 voies, fermer la vanne « air comprimé », puis stopper le chronomètre.
- Procéder ensuite au changement des filtres de la microbalance et du module FDMS (en fonction du taux de colmatage);
- Utiliser une clef USB afin de télécharger les données stockées au sein de l'appareil (Introduire la clef + choisir de télécharger les données depuis le dernier téléchargement « from last download ») ;
- Lors de l'ouverture du fichier de données sur Excel, repérer l'heure de démarrage notée précédemment afin de sélectionner correctement les masses totales à 12, 24 et 36 min ;
- Les valeurs identifiées à 12, 24 et 36 min doivent être **soustraites de la valeur « Tot Mass »** initiale (c'est-à-dire précédent la valeur à 12 min) et également **multipliées par un facteur 2**. **Les valeurs doivent donc être comprises dans les gammes de référence déterminées lors de la caractérisation du système GARP pour les trois temps de génération (12 min, 24 min, 36 min)**. Si cela n'est pas respecté, une maintenance de l'instrument ou la recherche d'un éventuel dysfonctionnement est à effectuer.

➔ **Protocole pour les jauges radiométriques (MP101M-RST (Env. SA) / BAM 1020 (MET ONE))**

- Attendre la fin de la mesure « I₀ count » et la mise en fonctionnement de la pompe pour la phase de prélèvement « I₁ count » ;
- Dès que la pompe se met en fonctionnement, ouvrir la vanne « air comprimé » et attendre 2 min tout en préparant le chronomètre ;
- Après ces 2 min d'attente, basculer la vanne de distribution 4 voies en position jaune n°2 (Figure 3-B) et lancer le chronomètre ;
- Après ces 36 min, rebasculer la vanne de distribution 4 voies et fermer la vanne « air comprimé » puis stopper le chronomètre ;
- Attendre environ 20 min pour le rafraichissement de la concentration massique sur l'écran de la jauge radiométrique ;
- **Les valeurs doivent donc être comprises dans les gammes de référence déterminées lors de la caractérisation du système GARP pour le temps de génération à 36 min**. Si cela n'est pas respecté, une maintenance de l'instrument ou la recherche d'un éventuel dysfonctionnement est à effectuer.

6. CONCLUSION GENERALE

Ce rapport présente le cahier des charges technique nécessaire au montage, à la caractérisation métrologique et au protocole d'utilisation du système GARP. Cela permettra aux AASQA de s'équiper d'un système GARP afin de vérifier le bon fonctionnement des appareils mesurant les concentrations massiques particulières tels que les microbalances à variation de fréquence et les jauges radiométriques.

Ce développement implique en amont de (1) - caractériser le générateur de particules en termes de masses particulières générées (masses de référence) et d'évaluer sa répétabilité et sa reproductibilité en se basant sur la méthode de référence, à savoir la méthode gravimétrique, (2) - de comparer les valeurs mesurées par la microbalance à variation de fréquence ou la jauge radiométrique avec les masses de référence et leurs incertitudes associées. Ce contrôle des microbalances à variation de fréquence et des jauges radiométriques doit pouvoir être réalisable dans des conditions proches du fonctionnement normal des instruments.

Il est important de préciser que la caractérisation initiale du système GARP peut être réalisée par le LCSQA/LNE dans le cadre de ses activités de raccordement des mesures des AASQA. Il sera nécessaire d'envisager des vérifications annuelles par la suite.

7. REFERENCES

Gaie-Levrel, F., Bourrous, S., Macé, T., Development of a Portable Reference Aerosol Generator (PRAG) for calibration of particle mass concentration measurements, Particuology, DOI: 10.1016/j.partic.2017.06.005, 2017.

LCSQA, 2018, [Développement d'un dispositif de contrôle des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2017, [Développement d'un dispositif de contrôle des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2016, [Développement d'un dispositif de contrôle pour la mesure des concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2015, [Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2014, [Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2013, [Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)

LCSQA, 2012, [Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules | LCSQA](#)



direction et secrétariat du LCSQA

INERIS - parc technologique Alata - BP 2 - F60550 Verneuil-en-Halatte
tél. 03 44 55 69 16 - www.lcsqa.org