



## Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



### Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules

NOVEMBRE 2009 – VERSION FINALE  
Convention : 0005981

Thomas Venault, Ana Surget,  
Christophe Sutour, Tatiana Macé



**LNE**

Le progrès, une passion à partager



## PREAMBULE

### **Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air**

**Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué de laboratoires de l'Ecole des Mines de Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches finalisées à la demande du Ministère chargé de l'environnement, sous la coordination technique de l'ADEME et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par le Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de la Mer (MEEDDM) sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique aux AASQA.**

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

## **RESUME**

Le TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance) est un appareil de mesure très répandu au sein des réseaux de surveillance de la qualité de l'air. Il est capable de mesurer en continu la concentration massique des particules en suspension dans l'air (en  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ), ce qui le rend préférable à la méthode gravimétrique qui nécessite des analyses postérieures au prélèvement.

A l'heure actuelle, cet appareil est étalonné à l'aide de cales étalons raccordées au système international. Ces cales, de masses connues, permettent de vérifier aisément la constante d'étalonnage de l'appareil. Néanmoins, elles présentent deux inconvénients majeurs :

- ✓ Leur masse est de l'ordre de 80 mg alors que les concentrations massiques de particules dans l'air ambiant sont plutôt de l'ordre de quelques  $\mu\text{g}$ .
- ✓ Un tel étalonnage ne permet pas de prendre en compte tout le système de prélèvement en amont de la mesure de la masse.

Par conséquent, le LNE a proposé de **développer une méthode d'étalonnage en masse du TEOM qui tienne compte des particularités décrites ci-dessus** et qui consiste à :

- ✓ Injecter des particules ayant des concentrations connues et stables dans le temps d'une part, sur le filtre du TEOM en passant par le système de prélèvement (hors tête de prélèvement) et d'autre part, sur un filtre externe,
- ✓ Comparer les concentrations massiques mesurées par le TEOM avec les concentrations massiques « vraies » mesurées par la méthode de référence (méthode gravimétrique) sur le filtre.

De plus, cette méthode doit tenir compte des spécificités des AASQA, puisqu'elle doit pouvoir être facilement mise en œuvre directement par les AASQA dans les stations de mesure pour l'étalonnage de leurs TEOM.

Cette étude a commencé en 2006 avec le TEOM 50°C.

Toutefois, depuis 2006, il a été décidé de mettre en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure: cette procédure consiste à mettre en parallèle un TEOM 50°C et un TEOM-FDMS dans les stations de référence et à ajuster ensuite les données PM des autres stations en utilisant les écarts constatés entre le TEOM 50°C et le TEOM-FDMS. Dans cette procédure, le TEOM-FDMS peut donc être considéré comme une référence.

Par conséquent, au vu de ces nouveaux choix techniques, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50°C.

L'étude 2008 avait donc pour objectif de reprendre la procédure d'étalonnage développée pour le TEOM 50°C et basée sur l'utilisation d'un g générateur de particules GFG 1000 (PALAS) afin de l'adapter au TEOM-FDMS.

Cependant, en reprenant les essais avec le TEOM-FDMS, toutes les avancées des deux dernières années sur le TEOM 50°C ont dû être remises en question.

En effet, cet appareil a des paramètres fixes pour son fonctionnement, et qui ne peuvent pas être modifiés pour pouvoir le coupler avec le générateur GFG 1000 (PALAS). De ce fait, le filtre du TEOM-FDMS se colmate rapidement avec une très petite quantité de particules.

Pour essayer de résoudre le problème, plusieurs hypothèses de génération de particules ont été émises et des essais ont été effectués pour chacune d'elles.

Les résultats de ces essais montrent que le seul générateur compatible avec le TEOM-FDMS est le nébuliseur de brouillard salin AGK 2000 (PALAS).

Il permet de générer des masses de particules compatibles avec la gamme d'étalonnage (0 à 1000 µg), sans colmatage prématuré du filtre du TEOM-FDMS.

Par conséquent, l'étude menée en 2009 a porté sur l'optimisation de la méthode d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) et sur la réalisation de premiers essais de couplage entre ce générateur de particules et le TEOM-FDMS.

Cette étude a donc permis d'optimiser le protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en utilisant un porte-filtre, un régulateur de débit massique (RDM) et des filtres de protection. Toutefois, des améliorations devront être apportées pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre, afin d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité du protocole d'étalonnage.

De premiers essais de couplage de ce générateur avec un TEOM-FDMS montrent qu'il n'y a plus de problème de colmatage du filtre du TEOM-FDMS

Par contre, il est observé des écarts significatifs entre les masses délivrées par le générateur et celles mesurées par le TEOM-FDMS (de l'ordre de 10 %).

L'étude proposée pour 2010 portera sur les points suivants :

- ✓ Amélioration de la répétabilité et de la reproductibilité du protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en mettant en place des solutions techniques pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre ;
- ✓ Optimisation du couplage entre le générateur et le TEOM-FDMS ;
- ✓ Détermination de la faisabilité de la mise en oeuvre sur site de la procédure d'étalonnage du TEOM-FDMS développée en laboratoire par le LCSQA-LNE ; ceci sera effectué en appliquant la procédure à des TEOM-FDMS sur le site du LCSQA-INERIS ;
- ✓ Suivi à moyen terme du comportement du générateur.

## SOMMAIRE

<b>1. CONTEXTE.....</b>	<b>1</b>
<b>2. RAPPEL DES PRINCIPALES CONCLUSIONS DE L'ETUDE MENEES DEPUIS 2006... 1</b>	<b>1</b>
<b>3. OBJECTIF.....</b>	<b>3</b>
<b>4. ETAPES DE DEVELOPPEMENT DE LA METHODE D'ETALONNAGE EN MASSE DU TEOM-FDMS.....</b>	<b>3</b>
<b>5. MATERIELS UTILISES.....</b>	<b>4</b>
5.1. TEOM-FDMS _____	4
5.2. GENERATEUR AGK 2000 (PALAS) _____	5
<b>6. ESSAIS PRELIMINAIRES.....</b>	<b>6</b>
6.1. MODE OPERATOIRE _____	6
6.2. 1 <sup>ERE</sup> SERIE D'ESSAIS _____	7
6.3. 2 <sup>EME</sup> SERIE D'ESSAIS _____	8
6.4. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS _____	8
6.5. CONCLUSION _____	9
<b>7. ETALONNAGE EN MASSE DU GENERATEUR EN ARRETANT LE GENERATEUR APRES CHAQUE PRELEVEMENT INDIVIDUEL SUR FILTRE.....</b>	<b>9</b>
7.1. REALISATION DE 3 SERIES D'ESSAIS _____	9
7.2. REALISATION DE 3 SERIES D'ESSAIS AVEC DES OPERATEURS DIFFERENTS _____	14
7.3. CONCLUSION _____	16
<b>8. ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC ARRET DU GENERATEUR APRES CHAQUE SERIE DE 3 PRELEVEMENTS DE 15 MIN, 12 MIN ET 6 MIN.....</b>	<b>17</b>
8.1. MODE OPERATOIRE _____	17
8.2. 1 <sup>ERE</sup> SERIE D'ESSAIS _____	18
8.3. 2 <sup>EME</sup> SERIE D'ESSAIS _____	19
8.4. 3 <sup>EME</sup> SERIE D'ESSAIS _____	20
8.5. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS _____	21
8.6. CONCLUSION _____	21

<b>9. REALISATION D'ESSAIS COMPLEMENTAIRES .....</b>	<b>22</b>
9.1. INFLUENCE DU VOLUME DE LA SOLUTION DE KCL CONTENU DANS LE FLACON DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN .....	22
9.2. INFLUENCE DE L'ACCUMULATION DE SOLUTION DE KCL DANS LE TUYAU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN .....	23
9.3. INFLUENCE DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT EN CONTINU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN .....	25
9.4. INFLUENCE DU TEMPS DE GENERATION SUR LA MASSE DEPOSEE EN 6 MIN ET 15 MIN ..	28
9.5. INFLUENCE DE LA POSITION DU TUYAU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE .....	30
<b>10. COUPLAGE DU GENERATEUR AVEC LE TEOM-FDMS.....</b>	<b>32</b>
10.1. PREMIERS ESSAIS DE COUPLAGE .....	32
10.2. COMPARAISON ENTRE LES MASSES GENEREES ET LES MASSES LUES SUR LE TEOM- FDMS .....	34
<b>11. OPTIMISATION DU PROTOCOLE "GENERATEUR-PORTE-FILTRE" .....</b>	<b>36</b>
11.1. ETUDE DU SYSTEME DE REGULATION .....	36
11.2. ESSAIS AVEC LE RDM ET LES DEUX FILTRES .....	38
11.3. INFLUENCE DE LA LONGUEUR DU TUYAU .....	40
11.4. MODE OPERATOIRE : GENERATEUR-PORTE-FILTRE AVEC LE GENERATEUR FONCTIONNANT EN CONTINU (3H MAX) ET UNE LONGUEUR DU TUYAU DE 8 CM .....	42
11.5. REPRODUCTIBILITE DU MODE OPERATOIRE : GENERATEUR - PORTE-FILTRE AVEC LE GENERATEUR FONCTIONNANT EN CONTINU (3H MAX) ET UNE LONGUEUR DU TUYAU DE 8 CM .....	44
<b>12. CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>47</b>
<b>13. PERSPECTIVES .....</b>	<b>47</b>
<b>14. ANNEXES.....</b>	<b>48</b>
14.1. ANNEXE 1 : Programme de travail 2009 .....	48
14.2. ANNEXE 2 : Données brutes .....	51

## 1. CONTEXTE

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 particules dont il convient de mesurer les concentrations massiques.

Ces mesures peuvent être effectuées en utilisant un analyseur automatique appelé TEOM, qui est constitué d'une microbalance à variation de fréquence.

Au sein du LCSQA, le LNE a pour mission d'assurer la traçabilité des mesures réalisées par les AASQA.

Pour cette raison, le LNE s'est intéressé à l'étalonnage actuel du TEOM qui est réalisé à l'aide d'une cale étalon raccordée au système international.

Cet étalonnage présente deux inconvénients majeurs :

- ✓ Le premier concerne la masse de la cale étalon : elle est de l'ordre de 80 mg, alors que les concentrations massiques en particules mesurées dans l'air ambiant sont plutôt de l'ordre d'une dizaine de microgrammes ;
- ✓ Le second concerne l'étalonnage : il ne permet pas de prendre en compte le système de prélèvement en amont de la microbalance (tube de prélèvement).

## 2. RAPPEL DES PRINCIPALES CONCLUSIONS DE L'ETUDE MENEÉ DEPUIS 2006

En 2005, une bibliographie approfondie [1] a permis de faire un choix entre différents générateurs de particules proposés en fonction de leurs performances métrologiques et des conseils des fabricants.

Ce choix s'est porté sur le générateur GFG 1000 de la société PALAS qui est distribué en France par la société ECOMESURE : ce générateur a été réceptionné en février 2006.

Les principales conclusions de l'étude menée en 2006 étaient les suivantes :

- ✓ Les essais avaient permis de montrer que le générateur de particules GFG 1000 (PALAS) avaient de bonnes performances métrologiques en termes de répétabilité, de linéarité et de stabilité dans le temps.
- ✓ Par contre, les essais effectués pour coupler le générateur de particules au TEOM 50°C n'avaient pas été concluants. En effet, très vite, des difficultés sont apparues, car le TEOM 50 °C indiquait un colmatage du filtre de 100 % en très peu de temps (5 min à 37 Hz), malgré une masse déposée très faible : environ 70 µg. Or, le TEOM 50°C est conçu pour collecter de 3 à 5 mg.

Après différents essais (changement des électrodes, variation de la fréquence, changement de type de filtre) et contacts avec la société ECOMESURE, distributeur du TEOM 50°C, des générateurs GFG 1000 (PALAS) et AGK 2000 (PALAS), une hypothèse avait été émise à savoir que les charges des particules de graphite étaient susceptibles d'altérer le bon fonctionnement de l'appareil. Par conséquent, pour confirmer ou non cette hypothèse, la société ECOMESURE avait mené une série d'essais avec notre générateur et leur TEOM 50°C en mettant en œuvre un neutraliseur et une unité de décharge : toutefois, ces essais n'avaient pas permis de résoudre le problème.

Ensuite, la société ECOMESURE avait réalisé des essais en diminuant d'un tiers le débit de pompage du TEOM 50 °C (1 l/min au lieu des 3 l/m in à l'origine) : dans ces conditions, les résultats montraient que le colmatage était moins vite atteint.

Enfin, après s'être renseignée auprès du fabricant du générateur de particules, la société ECOMESURE avait émis une autre hypothèse basée sur l'influence de la granulométrie des particules sur le colmatage. En effet, les très fines particules en forte concentration, diminueraient très fortement la durée d'utilisation du filtre.

Sur la base des essais effectués par la société ECOMESURE, de nouvelles conditions opératoires avaient pu être définies :

- ✓ Le débit de pompage du TEOM 50 °C avait été abaissé à 1 l/min et son temps d'intégration diminué de 600 à 6 s.
- ✓ La fréquence du générateur GFG 1000 (PALAS) avait été ajustée de façon à être proche de son maximum pour pouvoir générer les plus grosses particules possibles.

La méthode ainsi adaptée, les essais avaient repris mi-janvier 2007, après avoir récupéré le matériel.

En optimisant la méthode, le principal problème de colmatage mis en évidence lors du couplage du TEOM 50 °C et du générateur GFG 1000 (PALAS) en 2006 avait pu être résolu, puisqu'il était possible de déposer une masse conséquente sur le filtre du TEOM 50 °C pendant un laps de temps correct, sans que le phénomène de colmatage ne se produisit : les résultats obtenus en 2007 lors du couplage entre le générateur GFG 1000 (PALAS) et le TEOM 50 °C conduisaient alors à des incertitudes de l'ordre de grandeur de celles données par le constructeur (10 %).

Toutefois, depuis 2006, il a été décidé de mettre en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure : cette procédure consiste à mettre en parallèle un TEOM 50°C et un TEOM-FDMS dans les stations de référence et à ajuster ensuite les données PM des autres stations en utilisant les écarts constatés entre le TEOM 50°C et le TEOM-FDMS. Dans cette procédure, le TEOM-FDMS peut donc être considéré comme une référence.

Au vu de ces nouveaux choix techniques, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50°C dès 2008.

Cependant, en reprenant les essais avec le TEOM-FDMS en 2008, toutes les avancées des deux années précédentes (2006 et 2007) sur le TEOM 50°C ont dû être remises en question. En effet, cet appareil a des paramètres fixes pour son fonctionnement, et qui ne peuvent pas être modifiés pour pouvoir le coupler avec le générateur GFG 1000 (Palas). De ce fait, le filtre du TEOM-FDMS se colmatait rapidement avec une très petite quantité de particules.

Pour essayer de résoudre le problème, plusieurs hypothèses de génération de particules ont été émises et des essais ont été effectués pour chacune d'elles.

Les résultats de ces essais menés en 2008 ont montré que le seul générateur compatible avec le TEOM-FDMS est le nébuliseur de brouillard salin AGK 2000 (PALAS) : il permet de générer des masses de particules compatibles avec la gamme d'étalonnage (0 à 1000 µg), sans colmatage prématuré du filtre du TEOM-FDMS.



### 3. OBJECTIF

L'objectif de cette étude est de développer une méthode d'étalonnage en masse des appareils de mesure des concentrations massiques particulières dans l'air ambiant type TEOM qui tienne compte des particularités décrites dans le paragraphe 2 et qui consiste à :

- ✓ Injecter des particules ayant des concentrations connues et stables dans le temps d'une part, sur le filtre du TEOM en passant par le système de prélèvement (hors tête de prélèvement) et d'autre part, sur un filtre externe,
- ✓ Comparer les concentrations massiques mesurées par le TEOM avec les concentrations massiques « vraies » mesurées par la méthode de référence (méthode gravimétrique) sur le filtre.

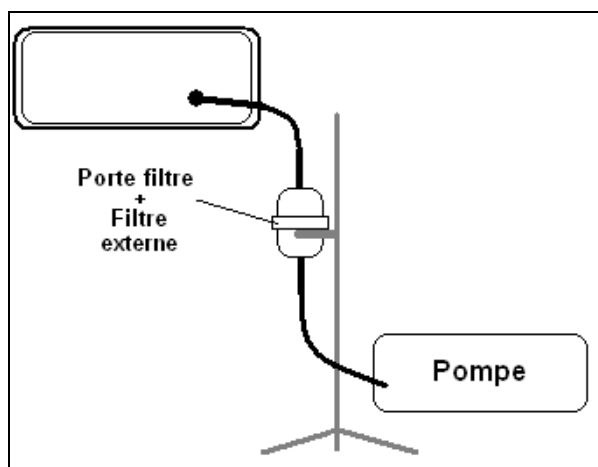
De plus, cette méthode doit tenir compte des spécificités des AASQA, puisqu'elle doit pouvoir être facilement mise en œuvre directement par les AASQA dans les stations de mesure pour l'étalonnage de leurs TEOM.

Par conséquent, l'étude menée en 2009 a porté sur l'optimisation de la méthode d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) et sur la réalisation de premiers essais de couplage entre ce générateur de particules et le TEOM-FDMS.

NOTE : Le programme de travail défini initialement pour l'année 2009 est fourni en annexe 1.

### 4. ETAPES DE DEVELOPPEMENT DE LA METHODE D'ETALONNAGE EN MASSE DU TEOM-FDMS

La première étape consiste à qualifier le générateur en termes de justesse, de répétabilité, de reproductibilité dans le temps et de linéarité en mettant en œuvre une méthode de référence qui, dans le cas des mesures de particules, est la méthode gravimétrique (cf. figure 1 ci-après).



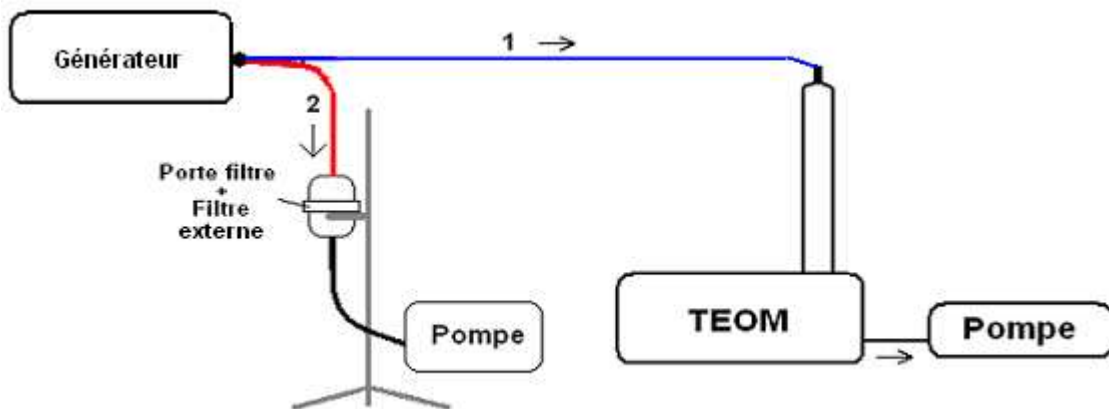
**Figure 1 :** Schéma du montage de qualification du générateur de particules

Cette méthode conduit à impacter les particules générées par le générateur de particules sur un filtre placé dans un porte-filtre et à peser ce filtre sur une balance de précision.

Elle permet :

- ✓ de déterminer les valeurs des masses de particules générées pour différents réglages du générateur de particules ;
- ✓ d'estimer les incertitudes de répétabilité, de reproductibilité dans le temps et de linéarité du générateur de particules.

Après qualification du générateur, la seconde étape consiste à le coupler avec le TEOM-FDMS (cf. figure 2 ci-après).



**Figure 2 : Couplage du TEOM-FDMS et du générateur de particules**

La validation de la méthode d'étalonnage proposée pour le TEOM-FDMS consiste à :

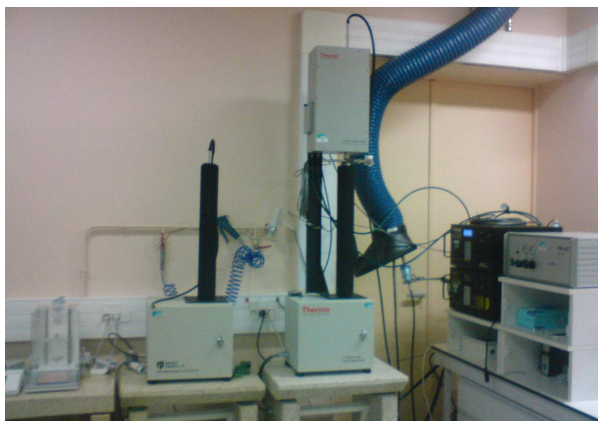
- ✓ Générer des particules sur le filtre externe avec le générateur, puis à le peser sur une balance de précision pour déterminer la masse de particules impactées sur le filtre, soit  $m_2$  (voie 2) ;
- ✓ Générer des particules en conservant les mêmes paramètres de réglage que précédemment dans le TEOM-FDMS et à relever la masse de particules indiquée sur l'affichage du TEOM-FDMS, soit  $m_1$  (voie 1) ;
- ✓ Comparer les masses obtenues par les 2 méthodes, soit  $m_1$  et  $m_2$ .

Si les masses ne sont pas significativement différentes au vu des incertitudes, on considérera que l'étalonnage du TEOM-FDMS est correct et ne doit pas être modifié. Dans le cas contraire, il conviendra de rechercher les causes de l'anomalie.

## 5. MATÉRIELS UTILISÉS

### 5.1. TEOM-FDMS

L'analyseur TEOM-FDMS est représenté sur la figure ci-après.



**Figure 3** : Photo du TEOM-FDMS

## 5.2. GENERATEUR AGK 2000 (PALAS)

Le générateur AGK 2000 est représenté sur la figure ci-après.



**Figure 4** : Photo du générateur AGK 2000 (PALAS)

Le générateur AGK 2000 (PALAS) est un générateur de brouillard salin.

Son fonctionnement demande une alimentation en air comprimé fourni par le laboratoire. La pression est régulée en entrée. Le gaz barbote dans une solution saline de concentration connue.

Pour une meilleure homogénéisation, le mélange gazeux passe dans un cyclone, avant de sortir par un tuyau de large diamètre.

## 6. ESSAIS PRELIMINAIRES

### 6.1. MODE OPERATOIRE

Le porte-filtre est branché sur la pompe du TEOM-FDMS ; le débit est régulé par l'intermédiaire du système de régulation du TEOM-FDMS.

#### **Etape 0 :** Conditionnement des filtres

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

#### **Etape 1 :** Conditionnement du générateur et du porte-filtre

- Mettre le thermostat du porte-filtre à 5 (24 h avant l'utilisation) ;
- Mettre un nouveau filtre dans le porte-filtre ;
- Enlever le flacon du générateur et mettre à 2 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre 250 ml de la solution de KCl à 2,5 g/l dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le générateur ;
- Mettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2,5 g/l sur le générateur ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 2 bars pour conditionner le générateur ;
- Mesurer et régler le débit à 3 l/min avec le Bios du porte-filtre ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur.

#### **Etape 2 :** Pesée des filtres vierges

- Peser les filtres vierges avec la méthode Borda suivante :  
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin

#### **Etape 3 :** Etalonnage du générateur en utilisant le porte-filtre et détermination de la répétabilité du générateur

- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression de 2 bars pendant 5 min ;
- Mettre le filtre vierge pesé sur le porte-filtre ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Brancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre et lancer le chronomètre pour une durée de 5 min ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre quand le chronomètre sonne ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Arrêter le chronomètre ;
- Changer le filtre chargé de particules par le filtre de mise en conditionnement du générateur ;
- Arrêter le générateur ;
- Mettre le filtre dans le dessiccateur ;
- Peser le filtre en suivant la même méthode que celle explicitée à l'étape 2 ;
- Répéter l'étape 3 avec deux autres filtres pour une même durée de prélèvement de 5 min, puis avec trois filtres pour une même durée de prélèvement de 10 min et enfin avec trois filtres pour une même durée de prélèvement de 15 min.

## 6.2. 1<sup>ERE</sup> SERIE D'ESSAIS

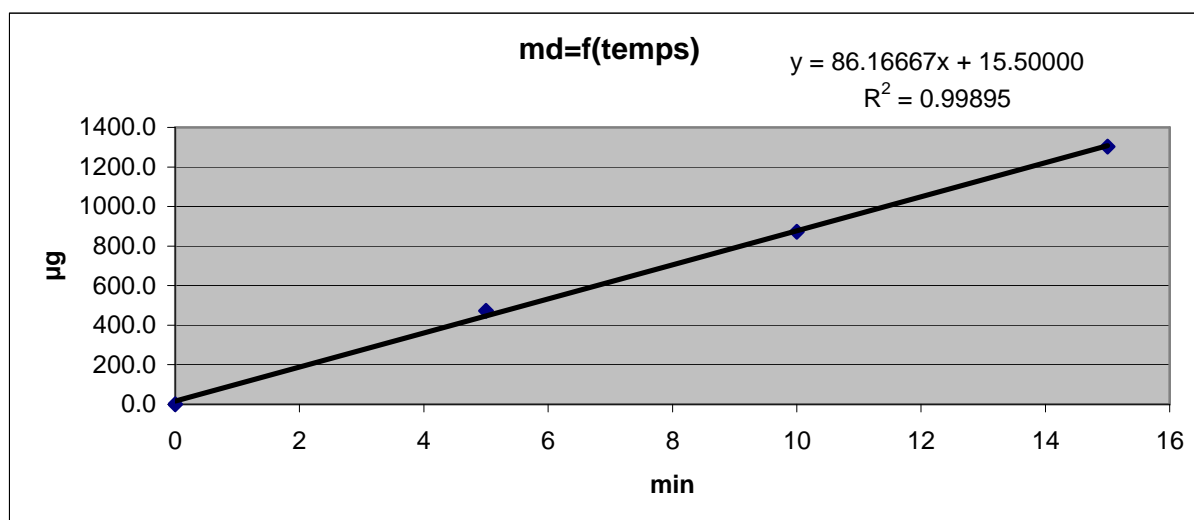
### 6.2.1. Analyse des résultats obtenus

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau 1.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
5,0	462,5	472,3	3,2
	464,5		
	490,0		
10,0	879,5	871,7	2,2
	886,0		
	849,5		
15,0	1346,5	1303,0	2,9
	1288,0		
	1274,5		

**Tableau 1 :** Linéarité du générateur – 1<sup>ère</sup> série d'essais (essais préliminaires)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 5).



**Figure 5 :** Représentation de la linéarité du générateur– 1<sup>ère</sup> série d'essais (essais préliminaires)

### 6.2.2. Analyse des résultats obtenus

La valeur de l'ordonnée à l'origine de la droite d'étalonnage est trop élevée (15,5 mg). Le coefficient de corrélation de la droite d'étalonnage n'est pas satisfaisant, car il ne compte que deux neuf après la virgule.

Le mode opératoire est cependant répété une nouvelle fois afin de confirmer ou pas la répétabilité de ces résultats, en faisant un seul essai pour des temps de prélèvement de 5, 10 et 15 min.

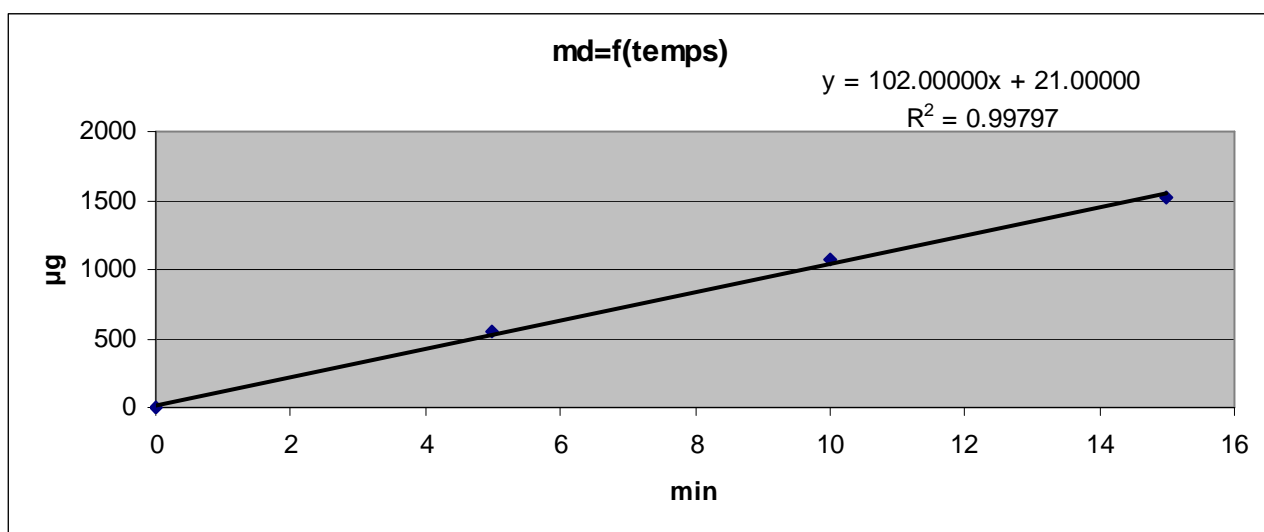
### 6.3. 2<sup>EME</sup> SERIE D'ESSAIS

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau 2.

Temps (min)	Masse déposée (µg)
5,0	545,0
10,0	1076,0
15,0	1523,0

**Tableau 2 :** Linéarité du générateur – 2<sup>ème</sup> série d'essais (essais préliminaires) (cf. tableau A-1 en annexe)

La droite d'étalonnage est représentée sur la figure 6 ci-après.



**Figure 6 :** Représentation de la linéarité du générateur– 2<sup>ème</sup> série d'essais (essais préliminaires)

### 6.4. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS

L'ensemble des résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

	1 <sup>er</sup> essai	2 <sup>ème</sup> essai
Equation des droites	$y = 86,167x + 15,500$	$y = 102,000x + 21,000$
Coefficient de corrélation	$R^2 = 0,99895$	$R^2 = 0,99797$

**Tableau 3 :** Récapitulatif des résultats obtenus (essais préliminaires)

Pour une même solution de KCl à 2,5 g/l, un même opérateur et des jours d'essais différents, les résultats montrent que :

- les coefficients directeurs des droites sont significativement différents,
- les ordonnées à l'origine sont significativement différentes et trop élevées,
- les coefficients de corrélation sont inférieurs à 0,999.

## 6.5. CONCLUSION

Le mode opératoire proposé ne permet pas d'obtenir des résultats satisfaisants. Les valeurs des ordonnées à l'origine et des coefficients directeurs des droites augmentent entre les essais. Ceci peut s'expliquer par la diminution du volume de la solution de KCl à 2,5 g/l contenue dans le flacon et donc à une concentration de cette solution.

Par conséquent, le mode opératoire a été modifié de la façon suivante :

- Remplacement du système de régulation de débit massique (RDM) du TEOM-FDMS par un RDM externe ;
- Etalonnage du RDM ;
- Changement des temps de prélèvement afin d'être plus proche du fonctionnement du TEOM-FDMS (Etalonnage TEOM-FDMS : 1,5 min, 3,0 min, 4,5 min, **6,0 min**, 7,5 min, 9 min, 10,5 min, **12,0 min**, 13,5 min, **15 min**, 17,5 min) ;
- Passage des filtres dans l'ordre suivant : 15 min, 12 min et 6 min ;
- Répétition de cet ordre de passage deux fois ;
- Diminution de la concentration de KCl à 2,0 g/l ;
- Réglage du débit en conditions normales de pression et de température ;
- Rechargement du flacon avec une nouvelle solution de KCl entre chaque essai.

## 7. ETALONNAGE EN MASSE DU GENERATEUR EN ARRETANT LE GENERATEUR APRES CHAQUE PRELEVEMENT INDIVIDUEL SUR FILTRE

### 7.1. REALISATION DE 3 SERIES D'ESSAIS

Ces essais ont consisté à étalonner en masse le générateur en suivant la procédure suivante :

- ✓ Prélèvement sur filtre de 15 min, puis arrêt du générateur ; prélèvement sur filtre de 12 min, puis arrêt du générateur ; prélèvement sur filtre de 6 min, puis arrêt du générateur,
- ✓ Répéter la procédure 3 fois de suite.

Pour déterminer la reproductibilité de la procédure d'étalonnage, l'ensemble des essais décrits ci-dessus est réalisé 3 fois de suite.

#### 7.1.1. Mode opératoire

##### **Etape 0** : Conditionnement des filtres

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

##### **Etape 1** : Conditionnement du générateur et du porte-filtre

- Mettre le thermostat du porte-filtre à 5 (24 h avant l'utilisation) ;
- Mettre un nouveau filtre dans le porte-filtre ;
- Enlever le flacon du générateur et mettre à 2 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre 250 ml de la solution de KCl à 2 g/l dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le générateur ;

- Mettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2 g/l sur le générateur ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 2 bars pour conditionner le générateur ;
- Mesurer et régler le débit à 3 l/min à travers le porte-filtre avec un débitmètre BIOS ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur.

**Etape 2 :** Pesée des filtres vierges

- Peser les filtres vierges avec la méthode Borda suivante :  
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin

**Etape 3 :** Etalonnage du générateur en utilisant le porte-filtre

- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression de 2 bars pendant 5 min ;
- Mettre le filtre vierge pesé sur le porte-filtre ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Brancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre et lancer le chronomètre pour une durée de 15 min ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre quand le chronomètre sonne ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Arrêter le chronomètre ;
- Changer le filtre chargé de particules par le filtre de mise en conditionnement du générateur ;
- Mettre le filtre dans le dessiccateur
- Peser le filtre en suivant la même méthode que celle explicitée à l'étape 2 ;
- Arrêter le générateur ;
- Recommencer les étapes 2 et 3 pour un temps de génération de 12 min, puis de 6 min.

**Etape 4 :** Répétabilité du générateur

- Attendre 5 min ;
- Répéter deux fois les étapes 2 et 3.

**7.1.2. 1<sup>ère</sup> série d'essais**

**7.1.2.1 Résultats obtenus**

La droite d'étalonnage est donc obtenue à partir des pesées des 9 filtres :

- 3 filtres avec un temps de génération de 15 min ;
- 3 filtres avec un temps de génération de 12 min ;
- 3 filtres avec un temps de génération de 6 min.

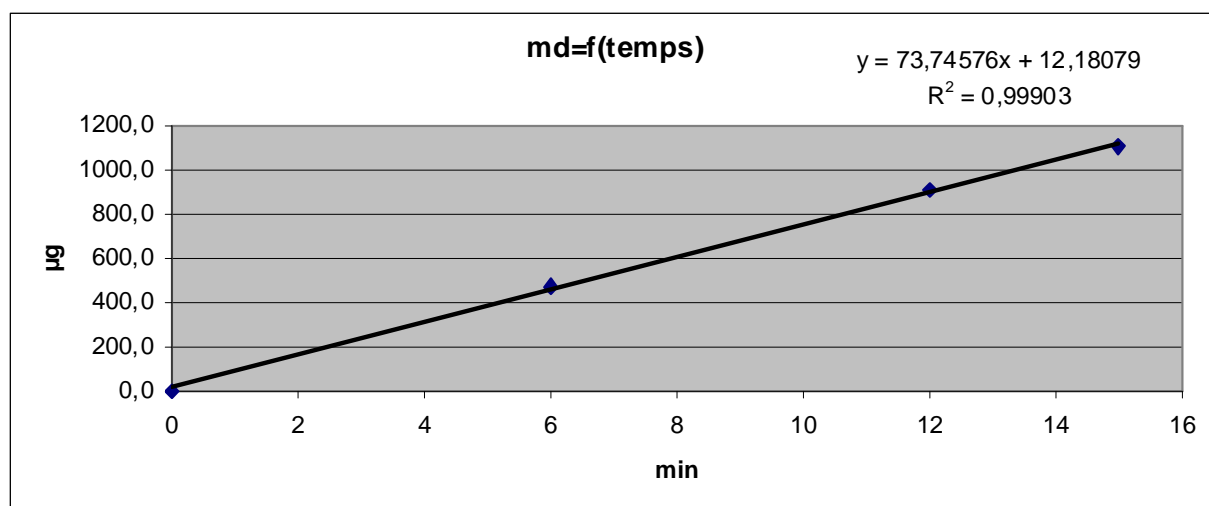
Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.



Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	465,0	472,3	1,4
	474,5		
	477,5		
12,0	893,0	905	1,7
	899,5		
	922,5		
15,0	1045,5	1105,0	4,7
	1131,5		
	1138		

**Tableau 4 :** Linéarité du générateur – 1<sup>ère</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur) (cf. tableau A-2 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 7).



**Figure 7 :** Représentation de la linéarité du générateur– 1<sup>ère</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur)

#### 7.1.2.2 Analyse des résultats obtenus

L'écart-type de la masse moyenne déposée à 15 min est élevé par rapport aux écarts-types obtenus à 12 min et 6 min.

La valeur de l'ordonnée à l'origine de la droite d'étalonnage est élevée.

La valeur du coefficient de corrélation de la droite d'étalonnage est correcte avec trois neuf après la virgule.

Les écarts observés peuvent être dus :

- à l'opérateur ;
- à une mauvaise maîtrise du fonctionnement du générateur ;
- à un mode opératoire non adapté.

Le mode opératoire est cependant répété intégralement deux fois afin de confirmer ou pas les résultats obtenus.

### 7.1.3. 2<sup>ème</sup> série d'essais

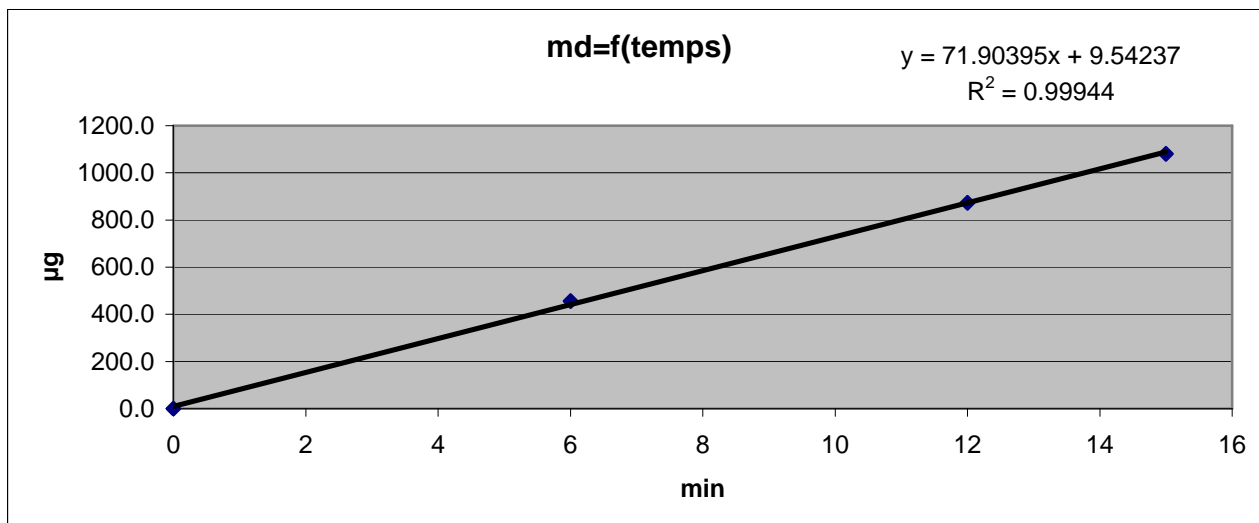
Le flacon du générateur a été vidé et rechargé à 250 ml avec la même solution que celle du premier jour afin d'éviter les effets dus à la préparation de la solution de KCl à 2 g/l.

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	454,5	456,5	2,4
	446,5		
	468,5		
12,0	865,0	873,5	2,8
	854,5		
	901,0		
15,0	1045,5	1081,0	4,9
	1131,5		
	1138		

**Tableau 5 :** Linéarité du générateur – 2<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur) (cf. tableau A-3 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 8).



**Figure 8 :** Représentation de la linéarité du générateur– 2<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur)

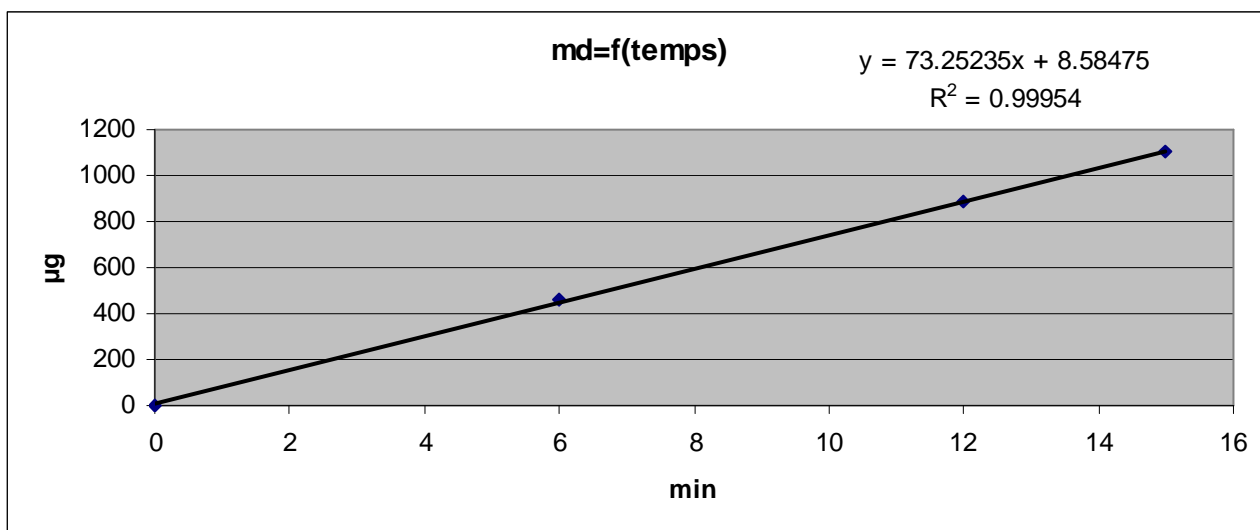
### 7.1.4. 3<sup>ème</sup> série d'essais

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	459,5	463,3	2,9
	452,0		
	478,5		
12,0	863,5	884,8	2,5
	884,0		
	907,0		
15,0	1067,0	1103,5	2,9
	1121,0		
	1122,5		

**Tableau 6 :** Linéarité du générateur – 3<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur) (cf. tableau A-4 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 9).



**Figure 9 :** Représentation de la linéarité du générateur – 3<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur)

### 7.1.5. Conclusion

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

	1 <sup>er</sup> essai	2 <sup>ème</sup> essai	3 <sup>ème</sup> essai
Equation des droites	$y=73,746x + 12,181$	$y=71,090+9,542$	$y = 73,252x + 8,585$
Coefficient de corrélation	$R^2 = 0,99903$	$R^2=0,99944$	$R^2 = 0,99954$

**Tableau 7 :** Récapitulatif des résultats obtenus (avec arrêt du générateur)

Pour une même solution de KCl à 2 g/l, un même opérateur et des jours d'essais différents, les résultats montrent que :

- les coefficients directeurs de la droite ne sont pas significativement différents ;
- les ordonnées à l'origine sont élevées, mais ne sont pas significativement différentes ;
- les coefficients de corrélation sont supérieurs à 0,999.

Le mode opératoire proposé ne permet pas d'obtenir des résultats satisfaisants, notamment en raison des valeurs beaucoup trop élevées des ordonnées à l'origine. Le problème peut provenir d'une erreur systématique de l'opérateur et/ou d'un mode opératoire non adapté.

Une étude de comparaison avec un autre opérateur a donc été menée afin de comparer les résultats obtenus et de déterminer l'influence de l'opérateur.

## 7.2. REALISATION DE 3 SERIES D'ESSAIS AVEC DES OPERATEURS DIFFERENTS

### 7.2.1. Protocole

Un autre opérateur a été formé pendant 2 heures :

- Présentation du matériel ;
- Présentation du mode opératoire ;
- Suivi du mode opératoire sur quelques filtres.

Le second opérateur a utilisé la même solution que le premier opérateur et a appliqué le même mode opératoire que celui décrit au paragraphe 6.1.1.

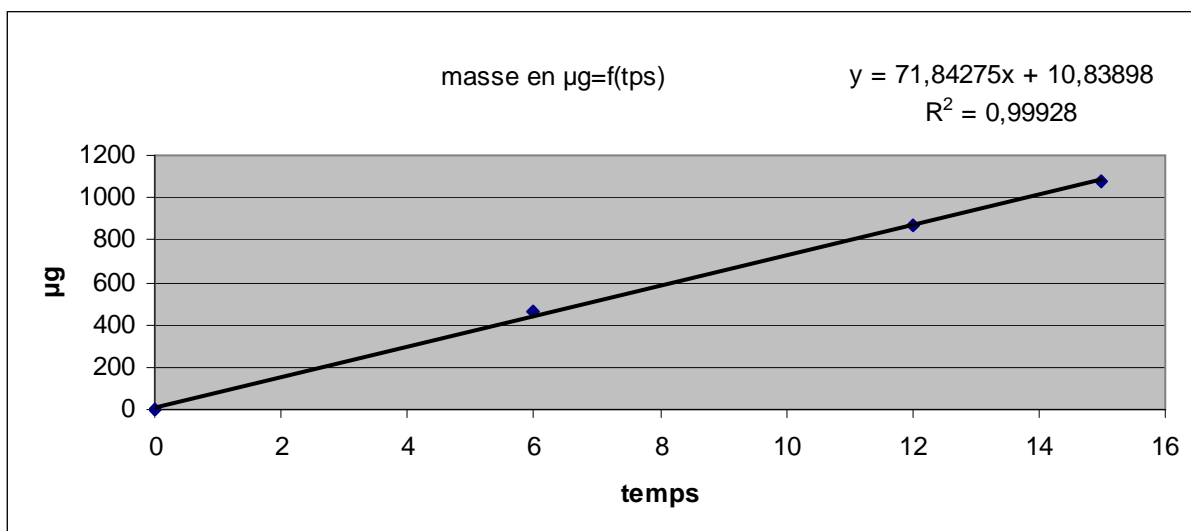
### 7.2.2. Résultats obtenus par l'opérateur 1

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

Opérateur 1 : Moyenne des trois jours			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	472,3	464,1	1,7
	456,5		
	463,3		
12,0	905,0	887,8	1,8
	873,5		
	884,8		
15,0	1105,0	109,5	1,2
	1081,0		
	1103,5		

**Tableau 8 : Résultats de linéarité obtenus par l'opérateur 1 (avec arrêt du générateur) (cf. tableau A-5 en annexe)**

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 10).



**Figure 10 :** Droite d'étalonnage obtenue par l'opérateur 1 (avec arrêt du générateur)

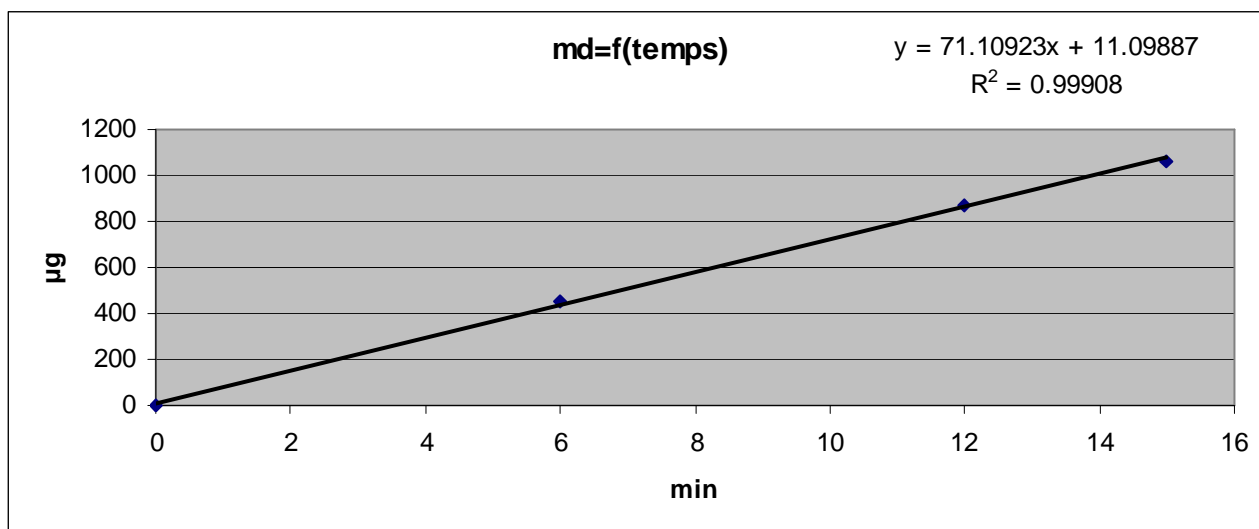
### 7.2.3. Résultats obtenus par l'opérateur 2

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

Opérateur 2 : Moyenne des trois jours			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	453,0	453,3	2,8
	441,0		
	466,0		
12,0	846,5	873,2	2,7
	880,0		
	893,0		
15,0	1014,0	1064,5	4,4
	1073,0		
	1106,5		

**Tableau 9 :** Résultats de linéarité obtenus par l'opérateur 2 (avec arrêt du générateur) (cf. tableau A-6 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 11).



**Figure 11 :** Droite d'étalonnage obtenue par l'opérateur 2 (avec arrêt du générateur)

#### 7.2.4. Analyse des résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

	Opérateur 1	Opérateur 2
Equation des droites	$y = 71,843x + 10,839$	$y = 71,109x + 11,099$
Coefficient de corrélation	$R^2 = 0,99939$	$R^2 = 0,99908$

**Tableau 10 :** Récapitulatif des résultats obtenus (essais réalisés par 2 opérateurs avec arrêt du générateur entre chaque prélèvement sur filtre)

Pour une même solution de KCl à 2 g/l et deux opérateurs différents, les résultats montrent que :

- les coefficients directeurs de la droite d'étalonnage ne sont pas significativement différents ;
- les ordonnées à l'origine sont élevées, mais ne sont pas significativement différentes ;
- les coefficients de corrélation sont comparables et supérieurs à 0,999.

#### 7.2.5. Conclusion

Ces essais montrent donc qu'il n'y a pas d'effet opérateur sur les résultats obtenus.

### 7.3. CONCLUSION

La modification du mode opératoire par rapport aux essais préliminaires a permis :

- de réduire la valeur de l'ordonnée à l'origine ;
- d'augmenter la valeur du coefficient de corrélation ;
- d'obtenir une meilleure répétabilité du coefficient directeur et de l'ordonnée à l'origine de la droite.

De plus, avec deux opérateurs, on obtient des droites d'étalonnages comparables (coefficient directeur de la droite, ordonnée à l'origine, coefficient de corrélation), ce qui permet de conclure que l'effet opérateur est négligeable.

Néanmoins, la valeur de l'ordonnée à l'origine reste trop élevée : par conséquent, le mode opératoire proposé ne peut pas être retenu et doit être modifié.

Pour tenter de résoudre le problème, il est décidé d'arrêter moins longtemps le générateur entre les prélèvements. Le générateur fonctionnera donc en continu pour une série d'essais avec des temps de prélèvement de 15 min, 12 min et 6 min. Le générateur sera ensuite arrêté et relancé pour refaire une nouvelle série d'essais.

## 8. ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC ARRET DU GENERATEUR APRES CHAQUE SERIE DE 3 PRELEVEMENTS DE 15 MIN, 12 MIN ET 6 MIN

Ces essais ont consisté à étalonner en masse le générateur en suivant la procédure suivante :

- ✓ Prélèvement sur filtre de 15 min, de 12 min et de 6 min, puis arrêt du générateur,
- ✓ Répéter la procédure 3 fois de suite.

Pour déterminer la reproductibilité de la procédure d'étalonnage, l'ensemble des essais décrits ci-dessus est réalisé 3 fois de suite.

### 8.1. MODE OPERATOIRE

#### **Etape 0 :** Conditionnement des filtres vierges

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

#### **Etape 1 :** Conditionnement du générateur et du porte-filtre

- Mettre le thermostat du porte-filtre à 5 (24 h avant l'utilisation) ;
- Mettre un nouveau filtre dans le porte-filtre ;
- Enlever le flacon du générateur et mettre à 2 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre 250 ml de la solution de KCl à 2 g/l dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le générateur ;
- Mettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2 g/l sur le générateur ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 2 bars pour conditionner le générateur ;
- Mesurer le débit à l'entrée du porte-filtre et régler le débit standard à 3 NI/min avec le débitmètre Bios ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur.

#### **Etape 2 :** Pesée des filtres

- Peser au minimum trois filtres vierges avec la méthode Borda suivante :
  - Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin
- Faire fonctionner le générateur avec une pression de 2 bars pendant 5 min ;
- Mettre le filtre vierge pesé sur le porte-filtre juste avant de passer à l'étape 3.

**Etape 3 :** Etalonnage du générateur en utilisant le porte-filtre

- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Brancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre et lancer le chronomètre pour une durée de 15 min ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre quand le chronomètre sonne ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Arrêter le chronomètre ;
- Changer le filtre chargé de particules par un filtre vierge pesé ;
- Mettre le filtre dans le dessiccateur ;
- Peser le filtre dès que possible en suivant la même méthode que celle explicitée à l'étape 2 ;
- Recommencer l'étape 3 pour les deux autres filtres (temps chargement de 12 min et 6 min).

**Etape 4 :** Répétabilité du générateur

- **Arrêter le générateur ;**
- Attendre 5 min ;
- Répéter deux fois les étapes 2 et 3.

**8.2. 1<sup>ERE</sup> SERIE D'ESSAIS**

**8.2.1 Résultats obtenus**

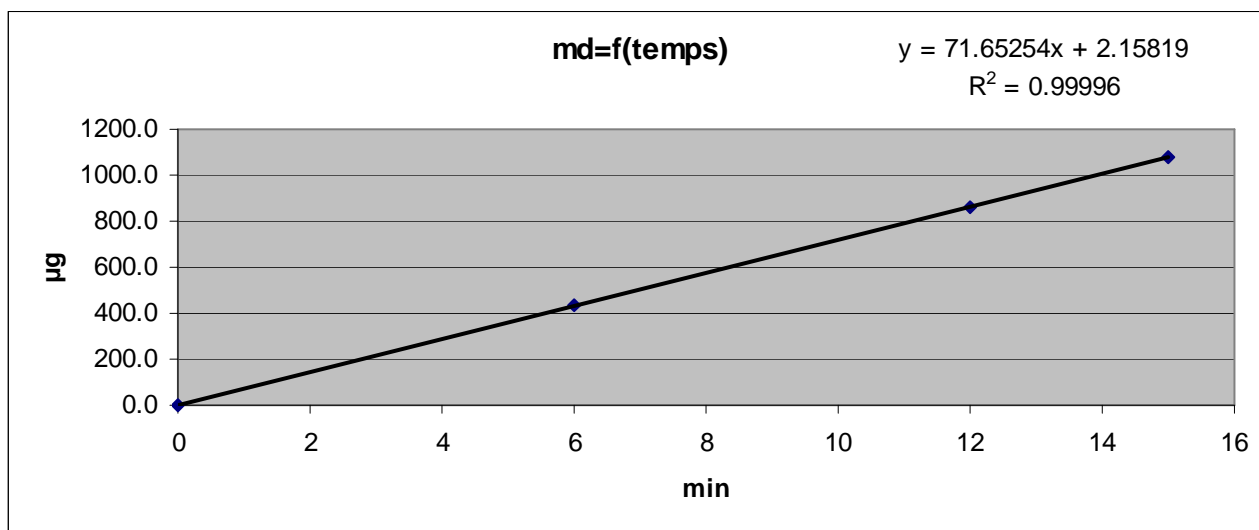
Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	424	436,5	3,5
	453,5		
	432,0		
12,0	838,5	859,5	2,6
	857,5		
	882,5		
15,0	1056,5	1077,2	2,3
	1070,0		
	1105		

**Tableau 11 :** Linéarité du générateur – 1<sup>ère</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-7 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 12).





**Figure 12 :** Représentation de la linéarité du générateur– 1<sup>ère</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

### 8.2.2 Analyse des résultats obtenus

La valeur de l'écart-type de la masse moyenne déposée à 6 min est un peu plus élevée que celles des écarts-types à 12 min et 15 min.

L'ordonnée à l'origine de la droite d'étalonnage a une valeur correcte.

Le coefficient de corrélation de la droite d'étalonnage est très bon avec quatre neuf après la virgule.

Le mode opératoire « générateur-porte-filtre sans arrêt du générateur entre chaque série de prélèvement » permet une amélioration significative :

- de la valeur de l'ordonnée à l'origine ;
- de la valeur du coefficient de corrélation ;
- de la consommation de la solution KCl à 2 g/l qui est plus faible ;
- du temps de manipulation qui est abaissé.

Le mode opératoire a été intégralement répété deux fois de suite afin de confirmer ou pas les résultats obtenus.

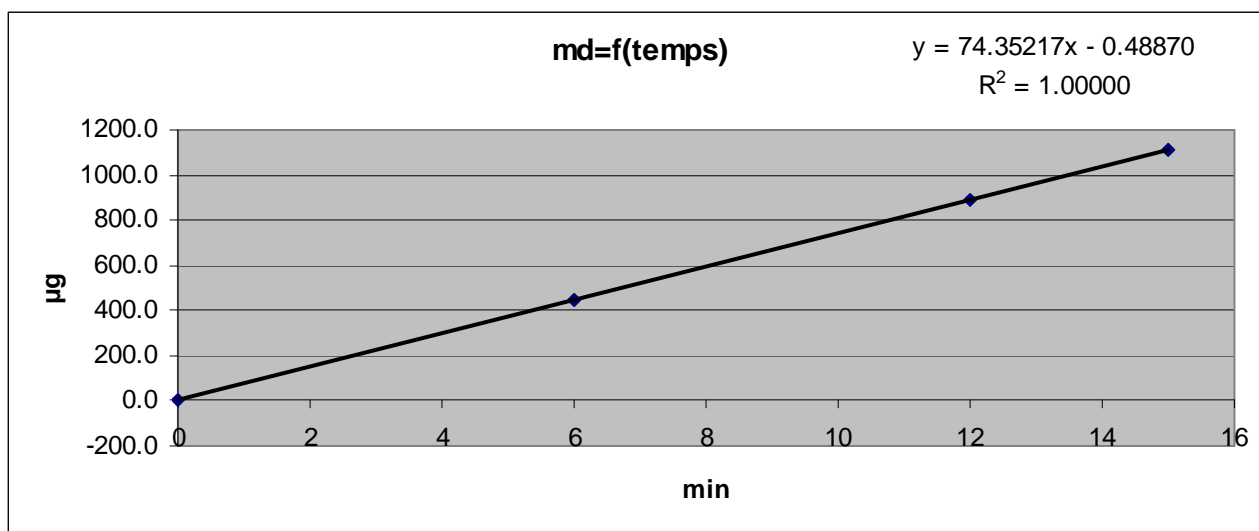
### 8.3. 2<sup>ème</sup> SERIE D'ESSAIS

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	455	444,7	2,0
	438,0		
	441,0		
12,0	914,5	892,2	2,3
	874,5		
	887,5		
15,0	1099,5	1114,8	2,9
	1093,0		
	1152		

**Tableau 12 :** Linéarité du générateur – 2<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-8 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 13).



**Figure 13 :** Représentation de la linéarité du générateur– 2<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

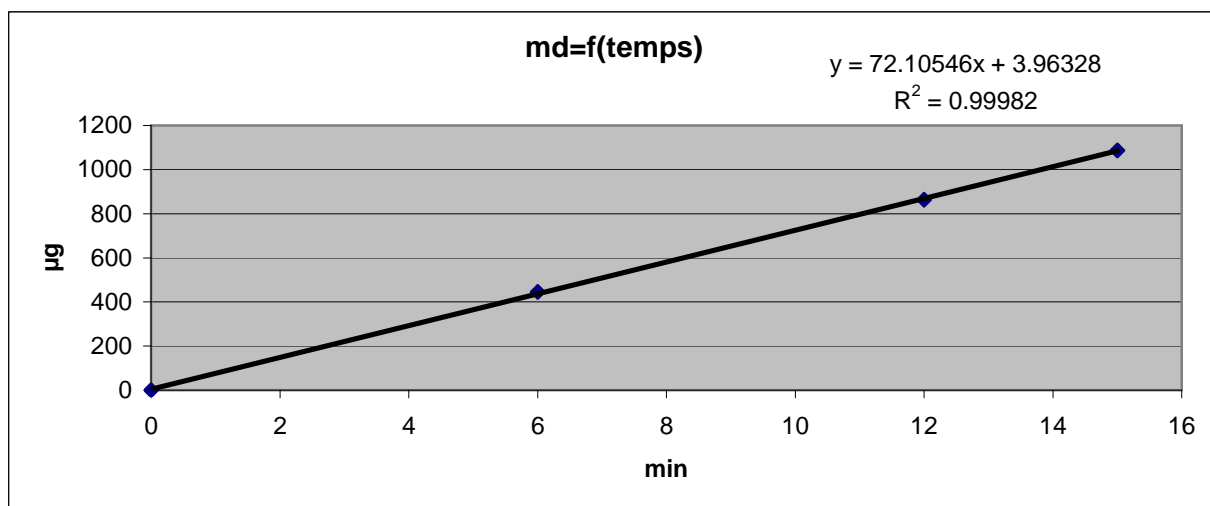
#### 8.4. 3<sup>EME</sup> SERIE D'ESSAIS

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	427,5	445,2	3,5
	451,0		
	457,0		
12,0	828,0	863,3	3,8
	869,0		
	893,0		
15,0	1062,0	1086,8	2,0
	1096,5		
	1102		

**Tableau 13 :** Linéarité du générateur – 3<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-9 en annexe)

Les valeurs des trois masses déposées sur le filtre pour chaque temps ont été moyennées afin d'obtenir un point d'étalonnage à un temps donné (cf. figure 14).



**Figure 14 :** Représentation de la linéarité du générateur– 3<sup>ème</sup> série d'essais (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

### 8.5. ANALYSE DES RESULTATS OBTENUS

L'ensemble des résultats obtenus lors des 3 séries d'essais est résumé dans le tableau ci-après.

	1 <sup>er</sup> essai	2 <sup>ème</sup> essai	3 <sup>ème</sup> essai
<b>Equation des droites</b>	$y = 71,652x + 2,158$	$y = 74,352x - 0,489$	$y = 72,105x + 3,963$
<b>Coefficient de corrélation</b>	$R^2 = 0,99996$	$R^2 = 1,00000$	$R^2 = 0,99982$

**Tableau 14 :** Récapitulatif des résultats obtenus (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

Pour une même solution de KCl à 2 g/l, un même opérateur et des jours d'essais différents, les résultats montrent que :

- les coefficients directeurs de la droite ne sont pas significativement différents ;
- les ordonnées à l'origine ne sont pas significativement différentes et restent faibles ;
- les coefficients de corrélation sont supérieurs ou proches de 0,9999.

### 8.6. CONCLUSION

Le mode opératoire III (Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) par rapport au mode opératoire II (Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur entre chaque prélèvement individuel sur filtre) a permis :

- de réduire la valeur de l'ordonnée à l'origine ;
- d'augmenter la valeur du coefficient de corrélation ;
- d'obtenir une bonne répétabilité du coefficient directeur et de l'ordonnée à l'origine de la droite.

Le mode opératoire proposé permet donc d'obtenir des résultats très satisfaisants et par conséquent peut être retenu pour l'étalonnage du générateur.

Néanmoins, des expériences complémentaires sur le couplage du générateur et du porte-filtre ont été menées afin de mieux comprendre et d'expliquer les écarts rencontrés (ordonnée à l'origine et écarts-types des masses déposées).

## 9. REALISATION D'ESSAIS COMPLEMENTAIRES

### 9.1. INFLUENCE DU VOLUME DE LA SOLUTION DE KCl CONTENU DANS LE FLACON DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN

#### 9.1.1. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min » sauf que :

- ✓ le générateur fonctionnera en continu pour charger les neuf filtres en particules,
- ✓ le temps de chargement du filtre en particules sera de 15 min pour un volume de solution de KCl donné.

Le volume de la solution de KCl contenue dans le flacon est de 225 ml, 250 ml, 275 ml.

Les courbes de la masse déposée en 15 min sur le filtre en fonction du numéro de l'essai sont représentées sur la figure ci-après.

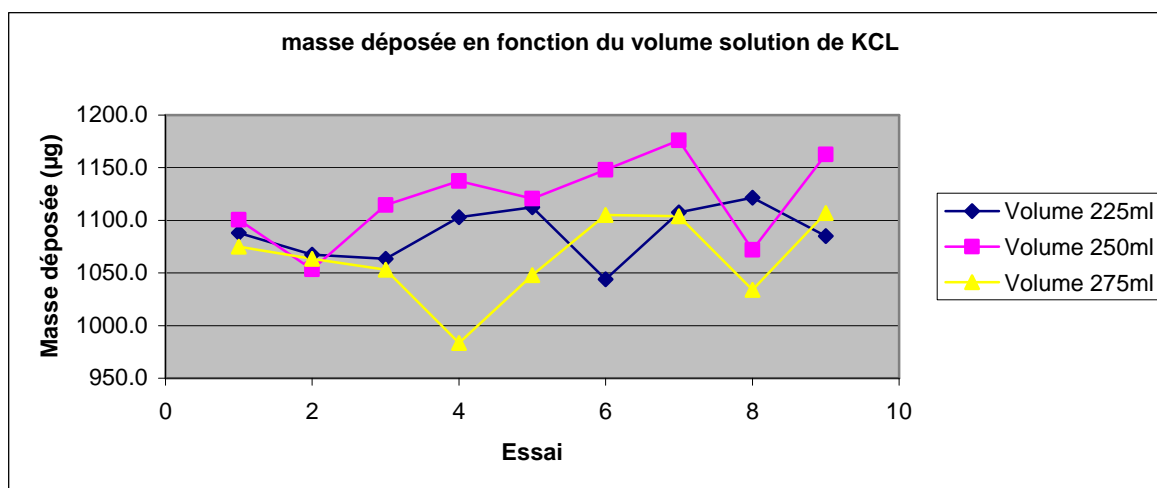
#### 9.1.2 Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Volume (ml)	E1 (µg)	E2 (µg)	E3 (µg)	E4 (µg)	E5 (µg)	E6 (µg)	E7 (µg)	E8 (µg)	E9 (µg)
225	1088,0	1067,5	1063,5	1103,0	1112,5	1044,0	1107,5	1121,5	1085,0
250	1100,5	1053,5	1114,5	1137,5	1120,5	1148,0	1176,0	1072,0	1162,5
275	1075,0	1063,5	1053,0	983,5	1048,0	1105,0	1104,0	1034,0	1107,0

**Tableau 15 :** Influence du volume de la solution de KCl (cf. tableaux A-10 et A-11 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 15 :** Représentation de l'influence du volume de la solution de KCl

Il a été également calculé la moyenne des 9 valeurs et leurs écarts-types associés pour chaque essai.

La valeur de l'essai numéro 4 à un volume 275 ml de solution de KCl n'a pas été prise en compte dans le calcul de la moyenne et de l'écart-type. La valeur trouvée semble aberrante par rapport aux autres valeurs de l'ensemble de la série.

Date	Volume (ml)	Moyenne ( $\mu\text{g}$ )	Ecart-type (%)
18/09/2009	225	1088,1	2,4
16/09/2009	250	1120,6	3,6
18/09/2009	275	1073,7	2,7

**Tableau 16 :** Récapitulatif des résultats obtenus lors de l'essai sur l'influence du volume de la solution de KCl

### 9.1.3. Analyse des résultats obtenus

Les moyennes des essais obtenues ne sont pas significativement différentes.

Toutefois, la moyenne à un volume de 250 ml est légèrement supérieure aux moyennes obtenues pour des volumes de 225 ml et de 275 ml.

Cette légère différence peut s'expliquer par des conditions de température et d'humidité du laboratoire légèrement différentes d'une journée à l'autre.

### 9.1.4. Conclusion

Le volume de la solution de KCl (225 ml à 275 ml) contenu dans le flacon du générateur a peu d'influence sur la masse déposée sur le filtre.

## 9.2. INFLUENCE DE L'ACCUMULATION DE SOLUTION DE KCL DANS LE TUYAU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN

### 9.2.1. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min » sauf que :

- le générateur fonctionne en continu pour charger les filtres en particules ;
- le temps de chargement du filtre en particules est de 15 minutes ;
- le tuyau du générateur n'est pas secoué afin de ne pas évacuer la solution de KCl après le chargement de chaque filtre.

La courbe de la masse déposée en 15 min sur le filtre en fonction du temps de fonctionnement du générateur est représentée sur la figure ci-après.

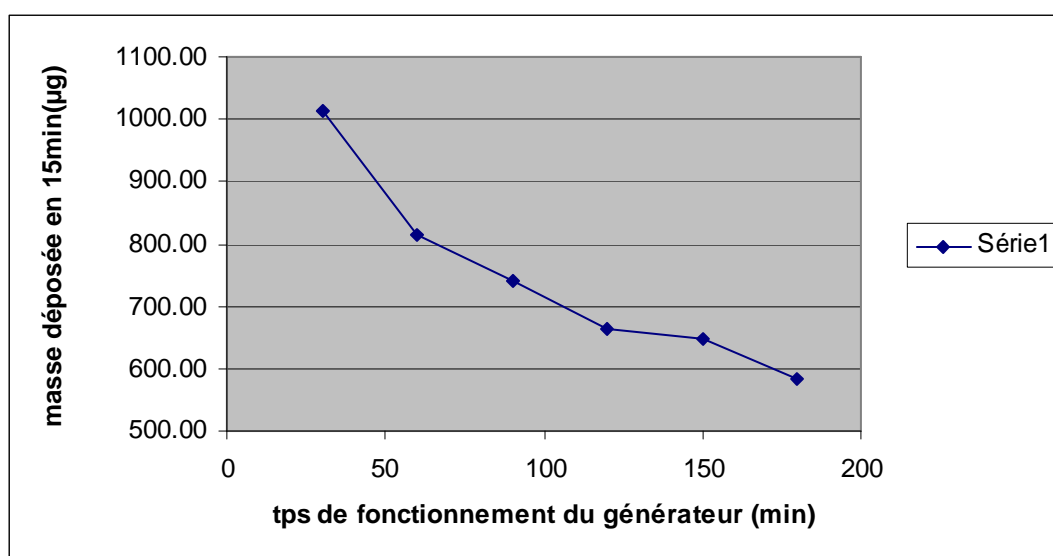
### 9.2.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Filtre N°	Temps de fonctionnement du générateur (min)	Masse déposée en 15min (µg)
1	30	1014
2	60	815
3	90	740
4	120	662.5
5	150	649
6	180	585

**Tableau 17 :** Influence de l'accumulation de solution de KCl dans le tuyau du générateur sur la masse déposée en 15 min (cf. tableaux A-12 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 16 :** Représentation de l'influence de l'accumulation de solution de KCl dans le tuyau du générateur sur la masse déposée en 15 min

### 9.2.3. Analyse des résultats obtenus

Plus le temps de fonctionnement du générateur est important, plus l'accumulation de la solution de KCl dans le tuyau sera importante et plus la masse déposée de KCl sur le filtre diminue.

L'accumulation de solution de KCl dans le tuyau piège les molécules de KCl. Par conséquent, plus le volume de solution de KCl est important dans le tuyau, plus la masse déposée sera faible.

### 9.2.4. Conclusion

Cette expérience a permis de montrer l'importance de bien secouer le tuyau du générateur afin d'évacuer le maximum de solution KCl après chaque utilisation. Le manque d'évacuation de la solution de KCl peut donc expliquer une partie des écarts rencontrés dans les expériences précédentes.

Un système de chauffage du tuyau peut être envisagé pour pouvoir minimiser ce problème.

### 9.3. INFLUENCE DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT EN CONTINU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE EN 15 MIN

#### 9.3.1. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min » sauf que :

- le générateur fonctionne en continu pour charger les filtres en particules ;
- le temps de chargement du filtre en particules est de 15 min.

Les courbes de la masse déposée en 15 min sur le filtre en fonction du temps de fonctionnement du générateur sont représentées sur la figure ci-après.

#### 9.3.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux ci-après.

SERIE N°1		
Filtre	Temps de fonctionnement du générateur (min)	Masse déposée en 15 min (µg)
1	30	1055,0
2	60	1072,5
3	90	1149,5
4	120	1060,0
5	150	1123,0
6	180	1113,0
7	255	1198,5
8	285	1250,0
9	315	1213,5
10	345	1199,5
11	375	1267,0
12	405	1250,5
13	435	1262,5
14	465	1309,0

**Tableau 18 :** Influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min – 1<sup>ère</sup> série (cf. tableaux A-13 en annexe)

SERIE N°2		
Filtre	Temps de fonctionnement du générateur (min)	Masse déposée en 15 min (µg)
1	30	1089,0
2	60	1043,0
3	90	998,5
4	120	1016,0
5	150	1044,0
6	180	1041,0
7	210	1070,0
8	240	1075,1
9	340	1052,0
10	370	1111,0
11	400	1092,0
13	460	1119,0
14	490	1117,0
15	520	1138,0
16	550	1089,5

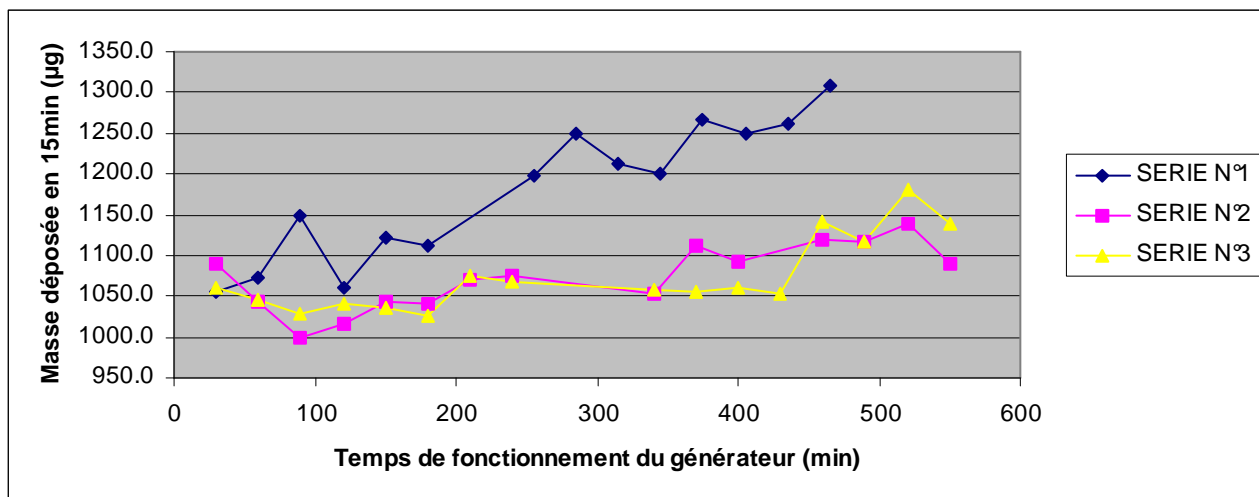
**Tableau 19 :** Influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min – 2<sup>ème</sup> série (cf. tableaux A-14 en annexe)

SERIE N°3		
Filtre	Temps de fonctionnement du générateur (min)	Masse déposée en 15 min (µg)
1	30	1060
2	60	1046,0
3	90	1027,5
4	120	1042,0
5	150	1037,0
6	180	1027,0
7	210	1076,0
8	240	1067,0
9	340	1057,0
10	370	1056,0
11	400	1060,5
12	430	1052,0
13	460	1140,5
14	490	1118,0
15	520	1180,0
16	550	1138,0

**Tableau 20 :** Influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min – 3<sup>ème</sup> série (cf. tableau A-15 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.





**Figure 17 :** Représentation de l'influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min

### 9.3.3. Analyse des résultats obtenus

La figure 17 montre que la courbe de la série N°1 est supérieure aux courbes des séries N°2 et N°3, alors que la solution de KCl utilisée est la même pour les trois séries. L'écart observé pourrait provenir d'un mauvais réglage du débit.

L'observation des trois courbes montre que la masse déposée sur le filtre augmente quand le temps de fonctionnement du générateur augmente, car la solution de KCl contenue dans le flacon se concentre au cours du temps.

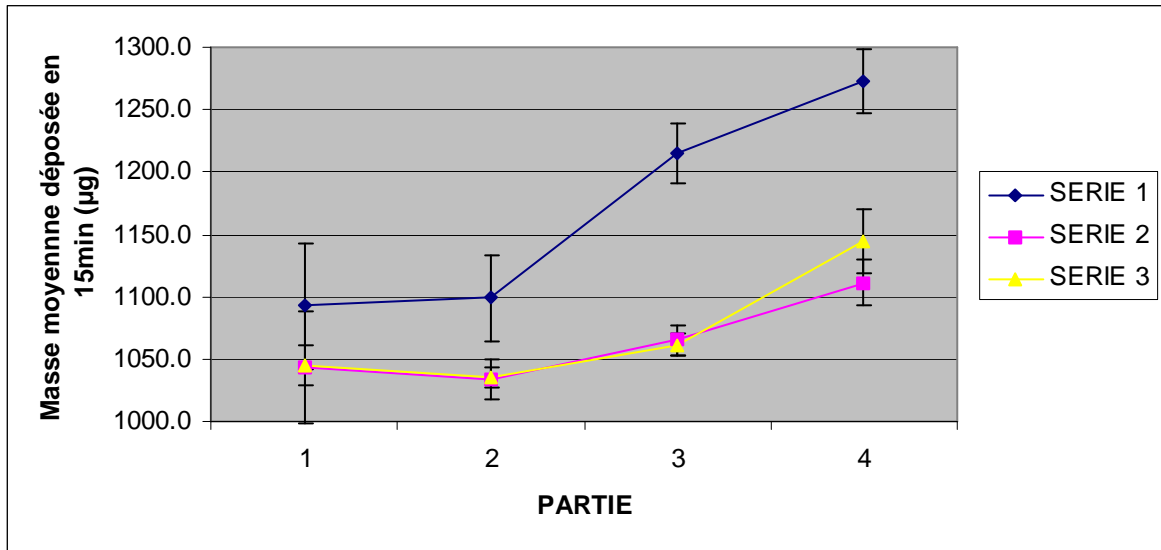
La courbe de chaque série est divisée en quatre parties afin de déterminer une plage d'utilisation du générateur dans le temps : chaque partie représente un nombre de filtres du même ordre grandeur.

Une masse moyenne déposée sur le filtre et un écart-type ont été calculés en fonction du nombre de filtres.

	Partie N°	Nombre de filtres	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
SERIE 1	1	1 à 3	1092,3	4,6
	2	4 à 6	1098,7	3,1
	3	7 à 10	1215,4	2,0
	4	11 à 14	1272,3	2,0
SERIE 2	1	1 à 3	1043,5	4,3
	2	4 à 6	1033,7	1,5
	3	7 à 9	1065,7	1,1
	4	10 à 16 pas 12	1111,1	1,6
SERIE 3	1	1 à 3	1044,5	1,6
	2	4 à 6	1035,3	0,7
	3	7 à 12	1061,4	0,8
	4	13 à 16	1144,1	2,3

**Tableau 21 :** Analyse des résultats obtenus lors des essais sur l'influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 18 :** Représentation de l'analyse des résultats obtenus lors des essais sur l'influence du temps de fonctionnement en continu du générateur sur la masse déposée en 15 min

L'analyse des résultats montre que la concentration de la solution de KCl générée est constante entre les deux premières parties. Puis, elle augmente à partir de la partie N°3.

#### 9.3.4. Conclusion

Le générateur ne pourra fonctionner que pendant 180 min lors de l'étalonnage.

### 9.4. INFLUENCE DU TEMPS DE GENERATION SUR LA MASSE DEPOSEE EN 6 MIN ET 15 MIN

#### 9.4.1. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min » sauf que :

- Le générateur fonctionne en continu pour charger les filtres en particules lors d'une série ;
- On charge une série de 21 filtres pendant un temps de prélèvement de 6 min ;
- On charge une série de 9 filtres pendant un temps de prélèvement de 15 min.

Pour comparer les résultats, le débit de KCl généré et le temps de fonctionnement du générateur théoriques doivent être calculés :

$$\text{Débit KCl} = \text{Masse déposée} / \text{temps de génération sur le porte-filtre}$$

$$\text{Fonctionnement théorique} = N_{\text{filtre}} * \text{temps de génération sur le porte-filtre}$$

Les courbes du débit de KCl calculé en fonction du temps de fonctionnement théorique du générateur sont représentées sur la figure ci-après.

#### 9.4.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

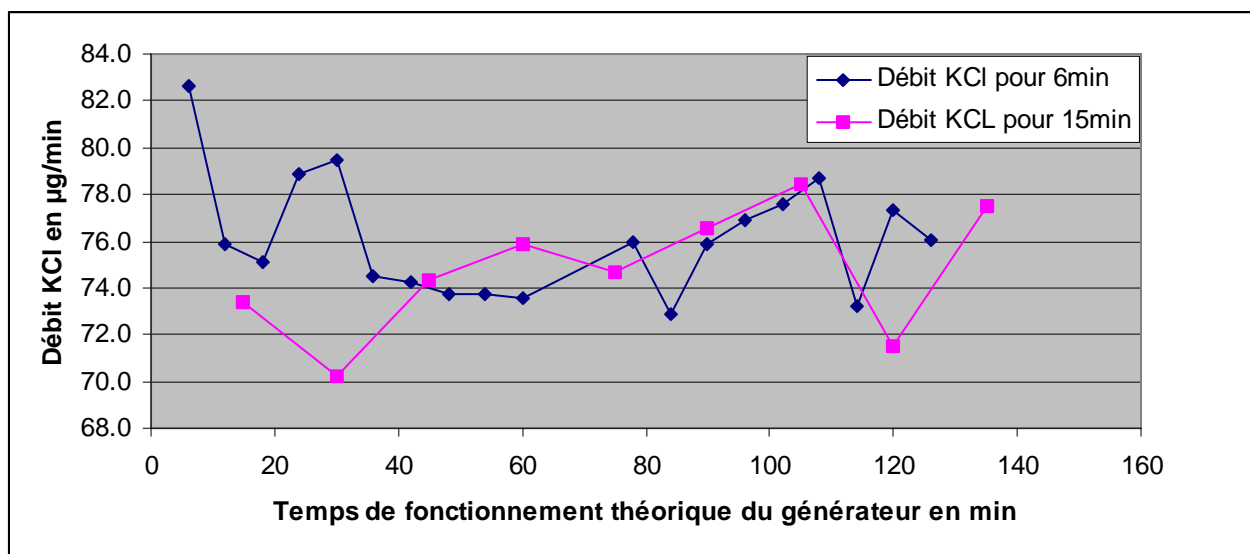
N°Filtre	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
Tps fct théorique (min)	6	12	18	24	30	36	42	48	54	
Masse déposée en 6 min (µg)	496,0	455,2	450,5	473,0	477,0	447,0	445,5	442,5	442,2	
Débit KCl (µg/min)	82,7	75,9	75,1	78,8	79,5	74,5	74,3	73,7	73,7	
N°Filtre	10	13	14	15	16	17	18	19	20	21
Tps fct théorique (min)	60	78	84	90	96	102	108	114	120	126
Masse déposée en 6 min (µg)	441,5	455,5	437,5	455,0	461,5	465,5	472,0	439,5	464,0	456,5
Débit KCl (µg/min)	73,6	75,9	72,9	75,8	76,9	77,6	78,7	73,3	77,3	76,1

**Tableau 22 :** Influence du temps du génération sur la masse déposée en 6 min (cf. tableau A-16 en annexe)

N°Filtre	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Tps fct théorique (min)	15	30	45	60	75	90	105	120	135
Masse déposée en 15 min (µg)	1100,5	1053,5	1114,5	1137,5	1120,5	1148,0	1176,0	1072,0	1162,5
Débit KCl (µg/min)	73,4	70,2	74,3	75,8	74,7	76,5	78,4	71,5	77,5

**Tableau 23 :** Influence du temps du génération sur la masse déposée en 15 min (cf. tableau A-17 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 19 :** Représentation de l'influence du temps de génération sur la masse déposée en 6 min et en 15 min

#### 9.4.3. Analyse des résultats obtenus

Les résultats montrent que le débit du KCl est plus important pour un temps de génération sur le porte-filtre de 6 min lorsque le temps de fonctionnement du générateur est compris entre 0 et 45 min.

Ceci est peut être dû à l'accumulation de solution de KCl dans le tuyau du générateur et du porte-filtre.

Par contre, pour des temps de fonctionnement compris entre 45 et 135 min, les débits du KCl sont comparables pour des temps de génération sur le porte-filtre de 6 min et 15 min.

#### 9.4.4. Conclusion

Le débit du générateur en KCl ne dépend pas du temps de génération sur le porte-filtre : ce dernier ne perturberait que très peu le fonctionnement du générateur.

Ces résultats permettent donc de modifier le mode opératoire de la façon suivante :

- Temps de mise en conditionnement plus long ;
- Conditionnement du couple générateur-porte-filtre ;
- Chargement de quelques filtres en particules non retenus ensuite dans l'exploitation des résultats.

#### 9.5. INFLUENCE DE LA POSITION DU TUYAU DU GENERATEUR SUR LA MASSE DEPOSEE

##### 9.5.1. Mode opératoire

Le mode opératoire utilisé est « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min ». Le générateur et le porte-filtre sont posés près du sol avec le tuyau du générateur dirigé vers le haut.

Le système de régulation de l'analyseur du TEOM-FDMS est utilisé pour réguler le débit sur le porte-filtre.



**Figure 20** : Influence de la position du tuyau du générateur sur la masse déposée

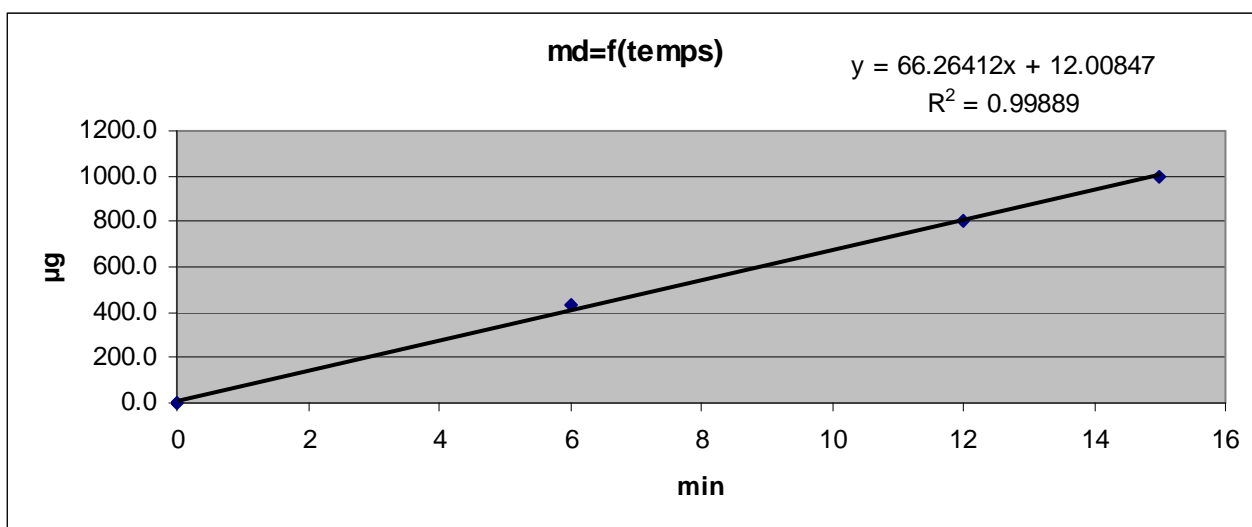
##### 9.5.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

TUYAU EN POSITION HAUTE			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	302,5	431,0	3,0
	440,0		
	422,0		
12,0	662,5	803,0	1,8
	813,5		
	792,5		
15,0	1013,5	1000,8	1,8
	917,5		
	988,0		

**Tableau 24 :** Influence de la position du tuyau du générateur – Tuyau en position haute (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-18 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 21 :** Représentation de l'influence de la position du tuyau du générateur – Tuyau en position haute (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

### 9.5.3. Analyse des résultats obtenus

	Tuyau en position haute	Tuyau en position basse
Equation des droites	$y=66,264x+12,008$	$y=72,105x + 3,963$
Coefficient de corrélation	0,99889	0,99982

**Tableau 25 :** Récapitulatif des résultats obtenus sur l'influence de la position du tuyau du générateur (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

Le coefficient directeur de la droite d'étalonnage obtenu avec le tuyau en position haute a diminué par rapport à celui obtenu avec le tuyau en position basse.

La différence des valeurs entre les deux coefficients directeurs peut s'expliquer par le manque de puissance du générateur. Une partie du flux de KCl revient vers le générateur par gravité quand le tuyau du générateur est en position haute.

La valeur de l'ordonnée à l'origine est plus élevée et le coefficient de corrélation est plus faible quand le tuyau du générateur est en position haute. Les masses déposées de KCl sur le filtre sont moins répétables. De plus, des valeurs aberrantes ont dû être retirées pour pouvoir tracer la droite d'étalonnage (valeur en rouge dans le tableau).

Dans le cas de l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre et le tuyau en position basse, la solution de KCl s'accumule dans le tuyau et les filtres sont humides.

Dans le cas de celui réalisé avec le tuyau en position haute, la solution de KCl ne s'accumule pas dans le tuyau et les filtres ne sont pas humides. Le temps d'attente pour faire la pesée du filtre est pratiquement nul.

#### 9.5.4. Conclusion

Le mode opératoire doit tenir compte de la position du tuyau reliant le générateur et le porte-filtre.

## 10. COUPLAGE DU GENERATEUR AVEC LE TEOM-FDMS

Des essais ont été effectués pour coupler le générateur et le TEOM-FDMS, afin de comparer les masses vraies générées par le générateur et celles indiquées par le TEOM-FDMS.

### 10.1. PREMIERS ESSAIS DE COUPLAGE

#### 10.1.1. Mode opératoire

**Etape 0 :** Conditionnement des filtres vierges

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

**Etape 1 :** Conditionnement du générateur

- Enlever le flacon du générateur et mettre à 2 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre la solution de KCl à 2 g/l contenu dans une éprouvette dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur ;
- Mettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2 g/l sur le générateur ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 2 bars pour conditionner le générateur ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur.

**Etape 2 :** Pesée des filtres

- Peser des filtres vierges avec la méthode Borda suivante :  
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin

### **Étape 3** : Conditionnement du TEOM-FDMS

- Vérifier que "OK" apparaît sur l'afficheur (pas de problème de Température, débit...);
- Appuyer sur « STOP DATA » (Afficheur : S);
- Placer le filtre pesé dans l'analyseur;
- Appuyer sur « RUN » ou « F1 » pour que l'analyseur se conditionne (Afficheur : 4 d'où système conditionné);
- Mesurer et régler le débit à 3 NI/min avec le débitmètre BIOS du TEOM-FDMS;
- Régler le temps de rotation de la vanne à 1 min 30 s.

### **Étape 4** : Couplage du générateur et du TEOM-FDMS

- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression de 2 bars quand l'afficheur est en conditionnement à l'étape 3;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl;
- Brancher le tuyau du générateur avec le tuyau d'entrée du TEOM-FDMS en respectant les critères suivants :
  - L'afficheur du TEOM-FDMS est en conditionnement à l'étape 4
  - Rotation de la vanne et augmentation du pourcentage de colmatage (indication sur l'afficheur)
- Lancer le chronomètre;
- Noter le pourcentage de colmatage et la masse totale donnés par l'afficheur toutes les 1 min 30 s;
- Vérifier la pression du générateur;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le TEOM-FDMS au bout de 30 min;
- Arrêter le chronomètre au bout de 37,5 min;
- Récupérer le filtre;
- Peser le filtre en suivant la même méthode que celle explicitée à l'étape 2;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl.

## **10.1.2. Résultats obtenus**

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

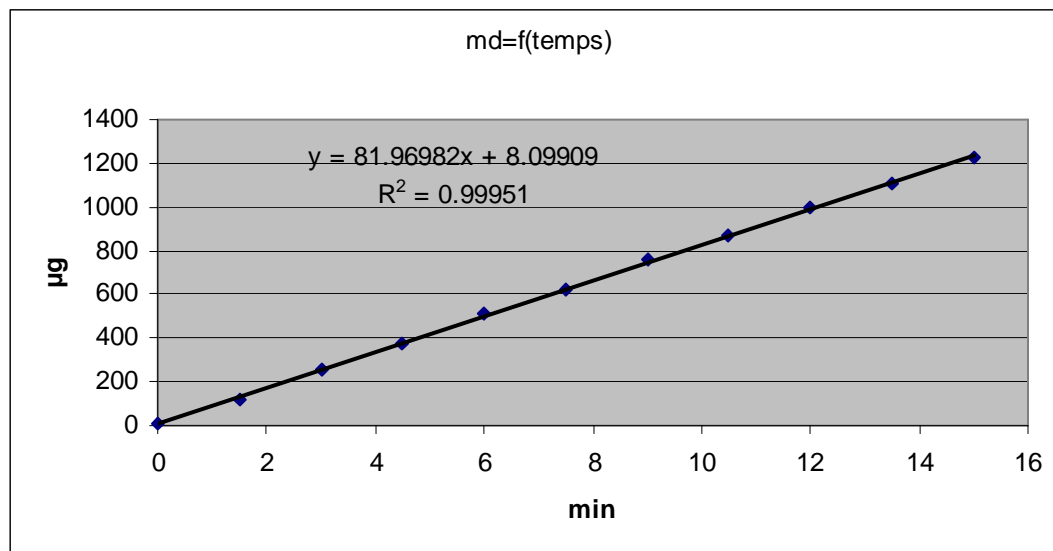
Temps d'analyse (min)	Temps de passage sur le filtre (min)	Masse totale (µg)	% de colmatage
0	0	1,53	22
0	0	4,05	23
1,5	0	4,76	24
4,5	1,5	117,8	32
7,5	3	258,16	39
10,5	4,5	372,92	42
13,5	6	512,03	47
16,5	7,5	625,94	50
19,5	9	760,59	55
22,5	10,5	868,67	57
25,5	12	997,36	62
28,5	13,5	1104,49	64
31,5	15	1228,88	69
34,5		1231,01	67
37,5		1229,42	69

**Tableau 26** : Premiers essais de couplage du générateur avec le TEOM-FDMS

Le temps de passage sur le filtre est calculé comme indiqué ci-après :

$$\text{Temps} = (\text{Temps d'analyse} - 1,5) / 2$$

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 22 :** Représentation des résultats obtenus lors des premiers essais de couplage du générateur avec le TEOM-FDMS

Le filtre du TEOM-FDMS a été pesé sur une balance classique en fin des essais, ce qui a conduit à une masse de **1153 µg**.

### 10.1.3. Analyse des résultats obtenus

Les résultats obtenus montrent que la valeur du coefficient de corrélation est correcte avec trois neufs après la virgule.

Par contre, la masse pesée du filtre du TEOM-FDMS (1153 µg) n'est pas comparable à la «masse totale» indiquée par l'afficheur du TEOM-FDMS (1229 µg).

### 10.1.4. Conclusion

Il n'est plus observé de colmatage du filtre du TEOM-FDMS : par contre, la masse pesée du filtre du TEOM-FDMS est significativement différente de la «masse totale» indiquée par l'afficheur du TEOM-FDMS.

Il est décidé de tracer différentes droites d'étalonnage afin de comprendre, de confirmer et d'expliquer les écarts sur les résultats obtenus.

## 10.2. COMPARAISON ENTRE LES MASSES GENEREES ET LES MASSES LUES SUR LE TEOM-FDMS

### 10.2.1. Mode opératoire

Le générateur et le TEOM-FDMS sont couplés en utilisant le même mode opératoire que celui décrit au paragraphe 9.1.1. Néanmoins, le générateur est branché sur le TEOM-FDMS à 12 min et 24 min pour avoir des temps de chargement sur les filtres de 6 min et 12 min. Les valeurs lues sur le TEOM-FDMS sont relevées et à la fin de chaque essai, les filtres du TEOM-FDMS sont pesés.



Le mode opératoire "Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min" est utilisé pour déterminer les masses générées.

Les valeurs lues sur le TEOM-FDMS sont relevées et comparées à la pesée des filtres du TEOM-FDMS sur une balance classique et aux masses générées.

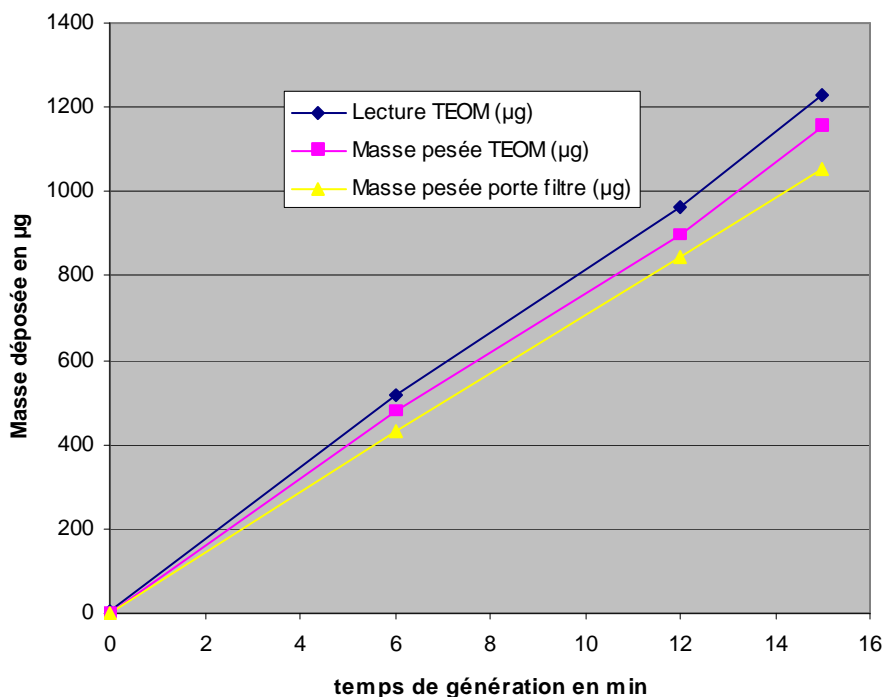
### 10.2.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Temps (min)	Lecture TEOM (µg)	Masse du filtre du TEOM pesé sur une balance classique (µg)	Masse pesée avec le porte-filtre (µg)
0	4,5	0	0
6	518,84	478,5	430,8
12	964,89	895,5	842,5
15	1228,88	1153	1054,8
Equation de droite	$80,669x+13,761$	$75,814x+6$	$70,132x+3,439$
Coefficient de corrélation	0,999	0,9969	0,9999

**Tableau 27 :** Récapitulatif des résultats obtenus (cf. tableau A-19 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 23 :** Comparaison des valeurs lues sur le TEOM-FDMS, des pesées des filtres du TEOM-FDMS sur une balance classique et des masses générées (porte-filtre) lors du couplage du TEOM-FDMS avec le générateur

### 10.2.3. Analyse des résultats obtenus

Les résultats montrent des écarts significatifs entre les 3 masses mesurées lors du couplage du TEOM-FDMS avec le générateur : valeurs lues sur le TEOM-FDMS, pesées des filtres du TEOM-FDMS sur une balance classique et masses délivrées par le générateur (mesurées en utilisant le porte-filtre).

Par contre, les coefficients de corrélation sont assez élevés (supérieurs ou proches de trois neuf après la virgule), ce qui montre une certaine linéarité des essais. Néanmoins, il n'y a pas eu de répétition de chacun des points pour tracer les 3 droites d'étalonnage.

Les écarts observés entre les différentes masses mesurées peuvent s'expliquer par :

- le système de régulation de débit ;
- la hauteur entre le générateur et l'entrée du prélèvement dans le TEOM-FDMS ;
- des différences entre le mode opératoire pour l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre et celui du couplage entre le générateur et le TEOM-FDMS.

### 10.2.4. Conclusion

Dans un premier temps, il convient de réduire les écarts entre les valeurs des pesées des filtres du TEOM-FDMS sur une balance classique et celles délivrées par le générateur (mesurées en utilisant le porte-filtre) en optimisant le protocole "Générateur-porte-filtre".

## 11. OPTIMISATION DU PROTOCOLE "GENERATEUR-PORTE-FILTRE"

### 11.1. ETUDE DU SYSTEME DE REGULATION

#### 11.1.1. Protocole

Le RDM et la pompe sont débranchés du porte-filtre et remplacés par le système de régulation du TEOM-FDMS (voie : Sensor Flow).

Le générateur est à nouveau étalonné en masse en utilisant le porte-filtre et le mode opératoire "Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min".

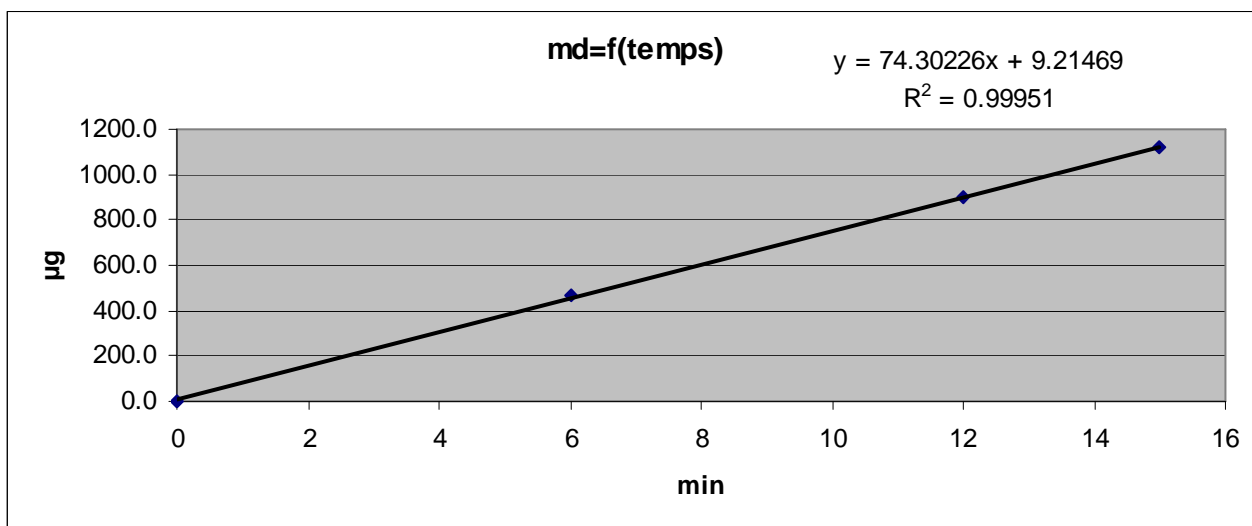
#### 11.1.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Porte-filtre/régulation TEOM-FDMS			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	465,0	470,0	1,5
	475,0		
	X		
12,0	850,5	902,0	5,8
	901,0		
	954,5		
15,0	1084,0	1116,8	4,4
	1092,5		
	1174,0		

**Tableau 28 :** Linéarité du générateur – Porte-filtre/régulation TEOM-FDMS (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-20 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 24 :** Représentation de la linéarité du générateur en utilisant le porte-filtre avec le système de régulation du TEOM-FDMS

### 11.1.3. Analyse des résultats obtenus

	Prélèvement sur le porte-filtre avec régulation du TEOM-FDMS	Prélèvement sur le porte-filtre avec régulation par un RDM indépendant	Pesée des filtres du TEOM-FDMS sur une balance classique
Equation des droites	$y = 74,302x + 9,214$	$y = 70,132x + 3,439$	$y = 75,814x + 6$
Coefficient de corrélation	$R^2 = 0,9995$	$R^2 = 0,9999$	$R^2 = 0,9969$

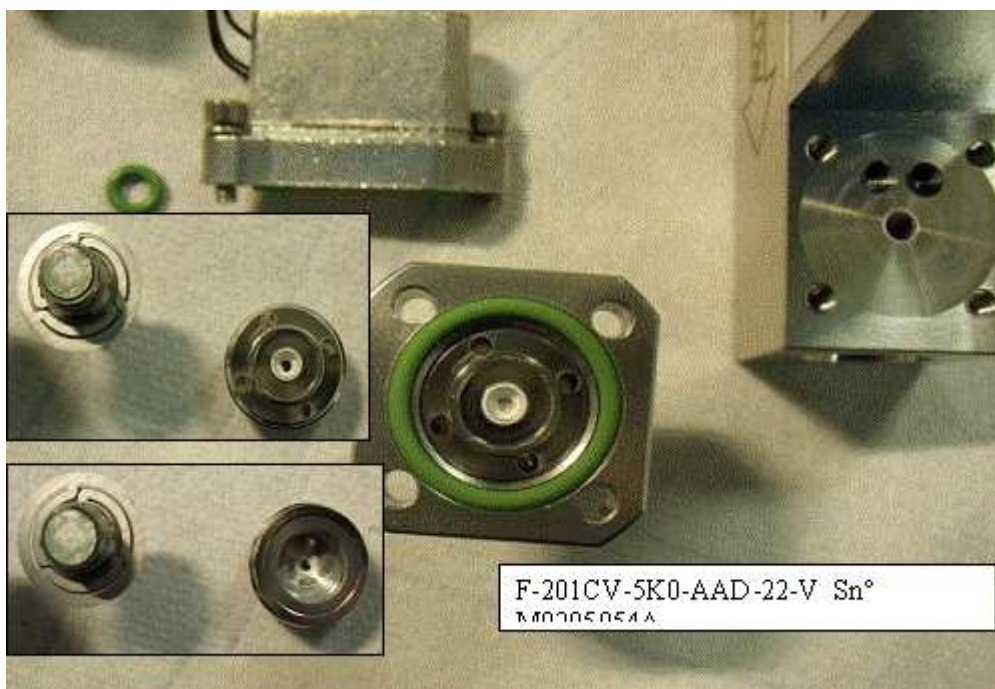
**Tableau 29 :** Récapitulatif des résultats obtenus

Les résultats montrent un problème de régulation du débit, car les coefficients directeurs et les ordonnées à l'origine sont significativement différentes lorsqu'on utilise le système de régulation du TEOM-FDMS et un RDM indépendant.

#### 11.1.4. Conclusion

Le RDM indépendant a été testé par le service "Débitmétrie" du LNE. Les essais montrent qu'un débit est mesuré malgré une consigne de zéro.

Le RDM a donc été renvoyé chez le fabricant pour contrôle : celui-ci a constaté un dépôt blanc dans le RDM (cf. photo ci-après).



**Figure 25 :** Dépôt dans le RDM

L'encrassement du RDM peut expliquer les écarts observés dans les expériences précédentes, mais ne remet pas en cause les résultats obtenus (mode opératoire, influence du temps de génération, influence de l'accumulation d'eau dans les tuyaux...).

Pour éviter de polluer de nouveau le RDM, un filtre contenant du papier destiné à retenir les particules et un autre filtre contenant du gel du silice destiné à absorber l'eau ont été installés en amont du RDM.

## 11.2. ESSAIS AVEC LE RDM ET LES DEUX FILTRES

### 11.2.1. Protocole

Le générateur est à nouveau étalonné en masse en utilisant le porte-filtre et le mode opératoire "Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min" avec le RDM équipé des deux filtres.

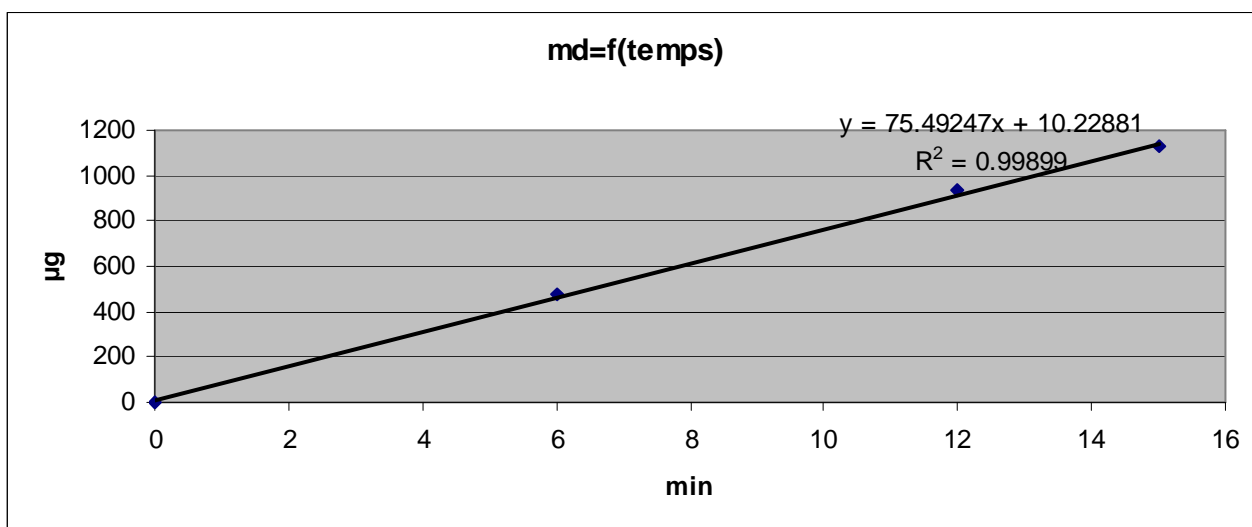
### 11.2.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Porte-filtre/RDM+2 filtres			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	461,0	475,2	3,0
	489,5		
	475,0		
12,0	933,0	931,3	4,2
	970,0		
	891,0		
15,0	1130,5	1125,7	2,1
	1100,0		
	1146,5		

**Tableau 30 :** Linéarité du générateur – Porte-filtre/RDM + 2 filtres (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min) (cf. tableau A-21 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 26 :** Représentation de la linéarité du générateur– Porte-filtre/RDM + 2 filtres (avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min)

### 11.2.3. Analyse des résultats obtenus

	Prélèvement sur le porte-filtre avec régulation du TEOM-FDMS	Prélèvement sur le porte-filtre avec régulation par un RDM indépendant et 2 filtres (avant problème)	Prélèvement sur le porte-filtre avec régulation par un RDM indépendant et 2 filtres (après problème)
Equation des droites	$y = 74,302x + 9,214$	$y=70,132x+3,439$	$y = 75,493x + 10,229$
Coefficient de corrélation	$R2 = 0,9995$	$R2=0,9999$	$R2 = 0,9990$

**Tableau 31 :** Récapitulatif des résultats obtenus

Les résultats montrent que les valeurs des ordonnées à l'origine et des coefficients directeurs sont comparables lorsqu'on utilise le système de régulation du TEOM-FDMS et le système RDM modifié (RDM + 2 filtres).

#### 11.2.4. Conclusion

Ces essais ont permis de rendre comparables les pesées effectuées d'une part, avec le porte-filtre, le RDM et les deux filtres de protection et d'autre part, avec la micro-balance et le système de régulation du TEOM-FDMS.

Toutefois, le mode opératoire d'étalonnage du générateur avec le porte-filtre, le RDM et les filtres de protection du RDM doit être optimisé afin de réduire l'ordonnée à l'origine et les écarts-types.

### 11.3. INFLUENCE DE LA LONGUEUR DU TUYAU

#### 11.3.1. Protocole

Le générateur est à nouveau étalonné en masse en utilisant :

- ✓ le porte-filtre, le RDM et les 2 filtres de protection,
- ✓ le mode opératoire "Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min",
- ✓ différentes longueurs du tuyau sortant du générateur (8 cm, 109 cm, 250 cm).

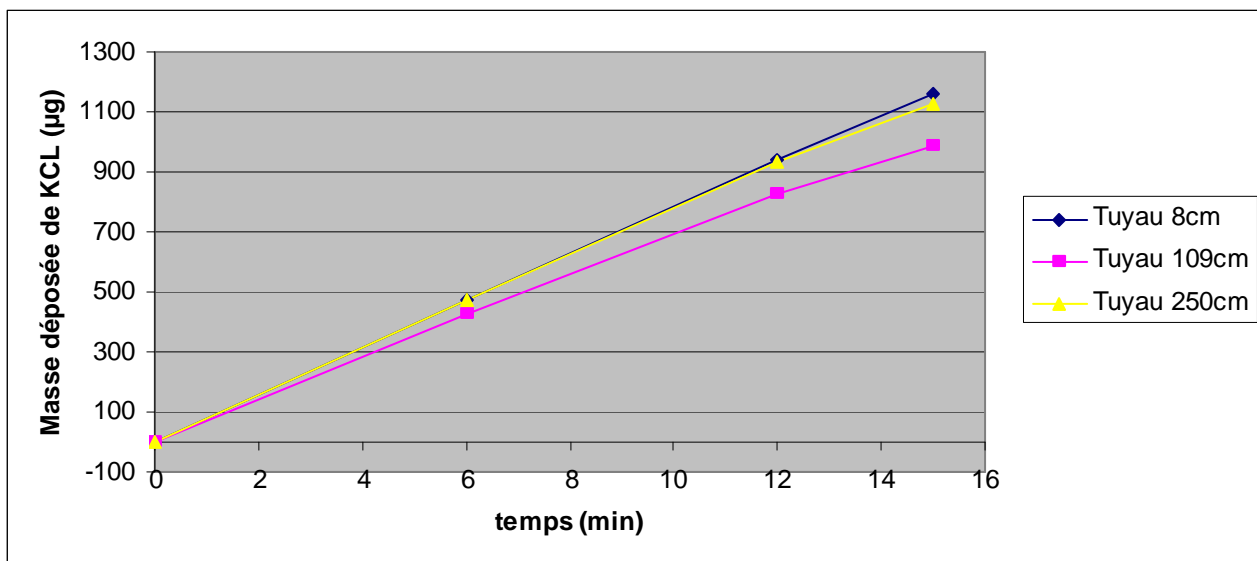
#### 11.3.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Longueur de tuyau de 8 cm				Longueur de tuyau de 109 cm			Longueur de tuyau de 250 cm		
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	465,0	471,0	1,8	435,5	427,9	4,4	461,0	475,2	3,0
	477,0			406,4			489,5		
	532,5			442,0			475,0		
12,0	931,5	938,8	1,1	800,0	828,2	3,0	933,0	931,3	4,2
	946,0			839,0			970,0		
	872,5			845,5			891,0		
15,0	1073,5	1162,0	N/A	975,5	986,8	1,9	1130,5	1125,7	2,1
	1241,5			1008,5			1100,0		
	1162,0			976,5			1146,5		

**Tableau 32 :** Linéarité du générateur-porte-filtre en fonction de la longueur du tuyau du générateur (cf. tableau A-22 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 27 :** Représentation de la linéarité du générateur-porte-filtre en fonction de la longueur du tuyau du générateur

### 11.3.3. Analyse des résultats obtenus

	Longueur de tuyau de 8 cm	Longueur de tuyau de 109 cm	Longueur de tuyau de 250 cm
Equation de la droite	$y=77,621x+2,5729$	$y=66,319x+13,592$	$75,493x+10,229$
Coefficient de corrélation	0,9999	0,9978	0,999

**Tableau 33 :** Récapitulatif des résultats obtenus

Pour une longueur de tuyau de 109 cm, on obtient la plus faible valeur pour le coefficient directeur : ceci peut s'expliquer par le fait que pour cette longueur de tuyau, on observe une plus grande rétention de liquide (flux de KCl condensé) (observation visuelle de l'opérateur).

Les coefficients directeurs sont du même ordre de grandeur pour des longueurs de tuyaux de 8 cm et 250 cm. Par contre, les valeurs des ordonnées à l'origine sont significativement différentes.

Avec une longueur de tuyau plus faible, la valeur de l'ordonnée à l'origine diminue (nota : les valeurs en rouge n'ont pas été prises en compte à cause d'une pollution pendant le chargement des filtres). Toutefois, les filtres sont beaucoup plus humides avec une longueur de tuyau de 8 cm, ce qui augmente le temps de pesée des filtres.

### 11.3.4. Conclusion

Le mode opératoire "Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min" est modifié pour optimiser le fonctionnement générateur-porte-filtre :

- ✓ La longueur du tuyau passe de 250 cm à 8 cm,
- ✓ Le générateur fonctionne en continu,
- ✓ Le nombre de filtres pour tracer la droite d'étalonnage passe de 12 à 16 filtres,
- ✓ Le temps de conditionnement du générateur augmente de 20 à 30 min,
- ✓ Le temps de conditionnement du générateur-porte-filtre augmente de 5 à 10 min.

#### 11.4. MODE OPERATOIRE : GENERATEUR-PORTE-FILTRE AVEC LE GENERATEUR FONCTIONNANT EN CONTINU (3H MAX) ET UNE LONGUEUR DU TUYAU DE 8 CM

Avant l'étalonnage du générateur- porte-filtre, un nettoyage complet à l'air comprimé des tuyaux a été effectué pour évacuer l'eau et ne pas perturber la régulation du débit.

##### 11.4.1. Mode opératoire

###### Etape 0 : Conditionnement des filtres vierges

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

###### Etape 1 : Conditionnement du générateur et du porte-filtre

- Nettoyage du tuyau du filtre et du générateur à l'air comprimé pour évacuer l'eau du précédent étalonnage ;
- Mettre le thermostat du porte-filtre à 5 (24h avant l'utilisation) ;
- Changer le gel de silice ;
- Mettre un nouveau filtre dans le porte-filtre ;
- Enlever le flacon du générateur et mettre à 2 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre la solution de KCl à 2 g/l contenu dans une éprouvette de 250 ml dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le fonctionnement du générateur ;
- Mettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2 g/l sur le générateur ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 2 bars pour conditionner le générateur ;
- Mesurer le débit à l'entrée du porte-filtre et régler le débit standard à 3 NI/min avec le débitmètre BIOS ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression de 2 bars pendant 20-30 min ;
- Brancher le générateur sur le porte-filtre pendant 5 à 10 min afin de conditionner le porte-filtre.

###### Etape 2 : Pesée des filtres

- Peser au minimum 12 filtres vierges avec la méthode Borda suivante :  
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin
- Mettre le filtre vierge pesé sur le porte-filtre juste avant de passer à l'étape 3

###### Etape 3 : Etalonnage du générateur en utilisant le porte-filtre

- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Brancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre et lancer le chronomètre pour 15 min ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre quand le chronomètre sonne ;
- Secouer le tuyau du générateur afin d'éliminer la solution de KCl ;
- Arrêter le chronomètre ;
- Changer le filtre chargé de particules avec un filtre vierge pesé ;
- Mettre les filtres dans le dessiccateur et peser les filtres chargés dès que possible en suivant la même méthode que celle explicitée à l'étape 2 ;
- Refaire l'étape 3 pour les deux autres filtres (temps chargement 12 min et 6 min).



**Etape 4 :** Répétabilité du générateur

- Répéter trois fois l'étape 3.

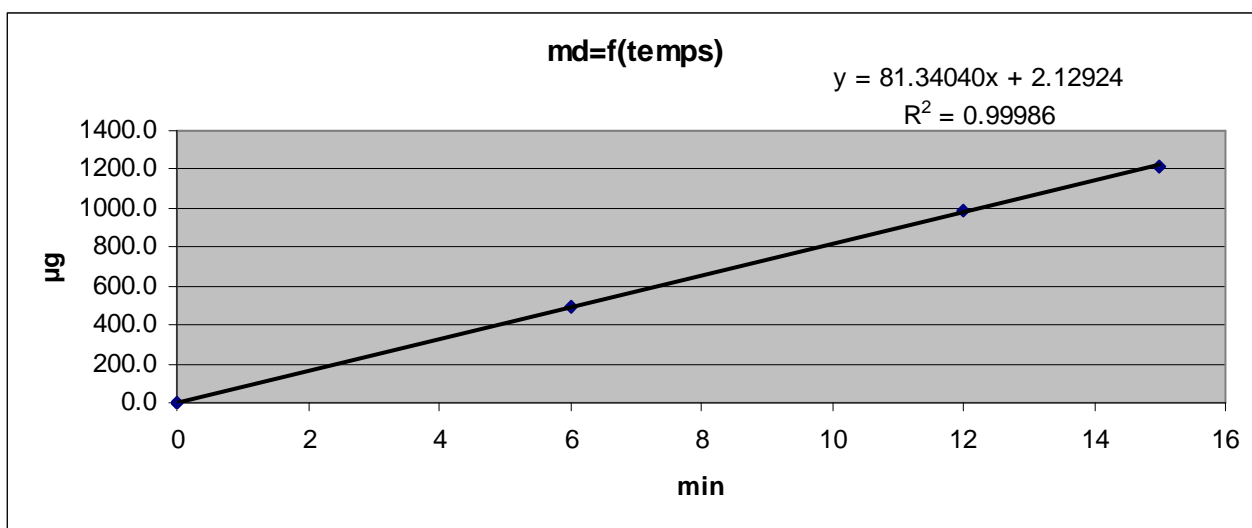
**11.4.2. Résultats obtenus**

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-après.

Générateur en continu / tuyau 8 cm			
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	489,0	491,0	1,0
	498,0		
	487,5		
	489,5		
12,0	978,0	986,4	1,0
	998,0		
	991,5		
	978,0		
15,0	1241,0	1215,4	1,4
	1212,5		
	1203,0		
	1205,0		

**Tableau 34 :** Linéarité du générateur (Générateur - porte-filtre avec le générateur fonctionnant en continu (3h max) et avec une longueur du tuyau de 8 cm) (cf. tableau A-23 en annexe)

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 28 :** Représentation de la linéarité du générateur (Générateur - porte-filtre avec le fonctionnement du générateur en continu (3h max) et avec une longueur du tuyau de 8 cm)

### 11.4.3. Analyse des résultats obtenus

	Porte-filtre / RDM + 2 Filtres	Générateur en continu/ tuyau 8 cm
Equation de la droite	$y = 75,492x + 10,229$	$y = 81,340x + 2,129$
Coefficient de corrélation	$R^2 = 0,9990$	$R^2 = 0,9999$

**Tableau 35 : Récapitulatif des résultats obtenus**

Le mode opératoire « Générateur - porte-filtre avec le générateur fonctionnant en continu (3h max) avec une longueur du tuyau de 8 cm » permet d'augmenter le coefficient directeur, de diminuer la valeur de l'ordonnée à l'origine et les valeurs des écarts-types des « masses déposées » par rapport au mode opératoire « Générateur-porte-filtre avec arrêt du générateur après chaque série de 3 prélèvements de 15 min, 12 min et 6 min ». Les valeurs des coefficients de corrélation sont du même ordre de grandeur.

### 11.4.4. Conclusion

L'installation des deux filtres pour la protection du RDM, la diminution de la longueur du tuyau du générateur à 8 cm, l'augmentation du temps de conditionnement du générateur et du porte-filtre et le fonctionnement en continu du générateur ont permis d'améliorer les résultats du précédent mode opératoire.

Néanmoins, l'utilisation intensive du générateur sur le porte-filtre provoque un taux humidité élevé sur les filtres et une accumulation d'eau dans le porte-filtre. Cette présence d'eau pourrait peut-être poser des problèmes. De plus, le temps de pesée des filtres est beaucoup plus long (minimum 1 h dans le dessicateur).

Une reproductibilité du processus d'étalonnage a été effectuée afin de confirmer les résultats.

## 11.5. REPRODUCTIBILITE DU MODE OPERATOIRE : GENERATEUR - PORTE-FILTRE AVEC LE GENERATEUR FONCTIONNANT EN CONTINU (3H MAX) ET UNE LONGUEUR DU TUYAU DE 8 CM

### 11.5.1. Mode opératoire

Le mode opératoire est répété trois fois de suite avec le même opérateur.

### 11.5.2. Résultats obtenus

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau ci-après.

ETALONNAGE N°1				ETALONNAGE N°2			ETALONNAGE N°3		
Temps (min)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)	Masse déposée (µg)	Masse moyenne déposée (µg)	Ecart-type (%)
6,0	474,5	489,8	4,4	490,5	500,7	2,1	486,5	490,1	1,6
	554,0			493,5			501,5		
	505,0			506,0			484,5		
	535,0			513,0			488,0		
12,0	928,0	993,2	0,8	943,5	961,5	1,8	974,0	971,7	1,9
	984,0			962,5			946,5		
	998,0			1072,0			977,5		
	997,5			978,5			989,0		
15,0	1187,0	1220,1	2,5	1175,5	1209,1	3,0	1169,0	1176,5	1,5
	1205,5			1180,0			1161,0		
	1258,5			1233,5			1202,5		
	1229,5			1247,5			1173,5		

**Tableau 36 : Linéarité du générateur – Reproductibilité du mode opératoire (Générateur-  
porte-filtre avec le générateur fonctionnant en continu (3h max) et une longueur de tuyau de  
8 cm) (cf. tableau A-24 en annexe)**

Les résultats sont résumés dans le tableau ci-après.

	ETALONNAGE N°1	ETALONNAGE N°2	ETALONNAGE N°3
<b>Equation de la droite</b>	$y=81,795x+0,952$	$y=80,155x+6,568$	$y=78,965x+8,129$
<b>Coefficient de corrélation</b>	0,99980	0,99969	0,99922

**Tableau 37 : Récapitulatif des résultats obtenus**

### 11.5.3. Analyse des résultats obtenus

Les valeurs des coefficients directeurs sont du même ordre de grandeur. Les petit écarts observés sur les coefficients directeurs peuvent provenir :

- ✓ Du réglage du débit ;
- ✓ Du réglage de la pression du générateur : l'aiguille du manomètre est trop épaisse et le manque de graduation du manomètre pose problème pour un réglage fin et répétable de la pression du générateur.

Par contre, les valeurs des ordonnées à l'origine sont dispersées. Le problème observé peut s'expliquer par :

- ✓ Les conditions climatiques du laboratoire (température, pression) non prises en comptes pour le calcul de la masse déposée ;
- ✓ Un manque de procédure pour le nettoyage et/ou une dégradation de la membrane du porte-filtre (il est observé une pollution de quelques filtres : cf. figure ci-après).



**Figure 29 :** Pollution de quelques filtres

Les valeurs des coefficients de corrélation sont acceptables avec trois neuf après la virgule.

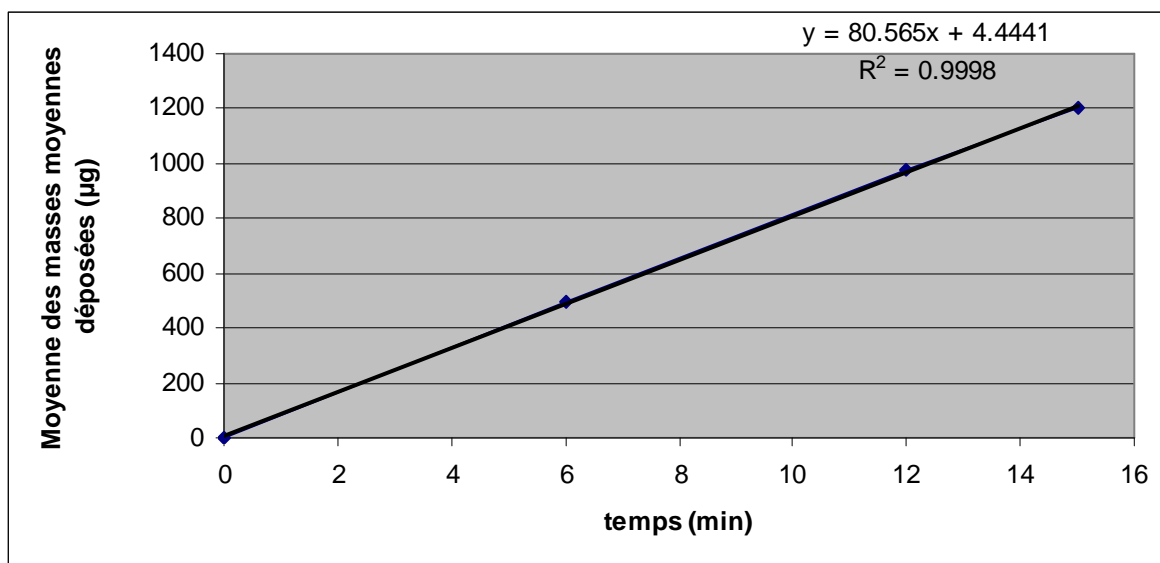
Au vu des résultats obtenus, le mode opératoire (Générateur - porte-filtre avec le générateur fonctionnant en continu (3 h max) et une longueur de tuyau de 8 cm) peut être retenu pour faire l'étalonnage du générateur sur le porte-filtre.

Les résultats des 3 droites d'étalonnage du générateur avec le porte-filtre ont été moyennés pour obtenir une seule équation de droite représentative de l'étalonnage (cf. tableau ci-après).

ETALONNAGE DU GENERATEUR			
Temps (min)	Masse moyenne déposée (µg)	Moyenne des masses moyennes déposées (µg)	Ecart-type (%)
6,0	491,0	492,9	1,1
	489,8		
	500,7		
	490,1		
12,0	986,4	978,3	1,5
	993,2		
	961,7		
	971,7		
15,0	1215,4	1205,3	1,6
	1220,1		
	1209,1		
	1176,5		

**Tableau 38 :** Récapitulatif des résultats obtenus pour l'étalonnage du générateur

Ces résultats sont représentés sur la figure ci-après.



**Figure 30 :** Représentation de la linéarité de l'étalonnage du générateur sur porte-filtre du (Générateur- porte-filtre avec le générateur fonctionnant en continu (3h max) et une longueur de tuyau de 8 cm)

#### 11.5.4. Conclusion

L'équation de la droite obtenue pour l'étalonnage du générateur en utilisant le porte-filtre est la suivante : Masse générée = 80,565 x temps + 4,444

## 12. CONCLUSION GENERALE

L'étude menée en 2009 a permis d'optimiser le protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en utilisant un porte-filtre, un régulateur de débit massique (RDM) et des filtres de protection. Toutefois, des améliorations devront être apportées pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre, afin d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité du protocole d'étalonnage.

De premiers essais de couplage de ce générateur avec un TEOM-FDMS montrent qu'il n'y a plus de problème de colmatage du filtre du TEOM-FDMS

Par contre, il est observé des écarts significatifs entre les masses délivrées par le générateur et celles mesurées par le TEOM-FDMS (de l'ordre de 10 %).

## 13. PERSPECTIVES

L'étude proposée pour 2010 portera sur les points suivants :

- ✓ Amélioration de la répétabilité et de la reproductibilité du protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en mettant en place des solutions techniques pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre ;
- ✓ Optimisation du couplage entre le générateur et le TEOM-FDMS ;
- ✓ Détermination de la faisabilité de la mise en oeuvre sur site de la procédure d'étalonnage du TEOM-FDMS développée en laboratoire par le LCSQA-LNE ; ceci sera effectué en appliquant la procédure à des TEOM-FDMS sur le site du LCSQA-INERIS ;
- ✓ Suivi à moyen terme du comportement du générateur.

## 14. ANNEXES

### 14.1. ANNEXE 1 : Programme de travail 2009

*Métrologie - Assurance qualité*

*Programme pluriannuel*

#### **DEVELOPPEMENT D'UN DISPOSITIF D'ETALONNAGE DES APPAREILS MESURANT LES CONCENTRATIONS MASSIQUES DE PARTICULES**

*Responsable de l'étude : LNE*

### 1. OBJECTIF

L'objectif est de développer un dispositif d'étalonnage et une procédure associée pour les appareils de mesure des concentrations massiques particulaires dans l'air ambiant (TEOM-FDMS).

Ce dispositif d'étalonnage pourra ensuite être directement utilisé par les AASQA dans leurs stations de mesure pour étalonner leurs analyseurs automatiques de particules type TEOM-FDMS.

### 2. CONTEXTE ET TRAVAUX ANTERIEURS

Une première étude a tout d'abord été menée sur l'étalonnage du TEOM 50°C.

Le principe de la procédure d'étalonnage développée pour le TEOM 50°C est basé sur l'introduction d'un aérosol directement par la canne d'aspiration sans considérer la tête de prélèvement.

Cette méthode consiste donc à injecter les particules délivrées par un générateur d'aérosol :

- ✓ Tout d'abord, sur un filtre externe placé sur un porte-filtre classique; le filtre externe est ensuite pesé sur une balance de précision afin de mesurer la masse de particules déposées sur le filtre et d'en déduire ensuite la concentration massique (soit  $C_{\text{filtre externe}}$ ),
- ✓ Puis, sur le filtre du TEOM 50°C et de relever la concentration massique indiquée par le TEOM 50°C (soit  $C_{\text{TEOM}}$ ).

Les deux concentrations massiques ( $C_{\text{filtre externe}}$  et  $C_{\text{TEOM}}$ ) sont ensuite comparées entre elles et la concentration massique indiquée par le TEOM 50°C doit être si nécessaire corrigée.

Une recherche bibliographique approfondie a permis de s'équiper du générateur d'aérosol dont les caractéristiques convenaient le mieux en termes de caractéristiques métrologiques à savoir le PALAS Aerosol Generator GFG-1000 : cet appareil génère des particules de carbone dont les tailles sont comprises entre 200 et 300 nm.

Les études menées en 2006 et en 2007 ont conduit à optimiser les paramètres expérimentaux du générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 par le biais d'essais sur un filtre externe. Une fois ces paramètres optimisés, les essais ont montré que le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 génère un aérosol ayant une concentration en particules répétable et reproductible dans le temps. De plus, les essais réalisés sur ces 2 années ont permis d'étudier le comportement du générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 dans le temps, ce qui a permis de définir ensuite une procédure d'étalonnage adaptée à ce type d'appareil.

Concernant le couplage du TEOM 50°C avec le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000, les résultats obtenus en 2007 ont conduit à des incertitudes de l'ordre de grandeur de celles données par le constructeur (10 %).

En parallèle, le MEEDDAT et l'ADEME ont décidé de mettre en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure : cette procédure consiste à mettre en parallèle un TEOM 50°C et un TEOM-FDMS dans les stations de référence et à ajuster ensuite les données PM des autres stations en utilisant les écarts constatés entre le TEOM 50°C et le TEOM-FDMS. Dans cette procédure, le TEOM-FDMS peut donc être considéré comme une référence. Au vu de ces nouveaux choix techniques, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50°C.

Par conséquent, le LNE s'est équipé d'un TEOM-FDMS en 2008 et a appliqué la procédure d'étalonnage proposée pour le TEOM 50°C au TEOM-FDMS : cette procédure a consisté à comparer la concentration mesurée par le TEOM-FDMS à celle pesée sur un filtre externe après avoir optimisé la procédure de génération des particules sur le filtre du TEOM-FDMS. Malheureusement, un problème de colmatage trop rapide du filtre du TEOM-FDMS n'a pas permis d'aboutir à une procédure finalisée d'étalonnage en masse du TEOM-FDMS avec le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000, malgré de nombreux essais effectués pour optimiser les conditions opératoires.

Des essais supplémentaires ont toutefois été réalisés en couplant le TEOM-FDMS avec d'autres types de générateurs d'aérosols et montrent qu'avec d'autres types de particules (NaCl par exemple), le problème de colmatage peut être résolu, puisqu'une masse conséquente de particules peut être déposée sur le filtre du TEOM pendant un laps de temps correct, sans que le phénomène de colmatage ne se produise. Ces essais ont donc permis de montrer que le problème de colmatage était lié à la taille et la nature des particules impactées sur le filtre du TEOM-FDMS.

### 3. TRAVAUX PROPOSES POUR 2009

Pour 2009, le LNE propose donc :

- ✓ D'acheter un nouveau générateur de particules (génération de sels),
- ✓ D'optimiser le couplage entre le nouveau générateur de particules et le TEOM-FDMS,
- ✓ D'effectuer des premiers essais sur site dans une AASQA.

**4. COLLABORATION**

- MEEDDAT, ADEME
- Fabricants

**5. DUREE DES TRAVAUX**

L'étude de développement sera effectuée sur 4 ans (2006-2009).

**6. PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX**

- Christophe Sutour (coordinateur)
- Ana Surget, Tatiana Macé



14.2. ANNEXE 2 : Données brutes

**Tableau : A-1**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	17	sans dépôt	0,087331	0,099375	0,099373	0,087331	0,012043	
5	17	avec dépôt	0,087331	0,099837	0,099837	0,087332	0,0125055	<b>462,5</b>
0	18	sans dépôt	0,087331	0,100032	0,100031	0,08733	0,012701	
5	18	avec dépôt	0,08733	0,100498	0,100497	0,087334	0,0131655	<b>464,5</b>
0	23	sans dépôt	0,087329	0,099563	0,099563	0,087325	0,012236	
5	23	avec dépôt	0,08733	0,100056	0,100055	0,087329	0,012726	<b>490,0</b>
0	14	sans dépôt	0,087333	0,099982	0,099979	0,087333	0,0126475	
10	14	avec dépôt	0,087333	0,100861	0,100861	0,087335	0,013527	<b>879,5</b>
0	15	sans dépôt	0,087333	0,101754	0,101756	0,087334	0,0144215	
10	15	avec dépôt	0,087333	0,10264	0,102641	0,087333	0,0153075	<b>886,0</b>
0	16	sans dépôt	0,087334	0,100563	0,100562	0,087332	0,0132295	
10	16	avec dépôt	0,087334	0,101412	0,101413	0,087333	0,014079	<b>849,5</b>
0	20	sans dépôt	0,08733	0,100163	0,100162	0,087329	0,012833	
15	20	avec dépôt	0,087328	0,101505	0,101511	0,087329	0,0141795	<b>1346,5</b>
0	21	sans dépôt	0,087329	0,0998	0,099802	0,08733	0,0124715	
15	21	avec dépôt	0,08733	0,10109	0,101088	0,087329	0,0137595	<b>1288,0</b>
0	22	sans dépôt	0,087331	0,099652	0,099654	0,087329	0,012323	
15	22	avec dépôt	0,087328	0,100927	0,100924	0,087328	0,0135975	<b>1274,5</b>

**Tableau : A-2**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	26	sans dépôt	0,087332	0,099477	0,099477	0,087333	0,0121445	
5	26	avec dépôt	0,087332	0,100022	0,100022	0,087333	0,0126895	<b>545,0</b>
0	25	sans dépôt	0,087335	0,100335	0,100335	0,087332	0,0130015	
10	25	avec dépôt	0,087333	0,10141	0,10141	0,087332	0,0140775	<b>1076,0</b>
0	24	sans dépôt	0,087333	0,100454	0,100453	0,087335	0,0131195	
15	24	avec dépôt	0,087333	0,101975	0,101974	0,087331	0,0146425	<b>1523,0</b>

**Tableau : A-3**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	4	sans dépôt	0,087329	0,099171	0,099168	0,087328	0,011841	
6	4	avec dépôt	0,087327	0,099634	0,099634	0,087329	0,012306	<b>465</b>
0	7	sans dépôt	0,087327	0,099548	0,099546	0,087326	0,0122205	
6	7	avec dépôt	0,087328	0,100023	0,100024	0,087329	0,012695	<b>474,5</b>
0	10	sans dépôt	0,087327	0,100779	0,100779	0,087329	0,013451	
6	10	avec dépôt	0,087329	0,101256	0,101257	0,087327	0,0139285	<b>477,5</b>
0	3	sans dépôt	0,087327	0,098912	0,098912	0,08733	0,0115835	
12	3	avec dépôt	0,087328	0,099805	0,099805	0,087329	0,0124765	<b>893</b>
0	6	sans dépôt	0,08733	0,099575	0,099573	0,087334	0,012242	
12	6	avec dépôt	0,087328	0,100469	0,100471	0,087329	0,0131415	<b>899,5</b>
0	9	sans dépôt	0,087327	0,099937	0,099936	0,08733	0,012608	
12	9	avec dépôt	0,087328	0,100859	0,100856	0,087326	0,0135305	<b>922,5</b>
0	1	sans dépôt	0,087333	0,100306	0,100306	0,08733	0,0129745	
15	1	avec dépôt	0,087326	0,101349	0,101349	0,087332	0,01402	<b>1045,5</b>
0	5	sans dépôt	0,08733	0,099718	0,099718	0,08733	0,012388	
15	5	avec dépôt	0,087327	0,100849	0,100846	0,087329	0,0135195	<b>1131,5</b>
0	8	sans dépôt	0,087326	0,099379	0,099376	0,087331	0,012049	
15	8	avec dépôt	0,087328	0,100515	0,100516	0,087329	0,013187	<b>1138,0</b>

**Tableau : A-4**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	16	sans dépôt	0,087332	0,099948	0,099949	0,087336	0,0126145	
6	16	avec dépôt	0,08733	0,100401	0,100399	0,087332	0,013069	<b>454,5</b>
0	19	sans dépôt	0,087329	0,100769	0,100771	0,087329	0,013441	
6	19	avec dépôt	0,087332	0,101222	0,101219	0,087334	0,0138875	<b>446,5</b>
0	22	sans dépôt	0,087331	0,099871	0,09987	0,087331	0,0125395	
6	22	avec dépôt	0,087329	0,100336	0,100337	0,087328	0,013008	<b>468,5</b>
0	15	sans dépôt	0,087334	0,099915	0,099915	0,087332	0,012582	
12	15	avec dépôt	0,087336	0,100782	0,100781	0,087333	0,013447	<b>865</b>
0	18	sans dépôt	0,087329	0,09991	0,099911	0,087332	0,01258	
12	18	avec dépôt	0,087332	0,100766	0,100767	0,087332	0,0134345	<b>854,5</b>
0	21	sans dépôt	0,087332	0,099096	0,099097	0,08733	0,0117655	
12	21	avec dépôt	0,087329	0,099997	0,099995	0,08733	0,0126665	<b>901</b>
0	14	sans dépôt	0,087334	0,098815	0,098814	0,087335	0,01148	
15	14	avec dépôt	0,087333	0,099858	0,099856	0,087334	0,0125235	<b>1043,5</b>
0	17	sans dépôt	0,087335	0,099791	0,099793	0,087335	0,012457	
15	17	avec dépôt	0,087332	0,100846	0,100847	0,087332	0,0135145	<b>1057,5</b>
0	20	sans dépôt	0,08733	0,099684	0,099685	0,087331	0,012354	
15	20	avec dépôt	0,087327	0,100824	0,100825	0,08733	0,013496	<b>1142,0</b>

**Tableau : A-5**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	4	sans dépôt	0,087336	0,099305	0,099304	0,087339	0,011967	
6	4	avec dépôt	0,087335	0,099762	0,099762	0,087336	0,0124265	<b>459,5</b>
0	6	sans dépôt	0,087337	0,099552	0,099553	0,087335	0,0122165	
6	6	avec dépôt	0,087332	0,100003	0,100002	0,087336	0,0126685	<b>452</b>
0	9	sans dépôt	0,087331	0,100269	0,100266	0,087335	0,0129345	
6	9	avec dépôt	0,087332	0,100744	0,100746	0,087332	0,013413	<b>478,5</b>
0	2	sans dépôt	0,087331	0,099945	0,099944	0,087332	0,012613	
12	2	avec dépôt	0,087332	0,100808	0,100809	0,087332	0,0134765	<b>863,5</b>
0	5	sans dépôt	0,087336	0,100049	0,100049	0,087336	0,012713	
12	5	avec dépôt	0,087335	0,100931	0,10093	0,087332	0,013597	<b>884</b>
0	8	sans dépôt	0,087335	0,099728	0,099728	0,087336	0,0123925	
12	8	avec dépôt	0,087335	0,100635	0,100633	0,087334	0,0132995	<b>907</b>
0	1	sans dépôt	0,087334	0,100001	0,100002	0,087333	0,012668	
15	1	avec dépôt	0,08733	0,101066	0,101067	0,087333	0,013735	<b>1067</b>
0	3	sans dépôt	0,087333	0,098341	0,098431	0,087337	0,011051	
15	3	avec dépôt	0,087336	0,099508	0,099507	0,087335	0,012172	<b>1121</b>
0	7	sans dépôt	0,087338	0,099617	0,099615	0,087334	0,01228	
15	7	avec dépôt	0,087332	0,100736	0,100736	0,087335	0,0134025	<b>1122,5</b>

**Tableau : A-6**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	3	sans dépôt	0,087333	0,09889	0,09887	0,087336	0,0115455	
6	3	avec dépôt	0,087336	0,099332	0,099333	0,087332	0,0119985	<b>453</b>
0	6	sans dépôt	0,087334	0,099381	0,099382	0,087337	0,012046	
6	6	avec dépôt	0,087336	0,099823	0,099823	0,087336	0,012487	<b>441</b>
0	9	sans dépôt	0,087335	0,099866	0,099861	0,087335	0,0125285	
6	9	avec dépôt	0,087336	0,10033	0,10033	0,087335	0,0129945	<b>466</b>
0	2	sans dépôt	0,087336	0,098182	0,098182	0,087336	0,010846	
12	2	avec dépôt	0,087334	0,099027	0,09903	0,087338	0,0116925	<b>846,5</b>
0	5	sans dépôt	0,087335	0,098893	0,09889	0,087335	0,0115565	
12	5	avec dépôt	0,087335	0,099773	0,099771	0,087336	0,0124365	<b>880</b>
0	8	sans dépôt	0,087333	0,099943	0,099943	0,087336	0,0126085	
12	8	avec dépôt	0,087333	0,100834	0,100837	0,087335	0,0135015	<b>893</b>
0	1	sans dépôt	0,087335	0,098994	0,098995	0,087335	0,0116595	
15	1	avec dépôt	0,087334	0,100018	0,100018	0,087355	0,0126735	<b>1014</b>
0	4	sans dépôt	0,087335	0,099606	0,099609	0,087337	0,0122715	
15	4	avec dépôt	0,087336	0,100679	0,100682	0,087336	0,0133445	<b>1073</b>
0	7	sans dépôt	0,087335	0,09897	0,098968	0,087336	0,0116335	
15	7	avec dépôt	0,087335	0,100075	0,100076	0,087336	0,01274	<b>1106,5</b>

**Tableau : A-7**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	13	sans dépôt	0,087333	0,099618	0,099618	0,087331	0,012286	
6	13	avec dépôt	0,087331	0,10004	0,100039	0,087328	0,01271	<b>424</b>
0	16	sans dépôt	0,08733	0,099282	0,099281	0,087327	0,011953	
6	16	avec dépôt	0,087327	0,099734	0,099733	0,087327	0,0124065	<b>453,5</b>
0	19	sans dépôt	0,087324	0,098764	0,098765	0,087327	0,011439	
6	19	avec dépôt	0,087326	0,099198	0,099197	0,087327	0,011871	<b>432</b>
0	12	sans dépôt	0,087332	0,100089	0,100088	0,087335	0,012755	
12	12	avec dépôt	0,087329	0,100922	0,100924	0,08733	0,0135935	<b>838,5</b>
0	15	sans dépôt	0,087328	0,099514	0,099514	0,08733	0,012185	
12	15	avec dépôt	0,087328	0,100369	0,100371	0,087327	0,0130425	<b>857,5</b>
0	18	sans dépôt	0,087328	0,099604	0,099605	0,087327	0,012277	
12	18	avec dépôt	0,087326	0,100486	0,100487	0,087328	0,0131595	<b>882,5</b>
0	11	sans dépôt	0,087333	0,099168	0,099168	0,087331	0,011836	
15	11	avec dépôt	0,087333	0,100224	0,100224	0,08733	0,0128925	<b>1056,5</b>
0	14	sans dépôt	0,08733	0,099863	0,099863	0,087331	0,0125325	
15	14	avec dépôt	0,087331	0,100932	0,100934	0,08733	0,0136025	<b>1070</b>
0	17	sans dépôt	0,087328	0,099083	0,099083	0,087325	0,0117565	
15	17	avec dépôt	0,087324	0,100185	0,100187	0,087325	0,0128615	<b>1105</b>

**Tableau : A-8**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	3	sans dépôt	0,087333	0,099382	0,099382	0,087336	0,0120475	
6	3	avec dépôt	0,087334	0,099835	0,099837	0,087333	0,0125025	<b>455</b>
0	6	sans dépôt	0,087333	0,099544	0,099545	0,087332	0,012212	
6	6	avec dépôt	0,087333	0,099982	0,09998	0,087329	0,01265	<b>438</b>
0	9	sans dépôt	0,087336	0,099918	0,099916	0,087333	0,0125825	
6	9	avec dépôt	0,087329	0,100353	0,100355	0,087332	0,0130235	<b>441</b>
0	2	sans dépôt	0,087336	0,100306	0,100304	0,087334	0,01297	
12	2	avec dépôt	0,087336	0,101219	0,101219	0,087333	0,0138845	<b>914,5</b>
0	5	sans dépôt	0,087336	0,099069	0,099069	0,087335	0,0117335	
12	5	avec dépôt	0,087335	0,099941	0,099941	0,087331	0,012608	<b>874,5</b>
0	8	sans dépôt	0,087334	0,099008	0,099008	0,087336	0,011673	
12	8	avec dépôt	0,087329	0,099888	0,09989	0,087328	0,0125605	<b>887,5</b>
0	1	sans dépôt	0,087334	0,099526	0,099524	0,087334	0,012191	
15	1	avec dépôt	0,087332	0,100624	0,100625	0,087336	0,0132905	<b>1099,5</b>
0	4	sans dépôt	0,087332	0,09904	0,099042	0,087335	0,0117075	
15	4	avec dépôt	0,087332	0,100134	0,100134	0,087335	0,0128005	<b>1093</b>
0	7	sans dépôt	0,087334	0,100331	0,100332	0,087331	0,012999	
15	7	avec dépôt	0,087329	0,101479	0,10148	0,087328	0,014151	<b>1152</b>

**Tableau : A-9**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
0	12	sans dépôt	0,08733	0,099574	0,099577	0,087327	0,012247	
6	12	avec dépôt	0,087329	0,100004	0,100005	0,087331	0,0126745	<b>427,5</b>
0	15	sans dépôt	0,087327	0,099876	0,099877	0,087328	0,012549	
6	15	avec dépôt	0,087327	0,100327	0,100326	0,087326	0,013	<b>451</b>
0	18	sans dépôt	0,087326	0,099988	0,099988	0,087327	0,0126615	
6	19	avec dépôt	0,087325	0,100444	0,100443	0,087325	0,0131185	<b>457</b>
0	11	sans dépôt	0,087331	0,100758	0,100757	0,08733	0,013427	
12	11	avec dépôt	0,08733	0,101585	0,101584	0,087329	0,014255	<b>828</b>
0	14	sans dépôt	0,087328	0,100071	0,10007	0,087327	0,012743	
12	14	avec dépôt	0,087331	0,100943	0,100941	0,087329	0,013612	<b>869</b>
0	17	sans dépôt	0,087327	0,100658	0,100657	0,087328	0,01333	
12	17	avec dépôt	0,087326	0,10155	0,101549	0,087327	0,014223	<b>893</b>
0	10	sans dépôt	0,08733	0,100409	0,100408	0,08733	0,0130785	
15	10	avec dépôt	0,087327	0,101467	0,101468	0,087327	0,0141405	<b>1062</b>
0	13	sans dépôt	0,087328	0,099762	0,099761	0,087328	0,0124335	
15	13	avec dépôt	0,087326	0,100859	0,100858	0,087331	0,01353	<b>1096,5</b>
0	16	sans dépôt	0,087328	0,100427	0,100428	0,087327	0,0131	
15	16	avec dépôt	0,087326	0,101531	0,101529	0,08733	0,014202	<b>1102</b>

**Tableau : A-10**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
15	10	sans dépôt	0,087326	0,099643	0,099642	0,087327	0,012316	<b>1088</b>
	10	avec dépôt	0,087328	0,100728	0,100734	0,087326	0,013404	
15	11	sans dépôt	0,087325	0,099087	0,099087	0,087327	0,011761	<b>1067,5</b>
	11	avec dépôt	0,087327	0,100155	0,100155	0,087326	0,0128285	
15	12	sans dépôt	0,087326	0,098564	0,098565	0,087328	0,0112375	<b>1063,5</b>
	12	avec dépôt	0,087328	0,099628	0,099628	0,087326	0,012301	
15	13	sans dépôt	0,087324	0,098935	0,098938	0,087324	0,0116125	<b>1103</b>
	13	avec dépôt	0,087323	0,100038	0,100041	0,087325	0,0127155	
15	14	sans dépôt	0,087326	0,099913	0,099913	0,087324	0,012588	<b>1112,5</b>
	14	avec dépôt	0,087324	0,101024	0,101025	0,087324	0,0137005	
15	15	sans dépôt	0,087326	0,099996	0,099998	0,087325	0,0126715	<b>1044</b>
	15	avec dépôt	0,087324	0,101038	0,10104	0,087323	0,0137155	
15	16	sans dépôt	0,087324	0,100298	0,1003	0,087323	0,0129755	<b>1107,5</b>
	16	avec dépôt	0,087323	0,101407	0,101408	0,087326	0,014083	
15	17	sans dépôt	0,087323	0,099863	0,099867	0,087326	0,0125405	<b>1121,5</b>
	17	avec dépôt	0,087325	0,100986	0,100986	0,087323	0,013662	
15	18	sans dépôt	0,087324	0,100345	0,100343	0,087324	0,01302	<b>1085</b>
	18	avec dépôt	0,087321	0,101428	0,101427	0,087324	0,014105	
15	19	sans dépôt	0,087323	0,099642	0,099642	0,087325	0,012318	<b>1075</b>
	19	avec dépôt	0,08732	0,100716	0,100712	0,087322	0,013393	
15	20	sans dépôt	0,087325	0,098745	0,098743	0,087326	0,0114185	<b>1063,5</b>
	20	avec dépôt	0,087323	0,099802	0,099804	0,087319	0,012482	
15	21	sans dépôt	0,087328	0,099462	0,099461	0,087323	0,012136	<b>1053</b>
	21	avec dépôt	0,087324	0,100511	0,100514	0,087323	0,013189	
15	22	sans dépôt	0,087324	0,10026	0,100259	0,087324	0,0129355	<b>983,5</b>
	22	avec dépôt	0,087322	0,101244	0,101241	0,087325	0,013919	
15	23	sans dépôt	0,08733	0,099492	0,099494	0,087325	0,0121655	<b>1048</b>
	23	avec dépôt	0,087321	0,100535	0,100536	0,087323	0,0132135	
15	24	sans dépôt	0,087326	0,099169	0,099173	0,087322	0,011847	<b>1105</b>
	24	avec dépôt	0,087326	0,100279	0,100279	0,087328	0,012952	
15	25	sans dépôt	0,087319	0,09973	0,099732	0,087323	0,01241	<b>1104</b>
	25	avec dépôt	0,087321	0,100836	0,100837	0,087324	0,013514	
15	26	sans dépôt	0,087324	0,098955	0,098954	0,087325	0,01163	<b>1034</b>
	26	avec dépôt	0,087327	0,099992	0,099989	0,087326	0,012664	
15	27	sans dépôt	0,087329	0,099633	0,099628	0,087322	0,012305	<b>1107</b>
	27	avec dépôt	0,087325	0,100737	0,100739	0,087327	0,013412	

**Tableau : A-11**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
15	1	sans dépôt	0,087327	0,099806	0,099802	0,087324	0,0124785	<b>1100,5</b>
	1	avec dépôt	0,087322	0,100902	0,100901	0,087323	0,013579	
15	2	sans dépôt	0,087322	0,100053	0,100054	0,087323	0,012731	<b>1053,5</b>
	2	avec dépôt	0,087321	0,101104	0,101106	0,08732	0,0137845	
15	3	sans dépôt	0,087322	0,099965	0,099968	0,087322	0,0126445	<b>1114,5</b>
	3	avec dépôt	0,087322	0,101081	0,10108	0,087321	0,013759	
15	4	sans dépôt	0,087322	0,099703	0,099703	0,087322	0,012381	<b>1137,5</b>
	4	avec dépôt	0,08732	0,100839	0,10084	0,087322	0,0135185	
15	5	sans dépôt	0,08732	0,100328	0,100327	0,08732	0,0130075	<b>1120,5</b>
	5	avec dépôt	0,087324	0,101449	0,101451	0,08732	0,014128	
15	6	sans dépôt	0,087323	0,100351	0,100353	0,087324	0,0130285	<b>1148</b>
	6	avec dépôt	0,087321	0,101498	0,101498	0,087322	0,0141765	
15	7	sans dépôt	0,087322	0,099326	0,099322	0,087323	0,0120015	<b>1176</b>
	7	avec dépôt	0,087324	0,100501	0,1005	0,087322	0,0131775	
15	8	sans dépôt	0,087324	0,099357	0,09957	0,087324	0,0121395	<b>1072</b>
	8	avec dépôt	0,087324	0,100533	0,100537	0,087323	0,0132115	
15	9	sans dépôt	0,087323	0,098492	0,098493	0,087324	0,011169	<b>1162,5</b>
	9	avec dépôt	0,08732	0,099648	0,099652	0,087317	0,0123315	

**Tableau : A-12**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
30	15	sans dépôt	0,087336	0,090138	0,090139	0,087338	0,0028015	<b>1014</b>
	15	avec dépôt	0,087334	0,09115	0,09115	0,087335	0,0038155	
60	16	sans dépôt	0,087334	0,089795	0,089797	0,087337	0,0024605	<b>815</b>
	16	avec dépôt	0,087339	0,090612	0,090613	0,087335	0,0032755	
90	17	sans dépôt	0,087341	0,089327	0,089331	0,087337	0,00199	<b>740</b>
	17	avec dépôt	0,087335	0,090065	0,090066	0,087336	0,00273	
120	18	sans dépôt	0,087336	0,086584	0,086586	0,087338	-0,000752	<b>662,5</b>
	18	avec dépôt	0,087336	0,087248	0,087246	0,087337	-8,95E-05	
150	19	sans dépôt	0,087333	0,08615	0,086156	0,087329	-0,001178	<b>649</b>
	19	avec dépôt	0,087339	0,08681	0,086808	0,087337	-0,000529	
180	20	sans dépôt	0,087334	0,088073	0,088071	0,087333	0,0007385	<b>585</b>
	20	avec dépôt	0,087337	0,088751	0,088573	0,08734	0,0013235	

**Tableau : A-13**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
30	1	sans dépôt	0,087333	0,090207	0,090206	0,087332	0,002874	<b>1055</b>
	1	avec dépôt	0,087328	0,091258	0,091256	0,087328	0,003929	
60	2	sans dépôt	0,087331	0,090184	0,090182	0,087332	0,0028515	<b>1072,5</b>
	2	avec dépôt	0,087326	0,091252	0,091254	0,087332	0,003924	
90	3	sans dépôt	0,087329	0,086993	0,086991	0,087337	-0,000341	<b>1149,5</b>
	3	avec dépôt	0,087325	0,088136	0,088136	0,08733	0,0008085	
120	4	sans dépôt	0,087321	0,086085	0,086085	0,087331	-0,001241	<b>1060</b>
	4	avec dépôt	0,087328	0,087148	0,087144	0,087326	-0,000181	
150	5	sans dépôt	0,087328	0,086862	0,086863	0,087326	-0,0004645	<b>1123</b>
	5	avec dépôt	0,087327	0,087987	0,087986	0,087329	0,0006585	
180	6	sans dépôt	0,087325	0,089527	0,089528	0,087327	0,0022015	<b>1113</b>
	6	avec dépôt	0,087328	0,090645	0,090641	0,087329	0,0033145	
255	7	sans dépôt	0,087329	0,086866	0,086866	0,087332	-0,0004645	<b>1198,5</b>
	7	avec dépôt	0,087327	0,08806	0,08806	0,087325	0,000734	
285	8	sans dépôt	0,087327	0,086049	0,086047	0,087326	-0,0012785	<b>1250</b>
	8	avec dépôt	0,087325	0,087297	0,087297	0,087326	-2,85E-05	
315	9	sans dépôt	0,087327	0,088239	0,088238	0,087327	0,0009115	<b>1213,5</b>
	9	avec dépôt	0,087324	0,089449	0,089449	0,087324	0,002125	
345	10	sans dépôt	0,087326	0,090257	0,090256	0,087326	0,0029305	<b>1199,5</b>
	10	avec dépôt	0,087325	0,091456	0,091454	0,087325	0,00413	
375	11	sans dépôt	0,087324	0,087577	0,087578	0,087325	0,000253	<b>1267</b>
	11	avec dépôt	0,087325	0,088845	0,088844	0,087324	0,00152	
405	12	sans dépôt	0,087326	0,09093	0,090929	0,087327	0,003603	<b>1250,5</b>
	12	avec dépôt	0,087324	0,092177	0,09218	0,087326	0,0048535	
435	13	sans dépôt	0,087321	0,0904	0,090401	0,087325	0,0030775	<b>1262,5</b>
	13	avec dépôt	0,087326	0,091666	0,091665	0,087325	0,00434	
465	14	sans dépôt	0,087326	0,090766	0,090767	0,087325	0,003441	<b>1309</b>
	14	avec dépôt	0,087326	0,092075	0,092074	0,087323	0,00475	



**Tableau : A-14**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
30	1	sans dépôt	0,08734	0,086463	0,086465	0,087336	-0,000874	<b>1089</b>
	1	avec dépôt	0,087346	0,087561	0,087558	0,087343	0,000215	
60	2	sans dépôt	0,087337	0,089395	0,089392	0,087338	0,002056	<b>1043</b>
	2	avec dépôt	0,087348	0,090445	0,090445	0,087344	0,003099	
90	3	sans dépôt	0,087335	0,090356	0,090358	0,087336	0,0030215	<b>998,5</b>
	3	avec dépôt	0,087341	0,091364	0,091363	0,087346	0,00402	
120	4	sans dépôt	0,087336	0,090346	0,090347	0,087339	0,003009	<b>1016</b>
	4	avec dépôt	0,087346	0,091372	0,091372	0,087348	0,004025	
150	5	sans dépôt	0,087347	0,09009	0,090091	0,087342	0,002746	<b>1044</b>
	5	avec dépôt	0,087344	0,091135	0,091135	0,087346	0,00379	
180	6	sans dépôt	0,087338	0,086197	0,086194	0,087346	-0,0011465	<b>1041</b>
	6	avec dépôt	0,087341	0,087238	0,08724	0,087348	-0,0001055	
210	7	sans dépôt	0,087344	0,086314	0,086314	0,087342	-0,001029	<b>1070</b>
	7	avec dépôt	0,087349	0,087391	0,087388	0,087348	4,1E-05	
240	8	sans dépôt	0,087344	0,0882449	0,088249	0,087343	0,00090345	<b>1075,05</b>
	8	avec dépôt	0,087343	0,089325	0,089323	0,087348	0,0019785	
340	9	sans dépôt	0,087339	0,087282	0,087278	0,087347	-6,3E-05	<b>1052</b>
	9	avec dépôt	0,087345	0,088334	0,088334	0,087345	0,000989	
370	10	sans dépôt	0,087341	0,089417	0,089422	0,087343	0,0020775	<b>1111</b>
	10	avec dépôt	0,087345	0,090532	0,090537	0,087347	0,0031885	
400	11	sans dépôt	0,087341	0,09005	0,090048	0,087342	0,0027075	<b>1092</b>
	11	avec dépôt	0,087343	0,091143	0,091141	0,087342	0,0037995	
430	12	sans dépôt	0,087346	0,090015	0,090015	0,087343	0,0026705	<b>-2670,5</b>
	12	avec dépôt					0	
460	13	sans dépôt	0,08734	0,09018	0,090179	0,087349	0,002835	<b>1119</b>
	13	avec dépôt	0,087345	0,091296	0,0913	0,087343	0,003954	
490	14	sans dépôt	0,087346	0,089815	0,089813	0,087346	0,002468	<b>1117</b>
	14	avec dépôt	0,087342	0,090925	0,090927	0,08734	0,003585	
520	15	sans dépôt	0,087344	0,086993	0,086989	0,087348	-0,000355	<b>1138</b>
	15	avec dépôt	0,087343	0,088124	0,088129	0,087344	0,000783	
550	16	sans dépôt	0,087341	0,086509	0,086512	0,087344	-0,000832	<b>1089,5</b>
	16	avec dépôt	0,087339	0,087597	0,087594	0,087337	0,0002575	

**Tableau : A-15**

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
30	1	sans dépôt	0,08734	0,089365	0,08937	0,087343	0,002026	
	1	avec dépôt	0,087341	0,09043	0,090427	0,087344	0,003086	<b>1060,0</b>
60	2	sans dépôt	0,0873341	0,090107	0,090105	0,087342	0,00276795	
	2	avec dépôt	0,087341	0,091153	0,091157	0,087341	0,003814	<b>1046,0</b>
90	3	sans dépôt	0,08734	0,08957	0,089569	0,087343	0,002228	
	3	avec dépôt	0,087339	0,090597	0,090593	0,08734	0,0032555	<b>1027,5</b>
120	4	sans dépôt	0,08734	0,089111	0,089112	0,087339	0,001772	
	4	avec dépôt	0,087342	0,090158	0,09016	0,087348	0,002814	<b>1042,0</b>
150	5	sans dépôt	0,087337	0,086617	0,086617	0,087339	-0,000721	
	5	avec dépôt	0,087346	0,087663	0,08766	0,087345	0,000316	<b>1037,0</b>
180	6	sans dépôt	0,08734	0,086006	0,086007	0,087342	-0,0013345	
	6	avec dépôt	0,087338	0,087031	0,08703	0,087338	-0,0003075	<b>1027,0</b>
210	7	sans dépôt	0,087342	0,08616	0,086161	0,087344	-0,0011825	
	7	avec dépôt	0,087337	0,087231	0,087231	0,087338	-0,0001065	<b>1076,0</b>
240	8	sans dépôt	0,087342	0,087678	0,087678	0,087343	0,0003355	
	8	avec dépôt	0,08734	0,088742	0,08874	0,087337	0,0014025	<b>1067,0</b>
340	9	sans dépôt	0,087343	0,086986	0,086986	0,087343	-0,000357	
	9	avec dépôt	0,087338	0,088038	0,088037	0,087337	0,0007	<b>1057,0</b>
370	10	sans dépôt	0,087339	0,089576	0,089579	0,087344	0,002236	
	10	avec dépôt	0,087338	0,09063	0,090633	0,087341	0,003292	<b>1056,0</b>
400	11	sans dépôt	0,087336	0,087378	0,087375	0,087339	3,9E-05	
	11	avec dépôt	0,087338	0,088438	0,088437	0,087338	0,0010995	<b>1060,5</b>
430	12	sans dépôt	0,087338	0,089437	0,089351	0,087342	0,002054	
	12	avec dépôt	0,08734	0,090444	0,090443	0,087335	0,003106	<b>1052,0</b>
460	13	sans dépôt	0,087343	0,09039	0,090392	0,087341	0,003049	
	13	avec dépôt	0,087336	0,09153	0,091526	0,087341	0,0041895	<b>1140,5</b>
490	14	sans dépôt	0,087339	0,089422	0,089422	0,08734	0,0020825	
	14	avec dépôt	0,087335	0,090537	0,090539	0,08734	0,0032005	<b>1118,0</b>
520	15	sans dépôt	0,087336	0,086576	0,086574	0,087339	-0,0007625	
	15	avec dépôt	0,087339	0,087756	0,08776	0,087342	0,0004175	<b>1180,0</b>
550	16	sans dépôt	0,087342	0,086903	0,086903	0,087334	-0,000435	
	16	avec dépôt	0,08734	0,088044	0,08804	0,087338	0,000703	<b>1138,0</b>

**Tableau : A-16**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
1	sans dépôt	0,087324	0,099767	0,099766	0,087322	0,0124435	<b>496</b>
1	avec dépôt	0,087322	0,100262	0,100262	0,087323	0,0129395	
2	sans dépôt	0,087326	0,099761	0,09976	0,08733	0,0124325	<b>455,25</b>
2	avec dépôt	0,087331	0,1002115	0,100216	0,087321	0,01288775	
3	sans dépôt	0,087328	0,100118	0,100118	0,087324	0,012792	<b>450,5</b>
3	avec dépôt	0,087325	0,100566	0,100567	0,087323	0,0132425	
4	sans dépôt	0,087324	0,099155	0,099157	0,087322	0,011833	<b>473</b>
4	avec dépôt	0,08732	0,09963	0,099621	0,087319	0,012306	
5	sans dépôt	0,087326	0,099269	0,099271	0,087321	0,0119465	<b>477</b>
5	avec dépôt	0,08732	0,099745	0,099741	0,087319	0,0124235	
6	sans dépôt	0,087324	0,099788	0,099791	0,087326	0,0124645	<b>447</b>
6	avec dépôt	0,087324	0,100234	0,100238	0,087325	0,0129115	
7	sans dépôt	0,087325	0,099767	0,099766	0,087331	0,0124385	<b>445,5</b>
7	avec dépôt	0,087324	0,10021	0,100207	0,087325	0,012884	
8	sans dépôt	0,087326	0,099703	0,099704	0,087323	0,012379	<b>442,5</b>
8	avec dépôt	0,087327	0,100149	0,100149	0,087328	0,0128215	
9	sans dépôt	0,0873223	0,099966	0,099967	0,087324	0,01264335	<b>442,15</b>
9	avec dépôt	0,087327	0,10041	0,10041	0,087322	0,0130855	
10	sans dépôt	0,087324	0,099472	0,099473	0,087326	0,0121475	<b>441,5</b>
10	avec dépôt	0,087321	0,099913	0,099917	0,087331	0,012589	
11	sans dépôt	0,087321	0,098895	0,098899	0,08732	0,0115765	<b>-11576,5</b>
11	avec dépôt	Non retenu :	Problème	de filtre		0	
12	sans dépôt	0,08732	0,099028	0,099027	0,087321	0,011707	<b>367,5</b>
12	avec dépôt	0,08732	0,099392	0,099395	0,087318	0,0120745	
13	sans dépôt	0,08732	0,099675	0,099675	0,08732	0,012355	<b>455,5</b>
13	avec dépôt	0,087327	0,100134	0,100134	0,08732	0,0128105	
14	sans dépôt	0,08732	0,09998	0,099983	0,08732	0,0126615	<b>437,5</b>
14	avec dépôt	0,087321	0,10042	0,100421	0,087322	0,013099	
15	sans dépôt	0,08732	0,099219	0,099221	0,087328	0,011896	<b>455</b>
15	avec dépôt	0,08732	0,099671	0,09967	0,087319	0,012351	
16	sans dépôt	0,087328	0,099218	0,099217	0,087324	0,0118915	<b>461,5</b>
16	avec dépôt	0,087321	0,099672	0,099672	0,087317	0,012353	
17	sans dépôt	0,087326	0,099635	0,099634	0,087325	0,012309	<b>465,5</b>
17	avec dépôt	0,087317	0,100094	0,10009	0,087318	0,0127745	
18	sans dépôt	0,087326	0,099384	0,099384	0,087324	0,012059	<b>472</b>
18	avec dépôt	0,087318	0,09985	0,09985	0,08732	0,012531	
19	sans dépôt	0,087321	0,09945	0,09945	0,08732	0,0121295	<b>439,5</b>
19	avec dépôt	0,08732	0,099889	0,099886	0,087317	0,012569	
20	sans dépôt	0,087321	0,098547	0,098549	0,087323	0,011226	<b>464</b>
20	avec dépôt	0,087321	0,099005	0,099013	0,087317	0,01169	
21	sans dépôt	0,087319	0,099404	0,099404	0,087321	0,012084	<b>456,5</b>
21	avec dépôt	0,087317	0,099861	0,099858	0,087321	0,0125405	

**Tableau : A-17**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
1	sans dépôt	0,087327	0,099806	0,099802	0,087324	0,0124785	<b>1100,5</b>
1	avec dépôt	0,087322	0,100902	0,100901	0,087323	0,013579	
2	sans dépôt	0,087322	0,100053	0,100054	0,087323	0,012731	<b>1053,5</b>
2	avec dépôt	0,087321	0,101104	0,101106	0,08732	0,0137845	
3	sans dépôt	0,087322	0,099965	0,099968	0,087322	0,0126445	<b>1114,5</b>
3	avec dépôt	0,087322	0,101081	0,10108	0,087321	0,013759	
4	sans dépôt	0,087322	0,099703	0,099703	0,087322	0,012381	<b>1137,5</b>
4	avec dépôt	0,08732	0,100839	0,10084	0,087322	0,0135185	
5	sans dépôt	0,08732	0,100328	0,100327	0,08732	0,0130075	<b>1120,5</b>
5	avec dépôt	0,087324	0,101449	0,101451	0,08732	0,014128	
6	sans dépôt	0,087323	0,100351	0,100353	0,087324	0,0130285	<b>1148</b>
6	avec dépôt	0,087321	0,101498	0,101498	0,087322	0,0141765	
7	sans dépôt	0,087322	0,099326	0,099322	0,087323	0,0120015	<b>1176</b>
7	avec dépôt	0,087324	0,100501	0,1005	0,087322	0,0131775	
8	sans dépôt	0,087324	0,099357	0,09957	0,087324	0,0121395	<b>1072</b>
8	avec dépôt	0,087324	0,100533	0,100537	0,087323	0,0132115	
9	sans dépôt	0,087323	0,098492	0,098493	0,087324	0,011169	<b>1162,5</b>
9	avec dépôt	0,08732	0,099648	0,099652	0,087317	0,0123315	

**Tableau : A-18**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
12	sans dépôt	0,08733	0,099659	0,099663	0,087325	0,0123335	<b>302,5</b>
12	avec dépôt	0,087324	0,09996	0,09996	0,087324	0,012636	
15	sans dépôt	0,087327	0,098751	0,098751	0,087323	0,011426	<b>440,0</b>
15	avec dépôt	0,087328	0,099193	0,099194	0,087327	0,011866	
18	sans dépôt	0,087324	0,098821	0,098822	0,087327	0,011496	<b>422,0</b>
18	avec dépôt	0,087329	0,099249	0,099249	0,087333	0,011918	
11	sans dépôt	0,087323	0,100134	0,100133	0,087325	0,0128095	<b>662,5</b>
11	avec dépôt	0,087323	0,100796	0,100796	0,087325	0,013472	
14	sans dépôt	0,087323	0,100395	0,100396	0,087324	0,013072	<b>813,5</b>
14	avec dépôt	0,087323	0,101209	0,101209	0,087324	0,0138855	
17	sans dépôt	0,087325	0,099913	0,099911	0,087323	0,012588	<b>792,5</b>
17	avec dépôt	0,087333	0,100711	0,100711	0,087328	0,0133805	
10	sans dépôt	0,087328	0,10065	0,100648	0,087326	0,013322	<b>1013,5</b>
10	avec dépôt	0,087326	0,101662	0,101659	0,087324	0,0143355	
13	sans dépôt	0,087323	0,100243	0,100243	0,087324	0,0129195	<b>917,5</b>
13	avec dépôt	0,087324	0,101164	0,101164	0,08733	0,013837	
16	sans dépôt	0,087325	0,099839	0,099839	0,087326	0,0125135	<b>988,0</b>
16	avec dépôt	0,087321	0,100824	0,100824	0,087324	0,0135015	

**Tableau : A-19**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
3	sans dépôt	0,087339	0,090903	0,090901	0,087342	0,0035615	
3	avec dépôt	0,087337	0,091329	0,091331	0,087335	0,003994	<b>432,5</b>
7	sans dépôt	0,087337	0,089438	0,089437	0,087343	0,0020975	
7	avec dépôt	0,087335	0,089862	0,08986	0,087335	0,002526	<b>428,5</b>
10	sans dépôt	0,08734	0,087397	0,087396	0,08734	5,65E-05	
10	avec dépôt	0,087341	0,087831	0,087828	0,087342	0,000488	<b>431,5</b>
14	sans dépôt	0,087346	0,090141	0,090144	0,087345	0,002797	
14	avec dépôt	0,087343	0,090554	0,090555	0,087341	0,0032125	<b>415,5</b>
2	sans dépôt	0,087344	0,090995	0,090995	0,087346	0,00365	
2	avec dépôt	0,087336	0,091827	0,091827	0,087335	0,0044915	<b>841,5</b>
6	sans dépôt	0,08734	0,089311	0,08931	0,087336	0,0019725	
6	avec dépôt	0,087336	0,090148	0,090148	0,087337	0,0028115	<b>839,0</b>
9	sans dépôt	0,087341	0,086715	0,086715	0,087345	-0,000628	
9	avec dépôt	0,087343	0,08756	0,087559	0,087338	0,000219	<b>847,0</b>
12	sans dépôt	0,087343	0,087426	0,087427	0,087338	8,6E-05	
12	avec dépôt	0,087341	0,088242	0,08824	0,087342	0,0008995	<b>813,5</b>
1	sans dépôt	0,087343	0,086918	0,086921	0,087341	-0,0004225	
1	avec dépôt	0,087339	0,087994	0,087994	0,087339	0,000655	<b>1077,5</b>
4	sans dépôt	0,087337	0,08973	0,089731	0,087341	0,0023915	
4	avec dépôt	0,087334	0,090751	0,090754	0,087336	0,0034175	<b>1026,0</b>
8	sans dépôt	0,087341	0,086472	0,086472	0,087345	-0,000871	
8	avec dépôt	0,087346	0,087531	0,08753	0,087335	0,00019	<b>1061,0</b>
11	sans dépôt	0,087339	0,087317	0,087316	0,087337	-2,15E-05	
11	avec dépôt	0,087338	0,088355	0,088353	0,087336	0,001017	<b>1038,5</b>

Temps d'analyse (min)	Temps (min)	Masse totale (µg)	% Colmatage
0	0	1,53	22
0	0	4,05	23
1,5	0	4,76	24
4,5	1,5	117,8	32
7,5	3	258,16	39
10,5	4,5	372,92	42
13,5	6	512,03	47
16,5	7,5	625,94	50
19,5	9	760,59	55
22,5	10,5	868,67	57
25,5	12	997,36	62
28,5	13,5	1104,49	64
31,5	15	1228,88	69
34,5		1231,01	67
37,5		1229,42	69

TEMPS	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
15	sans dépôt	0,112873	0,112361	0,11236	0,11287	-0,000511	
	avec dépôt	0,112869	0,113509	0,113512	0,112868	0,000642	1153

Temps d'analyse (min)	Temps (min)	Masse totale (µg)	% Colmatage
0	0		
0	0	3,2	20
1,5	0	4,32	20
4,5	1,5	117,96	27
7,5	3	256,82	33
10,5	4,5	379,54	36
13,5	6	497,48	41
16,5	7,5	606,68	43
19,5	9	737,23	47
22,5	10,5	841,71	50
25,5	12	964,89	54
28,5		967,13	54
31,5		965,74	53
34,5			
37,5			

TEMPS	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
12	sans dépôt	0,112876	0,111864	0,111863	0,112872	-0,0010105	
	avec dépôt	0,112871	0,112758	0,112758	0,112875	-0,000115	895,5

Temps d'analyse (min)	Temps (min)	Masse totale (µg)	% Colmatage
0	0		
0	0	3,77	21
1,5	0	4,43	21
4,5	1,5	117,63	28
7,5	3	262,34	34
10,5	4,5	379,13	38
13,5	6	518,84	42
16,5		521,08	40
19,5		519,75	42

TEMPS	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
6	sans dépôt	0,11871	0,112435	0,112435	0,112866	-0,003353	
	avec dépôt	0,1187	0,112911	0,112913	0,112873	-0,0028745	478,5

**Tableau : A-20**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
3	sans dépôt	0,087331	0,100001	0,099999	0,087332	0,0126685	
3	avec dépôt	0,087329	0,10046	0,100462	0,087326	0,0131335	<b>465,0</b>
6	sans dépôt					0	
6	avec dépôt					0	<b>0,0</b>
9	sans dépôt	0,087324	0,099733	0,099735	0,087323	0,0124105	
9	avec dépôt	0,087324	0,10021	0,10021	0,087325	0,0128855	<b>475,0</b>
2	sans dépôt	0,087328	0,099474	0,099474	0,087327	0,0121465	
2	avec dépôt	0,087329	0,100327	0,100325	0,087329	0,012997	<b>850,5</b>
5	sans dépôt	0,087331	0,099481	0,099479	0,087328	0,0121505	
5	avec dépôt	0,087325	0,100376	0,100379	0,087327	0,0130515	<b>901,0</b>
8	sans dépôt	0,087328	0,099675	0,099671	0,087326	0,012346	
8	avec dépôt	0,087322	0,100624	0,100622	0,087323	0,0133005	<b>954,5</b>
1	sans dépôt	0,087332	0,100513	0,100512	0,087331	0,013181	
1	avec dépôt	0,087332	0,101596	0,101596	0,08733	0,014265	<b>1084,0</b>
4	sans dépôt	0,08733	0,099432	0,099433	0,087334	0,0121005	
4	avec dépôt	0,087321	0,100516	0,100514	0,087323	0,013193	<b>1092,5</b>
7	sans dépôt	0,08733	0,100103	0,100099	0,087326	0,012773	
7	avec dépôt	0,087326	0,101273	0,101273	0,087326	0,013947	<b>1174,0</b>

**Tableau : A-21**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
18	sans dépôt	0,087323	0,089161	0,089162	0,087319	0,0018405	
18	avec dépôt	0,087333	0,089632	0,089631	0,087327	0,0023015	<b>461</b>
21	sans dépôt	0,087328	0,099067	0,099069	0,087326	0,011741	
21	avec dépôt	0,087329	0,099558	0,09956	0,087328	0,0122305	<b>489,5</b>
24	sans dépôt	0,087331	0,099445	0,099447	0,08733	0,0121155	
24	avec dépôt	0,087329	0,099919	0,099921	0,08733	0,0125905	<b>475</b>
17	sans dépôt	0,087321	0,088887	0,088886	0,087326	0,001563	
17	avec dépôt	0,087331	0,089828	0,089828	0,087333	0,002496	<b>933</b>
20	sans dépôt	0,087327	0,099642	0,099642	0,087326	0,0123155	
20	avec dépôt	0,087329	0,100614	0,100612	0,087326	0,0132855	<b>970</b>
23	sans dépôt	0,087325	0,099296	0,099297	0,087327	0,0119705	
23	avec dépôt	0,087327	0,100188	0,100189	0,087327	0,0128615	<b>891</b>
16	sans dépôt	0,087324	0,090418	0,090418	0,087327	0,0030925	
16	avec dépôt	0,087325	0,091547	0,09155	0,087326	0,004223	<b>1130,5</b>
19	sans dépôt	0,087324	0,10072	0,100722	0,087322	0,013398	
19	avec dépôt	0,08733	0,101828	0,101828	0,08733	0,014498	<b>1100</b>
22	sans dépôt	0,087325	0,100271	0,10027	0,087328	0,012944	
22	avec dépôt	0,087334	0,101422	0,101423	0,08733	0,0140905	<b>1146,5</b>

**Tableau : A-22**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
3	sans dépôt	0,087336	0,099204	0,099204	0,087336	0,01187	
3	avec dépôt	0,08732	0,099655	0,099654	0,087323	0,01233	<b>465,0</b>
6	sans dépôt	0,087325	0,099004	0,099006	0,087326	0,01168	
6	avec dépôt	0,087322	0,099477	0,099478	0,08732	0,01216	<b>477,0</b>
9	sans dépôt	0,087327	0,099553	0,099555	0,087324	0,01223	
9	avec dépôt	0,087318	0,100079	0,100082	0,087321	0,01276	<b>532,5</b>
2	sans dépôt	0,087325	0,09923	0,099228	0,087336	0,01190	
2	avec dépôt	0,087322	0,100095	0,100094	0,087325	0,01277	<b>872,5</b>
5	sans dépôt	0,087323	0,099591	0,099588	0,087324	0,01227	
5	avec dépôt	0,087322	0,10052	0,100518	0,087321	0,01320	<b>931,5</b>
8	sans dépôt	0,087329	0,100716	0,100713	0,087326	0,01339	
8	avec dépôt	0,087322	0,101656	0,101655	0,087323	0,01433	<b>946,0</b>
1	sans dépôt	0,087326	0,099328	0,099326	0,087323	0,01200	
1	avec dépôt	0,087323	0,100397	0,1004	0,087322	0,01308	<b>1073,5</b>
4	sans dépôt	0,087338	0,099756	0,09956	0,087326	0,01233	
4	avec dépôt	0,087323	0,10089	0,100888	0,08732	0,01357	<b>1241,5</b>
7	sans dépôt	0,087325	0,100734	0,100724	0,087327	0,01340	
7	avec dépôt	0,087321	0,101885	0,101889	0,087323	0,01457	<b>1162,0</b>

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
18	sans dépôt	0,087333	0,100338	0,10034	0,087339	0,01300	
18	avec dépôt	0,087332	0,100771	0,10077	0,087332	0,01344	<b>435,5</b>
21	sans dépôt	0,087334	0,100132	0,1001333	0,087334	0,01280	
21	avec dépôt	0,087329	0,100535	0,100535	0,087331	0,01321	<b>406,4</b>
24	sans dépôt	0,087332	0,099614	0,099613	0,087333	0,01228	
24	avec dépôt	0,087334	0,100054	0,100057	0,087331	0,01272	<b>442,0</b>
17	sans dépôt	0,087336	0,099865	0,099864	0,087336	0,01253	
17	avec dépôt	0,087332	0,100659	0,100661	0,087331	0,01333	<b>800,0</b>
20	sans dépôt	0,087336	0,100145	0,100142	0,087333	0,01281	
20	avec dépôt	0,08733	0,100978	0,10098	0,087332	0,01365	<b>839,0</b>
23	sans dépôt	0,087331	0,09989	0,09989	0,087332	0,01256	
23	avec dépôt	0,087332	0,100736	0,100734	0,08733	0,01340	<b>845,5</b>
16	sans dépôt	0,087333	0,100225	0,100226	0,087336	0,01289	
16	avec dépôt	0,087328	0,101197	0,101197	0,087333	0,01387	<b>975,5</b>
19	sans dépôt	0,08734	0,099613	0,099614	0,087334	0,01228	
19	avec dépôt	0,087332	0,100615	0,100616	0,087329	0,01329	<b>1008,5</b>
22	sans dépôt	0,087331	0,099694	0,099697	0,087331	0,01236	
22	avec dépôt	0,087332	0,100674	0,10067	0,08733	0,01334	<b>976,5</b>



N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
18	sans dépôt	0,087323	0,089161	0,089162	0,087319	0,0018405	
18	avec dépôt	0,087333	0,089632	0,089631	0,087327	0,0023015	<b>461</b>
21	sans dépôt	0,087328	0,099067	0,099069	0,087326	0,011741	
21	avec dépôt	0,087329	0,099558	0,09956	0,087328	0,0122305	<b>489,5</b>
24	sans dépôt	0,087331	0,099445	0,099447	0,08733	0,0121155	
24	avec dépôt	0,087329	0,099919	0,099921	0,08733	0,0125905	<b>475</b>
17	sans dépôt	0,087321	0,088887	0,088886	0,087326	0,001563	
17	avec dépôt	0,087331	0,089828	0,089828	0,087333	0,002496	<b>933</b>
20	sans dépôt	0,087327	0,099642	0,099642	0,087326	0,0123155	
20	avec dépôt	0,087329	0,100614	0,100612	0,087326	0,0132855	<b>970</b>
23	sans dépôt	0,087325	0,099296	0,099297	0,087327	0,0119705	
23	avec dépôt	0,087327	0,100188	0,100189	0,087327	0,0128615	<b>891</b>
16	sans dépôt	0,087324	0,090418	0,090418	0,087327	0,0030925	
16	avec dépôt	0,087325	0,091547	0,09155	0,087326	0,004223	<b>1130,5</b>
19	sans dépôt	0,087324	0,10072	0,100722	0,087322	0,013398	
19	avec dépôt	0,08733	0,101828	0,101828	0,08733	0,014498	<b>1100</b>
22	sans dépôt	0,087325	0,100271	0,10027	0,087328	0,012944	
23	avec dépôt	0,087334	0,101422	0,101423	0,08733	0,0140905	<b>1146,5</b>

**Tableau : A-23**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
17	sans dépôt	0,087333	0,099486	0,099486	0,08733	0,01215	
17	avec dépôt	0,087328	0,099971	0,099973	0,087329	0,01264	<b>489,0</b>
20	sans dépôt	0,087329	0,100665	0,100664	0,087326	0,01334	
20	avec dépôt	0,087322	0,101157	0,101157	0,087322	0,01384	<b>498,0</b>
23	sans dépôt	0,087323	0,099285	0,099285	0,08733	0,01196	
23	avec dépôt	0,087335	0,099781	0,09978	0,087334	0,01245	<b>487,5</b>
26	sans dépôt	0,087326	0,099579	0,099578	0,087322	0,01225	
26	avec dépôt	0,087331	0,100078	0,100078	0,087337	0,01274	<b>489,5</b>
16	sans dépôt	0,087332	0,099594	0,099594	0,087332	0,01226	
16	avec dépôt	0,087327	0,100566	0,100565	0,087324	0,01324	<b>978,0</b>
19	sans dépôt	0,087325	0,100595	0,100596	0,087327	0,01327	
19	avec dépôt	0,08729	0,101574	0,101573	0,087322	0,01427	<b>998,0</b>
22	sans dépôt	0,087327	0,099695	0,099694	0,087327	0,01237	
22	avec dépôt	0,087328	0,100689	0,100687	0,08733	0,01336	<b>991,5</b>
25	sans dépôt	0,087331	0,099204	0,099205	0,087332	0,01187	
25	avec dépôt	0,087336	0,100188	0,100186	0,087336	0,01285	<b>978,0</b>
15	sans dépôt	0,087331	0,099466	0,099467	0,087331	0,01214	
15	avec dépôt	0,087322	0,1007	0,100697	0,087322	0,01338	<b>1241,0</b>
18	sans dépôt	0,087329	0,099914	0,099914	0,087332	0,01258	
18	avec dépôt	0,087325	0,101125	0,101122	0,08733	0,01380	<b>1212,5</b>
21	sans dépôt	0,087328	0,099867	0,099867	0,087327	0,01254	
21	avec dépôt	0,087324	0,101068	0,101069	0,087328	0,01374	<b>1203,0</b>
24	sans dépôt	0,087331	0,099163	0,099161	0,08733	0,01183	
24	avec dépôt	0,087334	0,100369	0,100371	0,087333	0,01304	<b>1205,0</b>

**Tableau : A-24**

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
8	sans dépôt	0,087331	0,100019	0,100017	0,087332	0,01269	
8	avec dépôt	0,087331	0,10049	0,100491	0,087328	0,01316	<b>474,5</b>
11	sans dépôt	0,08733	0,099077	0,099077	0,087329	0,01175	
11	avec dépôt	0,087331	0,099633	0,09963	0,087329	0,01230	<b>554,0</b>
14	sans dépôt	0,087331	0,099688	0,099688	0,087327	0,01236	
14	avec dépôt	0,087326	0,100191	0,100188	0,087325	0,01286	<b>505,0</b>
17	sans dépôt	0,087326	0,100211	0,100208	0,087331	0,01288	
17	avec dépôt	0,087327	0,100741	0,100742	0,087324	0,01342	<b>535,0</b>
7	sans dépôt	0,087335	0,1004	0,1004	0,087334	0,01307	
7	avec dépôt	0,087329	0,101325	0,101324	0,087333	0,01399	<b>928,0</b>
10	sans dépôt	0,087331	0,099864	0,099863	0,087329	0,01253	
10	avec dépôt	0,087327	0,100844	0,100844	0,087326	0,01352	<b>984,0</b>
13	sans dépôt	0,087331	0,099423	0,099423	0,087328	0,01209	
13	avec dépôt	0,087327	0,100419	0,100416	0,087325	0,01309	<b>998,0</b>
16	sans dépôt	0,087327	0,100801	0,1008	0,087327	0,01347	
16	avec dépôt	0,087324	0,101795	0,101798	0,087327	0,01447	<b>997,5</b>
6	sans dépôt	0,087336	0,100391	0,10039	0,087332	0,01306	
6	avec dépôt	0,087329	0,101574	0,101572	0,08733	0,01424	<b>1187,0</b>
9	sans dépôt	0,087333	0,099709	0,099707	0,08733	0,01238	
9	avec dépôt	0,087328	0,100912	0,10091	0,08733	0,01358	<b>1205,5</b>
12	sans dépôt	0,087326	0,100405	0,100406	0,087328	0,01308	
12	avec dépôt	0,087329	0,101663	0,101663	0,087323	0,01434	<b>1258,5</b>
15	sans dépôt	0,087326	0,100164	0,100163	0,087328	0,01284	
15	avec dépôt	0,087329	0,101396	0,101395	0,08733	0,01407	<b>1229,5</b>

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
20	sans dépôt	0,087322	0,100135	0,100135	0,087324	0,01281	
20	avec dépôt	0,087328	0,100632	0,100632	0,087331	0,01330	<b>490,5</b>
23	sans dépôt	0,087323	0,101126	0,101126	0,087325	0,01380	
23	avec dépôt	0,087324	0,101621	0,10162	0,087326	0,01430	<b>493,5</b>
26	sans dépôt	0,087327	0,099348	0,099349	0,087327	0,01202	
26	avec dépôt	0,087328	0,099854	0,099854	0,087325	0,01253	<b>506,0</b>
29	sans dépôt	0,087324	0,099234	0,099234	0,087327	0,01191	
29	avec dépôt	0,087326	0,099748	0,099746	0,087325	0,01242	<b>513,0</b>
19	sans dépôt	0,087325	0,099596	0,099594	0,087324	0,01227	
19	avec dépôt	0,087326	0,10054	0,10054	0,087326	0,01321	<b>943,5</b>
22	sans dépôt	0,087323	0,099449	0,099451	0,087324	0,01213	
22	avec dépôt	0,087327	0,100417	0,100417	0,087329	0,01309	<b>962,5</b>
25	sans dépôt	0,087324	0,099426	0,09929	0,087329	0,01203	
25	avec dépôt	0,087329	0,100433	0,100431	0,087328	0,01310	<b>1072,0</b>
28	sans dépôt	0,087331	0,089994	0,089993	0,087327	0,00266	
28	avec dépôt	0,087327	0,09097	0,090969	0,087326	0,00364	<b>978,5</b>
18	sans dépôt	0,087326	0,100068	0,10007	0,087324	0,01274	
18	avec dépôt	0,087324	0,101245	0,101245	0,087327	0,01392	<b>1175,5</b>
21	sans dépôt	0,08732	0,099216	0,099214	0,087326	0,01189	
21	avec dépôt	0,08733	0,1004	0,1004	0,087326	0,01307	<b>1180,0</b>
24	sans dépôt	0,087327	0,100497	0,100498	0,087326	0,01317	
24	avec dépôt	0,087327	0,101732	0,101733	0,087329	0,01440	<b>1233,5</b>
27	sans dépôt	0,087328	0,100525	0,100524	0,087328	0,01320	
27	avec dépôt	0,087326	0,10177	0,10177	0,087326	0,01444	<b>1247,5</b>

N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1(g)	Masse E1(g)	Masse E2(g)	Masse T2(g)	Delta X	Md (µg)
3	sans dépôt	0,087321	0,097806	0,097805	0,087324	0,01048	
3	avec dépôt	0,087315	0,098285	0,098283	0,087314	0,01097	<b>486,5</b>
6	sans dépôt	0,087321	0,098214	0,098216	0,087319	0,01090	
6	avec dépôt	0,087321	0,098717	0,098717	0,08732	0,01140	<b>501,5</b>
9	sans dépôt	0,08732	0,098223	0,09822	0,087319	0,01090	
9	avec dépôt	0,087314	0,098703	0,098702	0,087318	0,01139	<b>484,5</b>
12	sans dépôt	0,087319	0,097429	0,09743	0,087317	0,01011	
12	avec dépôt	0,087323	0,097918	0,09792	0,087316	0,01060	<b>488,0</b>
2	sans dépôt	0,087321	0,097912	0,097911	0,087322	0,01059	
2	avec dépôt	0,087316	0,09888	0,09888	0,087316	0,01156	<b>974,0</b>
5	sans dépôt	0,08732	0,097719	0,097722	0,087321	0,01040	
5	avec dépôt	0,087317	0,098663	0,098663	0,087316	0,01135	<b>946,5</b>
8	sans dépôt	0,087319	0,097765	0,097766	0,087321	0,01045	
8	avec dépôt	0,087317	0,09874	0,098739	0,087316	0,01142	<b>977,5</b>
11	sans dépôt	0,08732	0,098166	0,098164	0,087322	0,01084	
11	avec dépôt	0,087317	0,099153	0,099152	0,087322	0,01183	<b>989,0</b>
1	sans dépôt	0,087322	0,097734	0,097733	0,087323	0,01041	
1	avec dépôt	0,087319	0,098898	0,098897	0,087316	0,01158	<b>1169,0</b>
4	sans dépôt	0,087322	0,098329	0,098332	0,087322	0,01101	
4	avec dépôt	0,087319	0,099485	0,099487	0,087314	0,01217	<b>1161,0</b>
7	sans dépôt	0,08732	0,099151	0,099154	0,087323	0,01183	
7	avec dépôt	0,087316	0,100349	0,10035	0,087316	0,01303	<b>1202,5</b>
10	sans dépôt	0,087319	0,097542	0,097542	0,087321	0,01022	
10	avec dépôt	0,087315	0,098712	0,09871	0,087316	0,01140	<b>1173,5</b>

