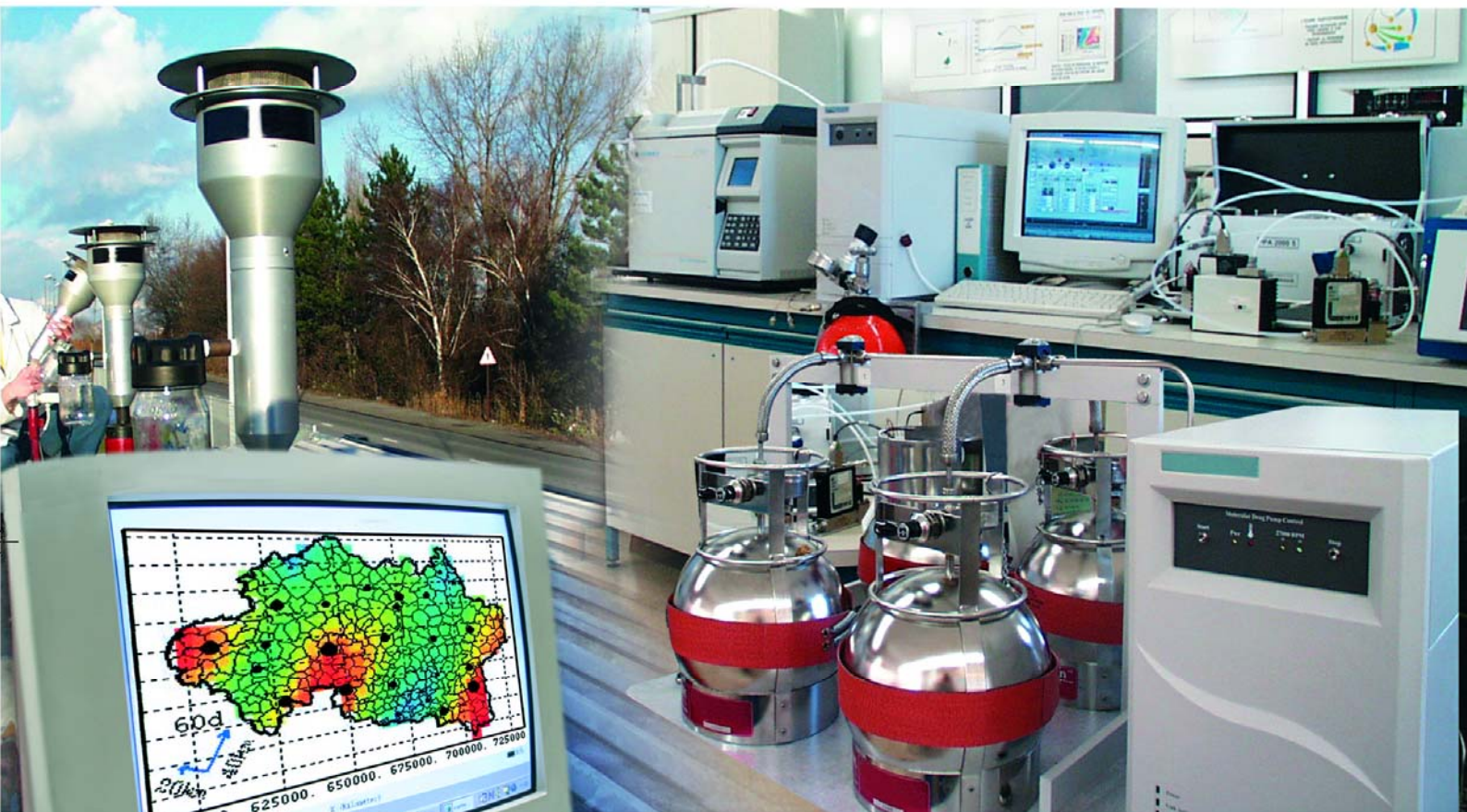




## Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Surveillance des particules  $PM_{10}$  ET  $PM_{2,5}$

**Guide méthodologique pour la surveillance des  $PM_{10}$  et  $PM_{2,5}$  par TEOM-FDMS dans l'air ambiant.**

Novembre 2013

Programme 2013

S. VERLHAC







## 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, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Energie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Ecologie, du Développement durable, des Transports et du Logement. Ils sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique au MEDDE et aux AASQA.**

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





# Guide méthodologique pour la surveillance des PM<sub>10</sub> et PM<sub>2,5</sub> par TEOM-FDMS dans l'air ambiant

Laboratoire Central de Surveillance  
de la Qualité de l'Air


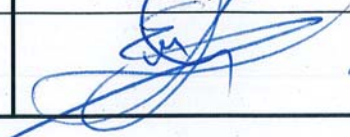

## Surveillance des particules PM<sub>10</sub> et PM<sub>2,5</sub>

Programme financé par la  
Direction Générale de l'Énergie et du Climat (DGEC)

2013

S.VERLHAC, O.FAVEZ, A.USTACHE, R.AUJAY

Ce document comporte 22 pages (hors couverture et annexes)

|                | Rédaction                                                                           | Vérification                                                                         | Approbation                                                                           |
|----------------|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>NOM</b>     | S.VERLHAC                                                                           | E.LEOZ                                                                               | N.ALSAC                                                                               |
| <b>Qualité</b> | Technicien unité CIME<br>Direction des risques<br>chroniques                        | Responsable unité CIME<br>Direction des risques<br>chroniques                        | Responsable pôle CARA<br>Direction des risques<br>chroniques                          |
| <b>Visa</b>    |  |  |  |



# TABLE DES MATIÈRES

|                                                                        |           |
|------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>REMERCIEMENT .....</b>                                              | <b>7</b>  |
| <b>INTRODUCTION.....</b>                                               | <b>8</b>  |
| <b>1. FONCTIONNEMENT SUR SITE.....</b>                                 | <b>9</b>  |
| 1.1 Température de l'environnement de travail.....                     | 9         |
| 1.2 Isolation de la ligne de prélèvement.....                          | 9         |
| 1.3 Isolation des vibrations.....                                      | 9         |
| 1.4 Têtes de prélèvement.....                                          | 10        |
| <b>2. ENTRETIENS, AUDITS ET MAINTENANCES.....</b>                      | <b>10</b> |
| 2.1 Synthèse des entretiens, audits et maintenances .....              | 10        |
| 2.2 Entretiens .....                                                   | 11        |
| 2.2.1 Têtes de prélèvements et inserts.....                            | 11        |
| 2.2.2 Filtres de collection et purge.....                              | 11        |
| 2.2.3 Filtres débitmètres massiques .....                              | 12        |
| 2.3 audits.....                                                        | 12        |
| 2.3.1 Dépression du système .....                                      | 12        |
| 2.3.2 Bruit d'instrument : « Noise ».....                              | 12        |
| 2.3.3 Fréquence de la microbalance .....                               | 12        |
| 2.4 Maintenances .....                                                 | 13        |
| 2.4.1 Pompe .....                                                      | 13        |
| 2.4.2 Vanne .....                                                      | 13        |
| 2.4.3 Effet Peltier du module FDMS .....                               | 13        |
| 2.4.4 Sécheur .....                                                    | 14        |
| <b>3. ASSURANCE QUALITE / CONTROLES QUALITE .....</b>                  | <b>15</b> |
| 3.1 Etalonnage des cartes électroniques .....                          | 17        |
| 3.2 Etalonnage des capteurs de température et pression ambiantes ..... | 17        |
| 3.3 Etanchéité du système .....                                        | 17        |
| 3.4 Etalonnage des débits.....                                         | 18        |
| 3.5 Blanc d'instrument.....                                            | 18        |
| 3.6 Constante $K_0$ .....                                              | 20        |
| <b>4. VALIDATION DES DONNEES .....</b>                                 | <b>20</b> |

|           |                                   |           |
|-----------|-----------------------------------|-----------|
| 4.1       | Validation technique : .....      | 20        |
| 4.2       | Validation environnementale ..... | 21        |
| <b>5.</b> | <b>CALCUL D'INCERTITUDE.....</b>  | <b>22</b> |
| <b>6.</b> | <b>LISTE DES ANNEXES .....</b>    | <b>22</b> |



## **REMERCIEMENT**

Le LCSQA remercie tous les membres de la CS «Mesure automatique» ainsi que tous les acteurs des AASQA ayant répondu aux sollicitations du LCSQA pour leur travail et leur participation aux échanges très constructifs.

## **INTRODUCTION**

**Ce guide se conçoit comme le référentiel français en termes d'exigences de qualité des données obtenues par TEOM-FDMS sur l'ensemble du territoire pour la surveillance des PM<sub>10</sub> et PM<sub>2,5</sub> comme préconisé par l'arrêté du 21 octobre 2010 relatif aux modalités de surveillance de la qualité de l'air et à l'information du public.**

Il a pour objectif principal de définir les exigences minimales en matière de contrôles et assurances qualités (AC/QC) à respecter pour garantir une mesure fiable par TEOM-FDMS de la matière particulaire (PM) dans l'air ambiant au sein du dispositif français de surveillance de la qualité de l'air.

Les critères AC/QC définis dans ce guide se basent sur la spécification technique TS16450 «Air ambiant — Systèmes automatisés de mesurage de la concentration de matière particulaire (PM<sub>10</sub> ; PM<sub>2,5</sub>) » élaborée par le comité technique CEN/TC 264 et soumise actuellement au vote formel. Les retours d'expériences des AASQA, obtenus lors des réunions d'échanges organisées par le LCSQA depuis décembre 2012, ont également été pris en compte et ont permis d'affiner et d'adapter aux TEOM-FDMS les critères définis dans la TS16450.

Il revient à chaque AASQA de les mettre en œuvre selon la périodicité indiquée, de les documenter et de mettre en place les actions correctives adéquates en cas de non respect des exigences minimales. Pour ce faire, le LCSQA continuera son travail de centralisation des retours d'expérience AASQA et de synthèse des problèmes rencontrés et solutions trouvées au travers de rapports annuels et de son site internet.

Toutes remarques et propositions de corrections de ce guide sont les bienvenues et peuvent être adressées directement au LCSQA.

## **1. FONCTIONNEMENT SUR SITE**

### **1.1 TEMPERATURE DE L'ENVIRONNEMENT DE TRAVAIL**

La régulation et le contrôle de la température de travail est un paramètre clé pour le bon fonctionnement du module FDMS. D'une part, la régulation de température de la microbalance s'effectuant uniquement par chauffage, elle n'est pas assurée au-dessus d'un seuil proche de 30°C (température de travail de la microbalance) ; d'autre part, le bon fonctionnement du sécheur n'est pas garanti pour une température supérieure à 27°C (en effet, si l'air du flux de purge n'est pas suffisamment sec et le gradient d'humidité dans le sécheur est trop faible, la régulation de l'humidité, basée sur un transfert d'eau entre le flux échantillonné et le flux de purge moins humide, n'est alors plus possible).

Pour ces raisons, **il est préconisé de maintenir la température de travail entre 18°C et 25°C et de veiller à ce que les variations de température dans la station ne dépassent pas 2°C par heure** (conformément aux recommandations du constructeur).

Il est donc primordial de veiller à la bonne adéquation entre le dimensionnement de la station et le système de climatisation mis en œuvre.

### **1.2 ISOLATION DE LA LIGNE DE PRELEVEMENT**

L'existence d'un gradient de température entre l'extérieur et l'intérieur de la station peut engendrer la condensation d'eau dans la ligne de prélèvement et/ou dans l'instrument. Ainsi, il est indispensable d'**installer l'instrument hors de tout flux d'air** (notamment hors du flux du système de climatisation) et d'**isoler correctement la ligne de prélèvement** entre le toit de la station et l'entrée du module FDMS (l'utilisation d'un matériau isolant de type Armaflex est vivement recommandée par le LCSQA et par le distributeur français).

Pour l'étude de masses d'air chaudes et humides, il est également recommandé d'installer un « bocal à condensation » sur la ligne du flux auxiliaire.

### **1.3 ISOLATION DES VIBRATIONS**

Le bon fonctionnement du TEOM-FDMS requiert une protection adéquate de l'instrument contre toutes vibrations, et notamment celles provenant de la pompe par propagation à travers les tuyaux (dans ce cas, ne pas chercher à minimiser la longueur du tube joignant la pompe à l'instrument, isoler mécaniquement la pompe, et/ou fixer les tuyaux indépendamment de l'instrument), ou provenant de la tête de prélèvement par propagation à travers le raccord rigide (dans ce cas, mettre en place un raccord souple).

Il est également recommandé d'éviter d'installer l'instrument au centre de l'abri, en particulier dans les cas des cabines ayant un plancher et/ou un plafond propice à la propagation de vibrations.

## 1.4 TETES DE PRELEVEMENT

Afin de limiter l'intrusion d'eau liquide dans la ligne de prélèvement et dans l'instrument, il est recommandé d'utiliser des têtes de coupure à chevrons, présentant les mêmes caractéristiques de coupure que les têtes plates, mais ayant l'avantage de protéger plus efficacement la ligne de prélèvement contre les infiltrations d'eau dans les environnements soumis à des pluies rasantes ou à d'intenses dépressions orageuses (bord de mer, DOM-TOM et/ou zone montagneuse par exemple).

## 2. ENTRETIENS, AUDITS ET MAINTENANCES

### 2.1 SYNTHÈSE DES ENTRETIENS, AUDITS ET MAINTENANCES

Le tableau 1 présente l'ensemble des entretiens, audits et maintenances minimaux à réaliser, ainsi que leur fréquence pour garantir un fonctionnement efficace des TEOM-FDMS.

Tableau 1 : Synthèse des entretiens, audits et maintenances

| Entretiens                                     | Fréquence                                                                                     | Exigences minimales à satisfaire                                   | Paragraphe |
|------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|------------|
| Nettoyage tête de prélèvement                  | tous les 3 mois                                                                               | -                                                                  | 2.2.1      |
| Nettoyage insert PM2,5                         | tous les 3 mois                                                                               | -                                                                  |            |
| Remplacement filtre de collection              | Selon critères                                                                                | Charge du filtre <85% (<60% pour les 1405)                         | 2.2.2      |
| Remplacement filtre de purge                   | En même temps que le filtre de collection                                                     | -                                                                  |            |
| Remplacement filtres des débitmètres massiques | Selon site pour garantir la protection et le fonctionnement optimal des débitmètres massiques | A minima tous les 6 mois                                           | 2.2.3      |
| Audits                                         | Fréquence                                                                                     | Exigences minimales à satisfaire                                   | Paragraphe |
| Dépression du système                          | A chaque passage sur site                                                                     | Dépression < - 20 pouces de Hg                                     | 2.3.1      |
| Bruit d'instrument                             | A chaque validation des données                                                               | Paramètre "noise" ≤ 0,005 (Tolérance jusqu'à 0,010 pour les 1405F) | 2.3.2.     |
| Test de stabilité de la fréquence              | A réception, puis après réparation de la microbalance                                         | Selon documentation fabricant                                      | 2.3.3      |
| Maintenances                                   | Fréquence                                                                                     | Exigences minimales à satisfaire                                   | Paragraphe |
| Pompe                                          | Préventif                                                                                     | Dépression < - 20 pouces de Hg                                     | 2.4.1      |
| Vanne                                          | Préventif/curatif                                                                             | -                                                                  | 2.4.2      |
| Purge peltier                                  | Préventif/curatif                                                                             | -                                                                  | 2.4.3      |
| Sécheur du module FDMS                         | Selon point de rosée échantillon                                                              | Point de rosée échantillons < -4°C                                 | 2.4.4      |

## 2.2 ENTRETIENS

### 2.2.1 TETES DE PRELEVEMENTS ET INSERTS

Afin de garantir l'efficacité de coupure des têtes de prélèvements PM<sub>10</sub> et des inserts PM<sub>2,5</sub> de 50%, ceux-ci doivent être propres, secs et exempts de corps étrangers (poussières ou insectes). Ainsi un nettoyage à minima tous les 3 mois de ces éléments est indispensable. Cette périodicité devra être réduite et adaptée sur les sites à fort empoussièrement.

### 2.2.2 FILTRES DE COLLECTION ET PURGE.

La fréquence de remplacement du filtre de collection est variable selon le type de site étudié.

Afin d'éviter les risques de saturation pouvant intervenir très rapidement lorsque la charge du filtre dépasse **85%**, il est recommandé de changer le filtre de collection dès que ce taux de charge est atteint. De plus, il a été détecté sur la version 1405 de certains TEOM-FMDS une instabilité des signaux de la charge du filtre ainsi que de la mesure « REF » lorsque la charge du filtre dépasse **60%**. Il conviendra donc de surveiller ces paramètres à réception d'un appareil neuf et de convenir du seuil de charge de filtre à ne pas dépasser.

Par ailleurs, des problèmes de perte de charge trop importants, conduisant à une mauvaise régulation du débit, ont été constatés sur certains sites avant même que le taux de charge du filtre de collection n'atteigne 85%. Ce phénomène semble être lié à la nature et à la taille des particules. De ce fait, un changement mensuel du filtre de collection est vivement conseillé. Les recommandations suivantes doivent être suivies :

- ✓ Ne pas toucher le filtre de collection, avec les doigts ; utiliser une pince adaptée (fournie avec l'instrument).
- ✓ Réaliser le changement du filtre de collection en mode « data stop ».
- ✓ Il est conseillé de pré-conditionner le filtre de collection vierge à l'intérieur de la microbalance, lors de la session de mesure précédente. Dans le cas contraire, il est conseillé d'installer le filtre neuf en deux temps : 1) installer le filtre de collection neuf et refermer la microbalance, 2) attendre environ 5 min puis vérifier la bonne installation du filtre en exerçant de nouveau une légère pression en surface à l'aide de la pince.

Remarque : une mauvaise installation du filtre de collection ou l'installation d'un filtre de collection de conception défectueuse engendre une instabilité de la mesure et/ou un bruit trop important.

Il convient également de changer le filtre de purge lors de chaque changement du filtre de collection.

Afin de limiter le risque d'entrée de l'humidité à l'intérieur du circuit d'air du TEOM-FDMS et de réduire les temps de redémarrage consécutifs aux changements de filtre de purge du TEOM-FDMS, il est recommandé de :

- ✓ Préparer à l'avance un filtre de purge neuf inséré dans un porte-filtre. Le protéger correctement s'il n'est pas préparé sur site,

- ✓ Forcer le TEOM-FDMS en mode "Base". Pour cela : mettre l'analyseur en mode stop, taper 14 ENTER puis F8 pour sélectionner la voie. Afin d'éviter un éventuel basculement de la vanne lors de l'opération, il est également recommandé de couper l'alimentation électrique du module FDMS lors du changement de filtre de purge,
- ✓ Ouvrir la trappe du filtre de purge, enlever l'ancien filtre (avec son porte filtre), mettre le nouveau et refermer la trappe dans un délai le plus court possible.
- ✓ Ne pas toucher le filtre de purge avec les doigts ; utiliser une pince propre et/ou des gants non poudrés.

*NB : sur la version 1405 des TEOM-FDMS, un menu utilisateur guide le changement de ces filtres.*

### **2.2.3 FILTRES DEBITMETRES MASSIQUES**

Les filtres de protection (dit « haute capacité ») des débitmètres massiques des voies principales et auxiliaires garantissent l'intégrité et les performances de ces derniers, indispensables à l'assurance d'une bonne régulation des débits et donc d'une coupure adéquate au niveau de la tête de prélèvement. Le changement de ces filtres doit donc être effectué a minima tous les 6 mois. Cette périodicité devra être réduite et adaptée sur les sites à fort empoussièremement.

## **2.3 AUDITS**

### **2.3.1 DEPRESSION DU SYSTEME**

Afin de garantir une efficacité optimale du sécheur du module FDMS, celui-ci nécessite d'être mis en **dépression d'au moins 20 pouces de mercure** (inch Hg). Pour ce faire, un manomètre indicateur doit être placé entre la pompe et la sortie « outlet » du module FDMS. Ce paramètre doit être surveillé en routine (via un capteur de pression raccordé au système d'acquisition de la station) ou, a minima, à chaque passage en station.

### **2.3.2 BRUIT D'INSTRUMENT : « NOISE »**

Comme expliqué au 1.3, la stabilité de la microbalance du TEOM-FDMS est indispensable au bon fonctionnement du TEOM-FDMS. Le paramètre « noise » doit être surveillé quotidiennement lors de la validation technique des données. La stabilité de ce paramètre doit être contrôlée et un **seuil maximal de 0,005** ne doit pas être dépassé. Pour la version 1405 des TEOM-FDMS, une tolérance jusqu'au 0,010 peut être admise.

### **2.3.3 FREQUENCE DE LA MICROBALANCE**

Il convient d'étudier la stabilité de la fréquence de l'élément oscillant à réception d'un appareil neuf et après chaque intervention curative sur la microbalance, par simple observation des variations temporelles de ce paramètre (sur un pas de temps de l'ordre de 10s). La figure 1 présente deux exemples de variations de fréquence satisfaisante et non satisfaisante.

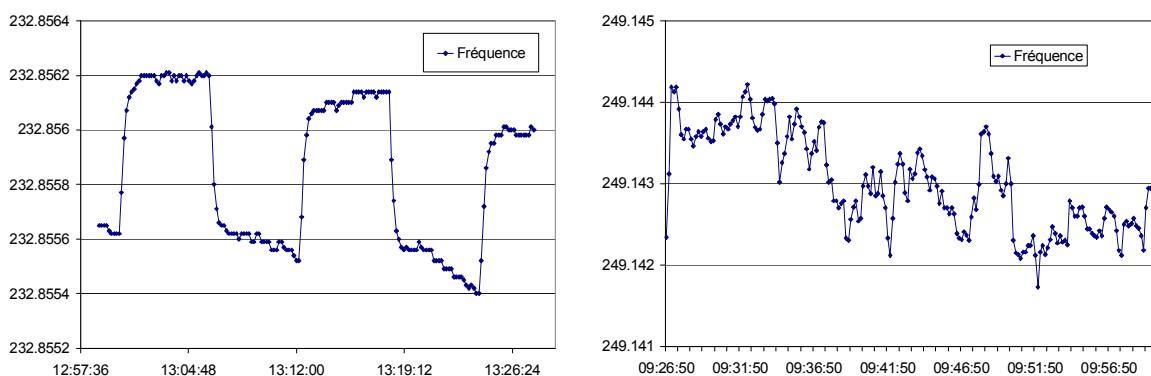


Figure 1 : Exemples de fréquence satisfaisante (à gauche) et non satisfaisante (à droite)

## 2.4 MAINTENANCES

### 2.4.1 POMPE

La pompe d'un TEOM-FDMS garantit la mise en dépression du système ainsi que le bon fonctionnement du circuit fluidique. Celle-ci doit être maintenue en bon état de fonctionnement et sa maintenance effectuée de manière préventive en surveillant la dépression du système (paragraphe 2.3.1). La fréquence de la maintenance préventive est à définir selon le type de pompe utilisée.

### 2.4.2 VANNE

La vanne se situant entre le sécheur et la microbalance permet la permutation entre les modes BASE et REF. L'encrassement et l'usure des bandes en Teflon de celle-ci peuvent-être à l'origine du frottement des pièces métalliques entre elles lors de la permutation de la vanne. Ce phénomène provoque la génération de particules dans le circuit fluide. Ces particules, ayant déjà été observées sur le filtre de collection, peuvent engendrer une surestimation de la mesure des PM dans l'air ambiant. C'est pourquoi il est conseillé de mettre en place une maintenance préventive sur la vanne du module FDMS comprenant son nettoyage, graissage et changement des bandes en Teflon.

### 2.4.3 EFFET PELTIER DU MODULE FDMS

Le filtre de purge du module FDMS, garantissant un air « zéro » pour la mesure en mode REF est refroidi à 4°C par effet Peltier. Ce dernier peut, dans certain cas, présenter des traces d'humidité et biaiser la mesure en mode REF (surestimant la concentration totale calculée par l'appareil) nécessitant donc son nettoyage selon la procédure recommandée par le constructeur.

En fonction des sites et des conditions ambiantes locales, il conviendra à l'utilisateur de définir la nécessité d'effectuer ce nettoyage de façon préventive et d'en définir la périodicité (une périodicité annuelle est recommandée par le constructeur).

#### 2.4.4 SECHEUR

Les sècheurs des modules FDMS garantissent l'équivalence des TEOM-FDMS à la méthode de référence décrite dans la norme NF-EN-12341. Une défaillance de ces derniers entraîne systématiquement une surestimation de la concentration totale de PM.

C'est pourquoi il est indispensable de veiller à leur performance par le suivi quotidien de la température de point rosée échantillon et de mettre en place les actions nécessaires selon les seuils définis dans le tableau 2 :

*Tableau 2 : Seuils à respecter pour le suivi des températures de point de rosée échantillon*

| Critère sur la température de point de rosée du sécheur |                       |
|---------------------------------------------------------|-----------------------|
| - 6°C                                                   | Seuil d'avertissement |
| - 4°C                                                   | Seuil d'action        |

Le seuil d'avertissement atteint doit alerter l'utilisateur sur la nécessité de changer prochainement le sécheur.

Le dépassement du seuil d'action sur plus d'une heure nécessite le changement immédiat du sécheur.

Il revient à chaque utilisateur d'anticiper les dépassements de ces seuils et le remplacement du sécheur en fonction de son propre retour d'expérience sur les conditions environnementales de chaque appareil (typologie, saison, région).

Le suivi de la différence entre les températures de point de rosée ambiant et échantillon est également un indicateur du bon fonctionnement du sécheur. En dehors des périodes de grand froid, un delta de 10°C entre les deux températures de point de rosée doit être respecté.

Par ailleurs, il est recommandé, lorsque cela est possible, d'effectuer le suivi des humidités relatives en entrée et sortie de sècheurs. Un seuil sur ces deux paramètres sera défini dans la prochaine version de ce guide si cela s'avère utile et nécessaire. Actuellement, le fabricant garantit une humidité relative échantillon inférieure à 11% à 20°C sur les sècheurs neufs.



### **3. ASSURANCE QUALITE / CONTROLES QUALITE**

Le tableau 3 ci-après présente les contrôles métrologiques à réaliser ainsi que leurs fréquences pour garantir un fonctionnement efficace des TEOM-FDMS et donc une équivalence à la méthode de référence. Les fréquences indiquées sont à appliquer pour tout matériel fonctionnant en routine dans une station fixe. Il conviendra d'adapter les fréquences de l'ensemble des contrôles présentés dans ce chapitre en fonction des actions curatives mises en place sur les appareils ainsi que sur les appareils fonctionnant dans des moyens mobiles. L'ensemble des contrôles est à réaliser à chaque (ré)-installation.

Chaque dépassement des exigences minimales à satisfaire rencontré lors d'un contrôle doit donner lieu à une validation environnementale poussée des données antérieures. La personne habilitée avise alors de la nécessité d'invalider ou non ces données. En aucun cas, une correction des données antérieures ne pourra être réalisée sur le simple résultat d'un contrôle ou d'un étalonnage.

Tableau 3 : Récapitulatif des critères et contrôles AQ/CQ à appliquer aux TEOM-FDMS

| Contrôles / Etalonnages               | Fréquence         | Lieu de réalisation | Exigences minimales à satisfaire                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | Spécificité de l'étalon                                        | Paragraphe |
|---------------------------------------|-------------------|---------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|------------|
| Cartes électroniques                  | 1 an              | Laboratoire/site    | Réglage systématique                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Résolution<br>1 mV                                             | 3.1        |
| Capteurs de température et pression.  | 3 mois** / 1 an   | Laboratoire/site    | Etalonnage si $ T_{\text{étalon}} - T_{\text{sonde}}  > 1,5^{\circ}\text{C}$<br>Etalonnage si $ P_{\text{étalon}} - P_{\text{sonde}}  > 0,5 \text{ kPa}$<br>Renvoi constructeur si $ T_{\text{étalon}} - T_{\text{sonde}}  > 4^{\circ}\text{C}$<br>Renvoi constructeur si $ P_{\text{étalon}} - P_{\text{sonde}}  > 2 \text{ kPa}$ | Incertitude*<br>$\leq 1,5 \text{ C}$<br>$\leq 0,5 \text{ kPa}$ | 3.2        |
| Etanchéité du système (test de fuite) | 3 mois** / 6 mois | Site                | Augmentation du débit $< 0,03\text{l/min}$ après application de la méthode des 10%                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                | 3.3        |
| Débit "Main-Flow"                     | 3 mois** / 6 mois | Site                | Etalonnage si $ D_{\text{étalon}} - D  > 2,5\% D_{\text{initial}}$<br>Renvoi constructeur si $ D_{\text{étalon}} - D  > 5\% D_{\text{initial}}$                                                                                                                                                                                    | Résolution<br>0,01 l/min<br>Incertitude*<br>$\leq 1\%$         | 3.4        |
| Débit "Aux-Flow"                      | 3 mois** / 6 mois | Site                | Etalonnage si $ D_{\text{étalon}} - D  > 2,5\%$ de $D_{\text{initial}}$<br>Renvoi constructeur si $ D_{\text{étalon}} - D  > 5\%$ de $D_{\text{initial}}$                                                                                                                                                                          |                                                                |            |
| Blanc d'instrument                    | 1 an              | Site                | $\leq 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | -                                                              | 3.5        |
| Constante $K_0$                       | 1 an              | Laboratoire/site    | $ K_{0\text{étalon}} - K_0  < 2,5\%$                                                                                                                                                                                                                                                                                               | -                                                              | 3.6        |

\*niveau de confiance 95%

\*\* la première année de mise en service (voir chapitre correspondant)

### **3.1 ETALONNAGE DES CARTES ELECTRONIQUES**

Un étalonnage de la carte électronique « Analog output » selon le mode opératoire préconisé par le constructeur doit être réalisé a minima une fois par an et à réception d'un appareil neuf. En cas d'écart supérieur à 2,5% lors de la vérification de la constante K0, il est nécessaire d'effectuer également l'étalonnage de la carte électronique de la microbalance.

### **3.2 ETALONNAGE DES CAPTEURS DE TEMPERATURE ET PRESSION AMBIANTES**

Afin de garantir un fonctionnement correct de l'appareil, les capteurs de température et de pression atmosphérique doivent être étalonnés au moins une fois par an selon la procédure du constructeur en utilisant des étalons de transfert appropriés traçables vis-à-vis d'étalons reconnus au plan (inter)national. Ces étalons de transfert doivent répondre aux spécifications d'incertitude présentées dans le tableau 3 (niveau de confiance : 95 %). L'étalonnage de ces capteurs nécessite impérativement d'être précédé de l'étalonnage de la carte analogique.

A l'installation d'un nouvel appareil, ces capteurs devront être contrôlés trimestriellement durant la première année d'utilisation. En l'absence de dérive la première année d'utilisation, la périodicité d'étalonnage pourra être passée à un an.

*La TS 16450 préconise une fréquence de contrôle trimestrielle. Compte-tenu du retour d'expérience positif sur la fiabilité de ces capteurs, il paraît cohérent de pouvoir effectuer ce contrôle annuellement après avoir effectué un suivi rigoureux, selon la périodicité préconisée par la TS durant la première année de mise en service.*

### **3.3 ETANCHEITE DU SYSTEME**

Le test de fuite du système doit être réalisé à chaque installation d'appareil ou maintenance du circuit fluidique ainsi qu'en suivi préventif tous les 6 mois.

Il est à effectuer dans les deux positions de la vanne à translation du module FDMS (i.e. sur la voie REF et sur la voie Base ; mettre l'analyseur en mode stop, taper 14 ENTER puis F8 pour sélectionner la voie sur les versions 1400AB ; sur les versions 1405 suivre l'arborescence du menu : service / advanced / test FDMS valve. / test). Afin d'éviter un éventuellement basculement de la vanne lors de l'opération, il est également recommandé de couper l'alimentation électrique du module FDMS (version 8500C uniquement) lors du test de fuite.

La méthode « basse pression », comme décrite dans la TS 16450, n'est pas adéquate pour détecter la totalité des fuites possibles sur un TEOM-FDMS. Seule « la méthode des 10% », présentée en annexe 1, développée par le revendeur et approuvée par la Commission de suivi « mesure automatique » doit être mise en place et utilisée au sein des AASQA.

*Compte tenu des retours d'expérience des AASQA et du LCSQA sur l'occurrence des fuites des TEOM-FDMS, il est préconisé de réduire la périodicité annuelle recommandée par la TS16450. Ainsi à l'installation d'un nouvel appareil, ce test devra être réalisé trimestriellement durant la première année d'utilisation. En l'absence de fuite la première année d'utilisation, la périodicité du contrôle pourra être passée à 6 mois.*

### **3.4 ETALONNAGE DES DEBITS**

L'étalonnage des débits doit être effectué selon la procédure du constructeur (via l'ajustage des potentiomètres pour les versions 1400AB et via le logiciel interne pour les versions 1405) en utilisant un débitmètre étalon de transfert approprié traçable vis-à-vis d'étalons reconnus au plan (inter)national. L'incertitude relative élargie du débitmètre étalon de transfert (niveau de confiance : 95 %) doit être  $\leq 1,0$  %. Les étalonnages de débit doivent inclure toute la ligne d'échantillonnage des TEOM-FDMS, sauf la tête de prélèvement (Flow-splitter et insert PM<sub>2,5</sub> inclus le cas échéant). Tous les capteurs doivent fonctionner pendant l'étalonnage des débits et l'étalonnage de la carte analogique doit avoir été réalisé.

En pratique, cet étalonnage est à réaliser sur chacune des deux lignes « Aux Flow » et « Main Flow » à leur point de consigne habituelle d'utilisation.

- Le contrôle et l'étalonnage du débit auxiliaire sont à réaliser directement en tête de ligne auxiliaire, une fois celle-ci déconnectée du « Flow splitter ».
- Le contrôle et l'étalonnage du débit principal peuvent être réalisés en tête du « Flow splitter », à l'aide de l'adaptateur de débit, une fois la sortie auxiliaire du « Flow splitter » obturée.
- Le débit de la fraction « coarse » spécifique au TEOM-FDMS 1405DF, doit être contrôlé et étalonné selon la procédure recommandée par le constructeur.

Une fois l'étalonnage des différentes lignes réalisé séparément il conviendra de vérifier à l'aide de l'adaptateur de débit le respect du débit total de 16,7 l/min en entrée de « Flow splitter ».

*Compte tenu du profil de coupure des têtes de prélèvement dites « US » utilisées sur les TEOM-FDMS en fonction du débit, il est indispensable d'avoir une maîtrise parfaite du débit total de prélèvement en tête de ligne. Il est donc préconisé de réduire la périodicité annuelle recommandée par la TS16450. Ainsi à l'installation d'un nouvel appareil, ces capteurs devront être contrôlés trimestriellement durant la première année d'utilisation. En l'absence de dérive la première année d'utilisation, la périodicité d'étalonnage pourra être passée à 6 mois.*

### **3.5 BLANC D'INSTRUMENT**

La vérification du blanc (ou zéro) d'instrument constitue un moyen simple de s'assurer du bon fonctionnement du TEOM-FDMS. Il est indispensable de réaliser cette vérification sur site, à l'installation de l'instrument, après toute maintenance du sécheur, et en routine une fois par an (avant et après démontage ou étalonnage annuel).

Bien que la TS16450 laisse la possibilité de réaliser cette vérification en laboratoire, l'expérience a montré la nécessité de réaliser cette vérification impérativement sur site dont les caractéristiques environnementales peuvent influencer le résultat.

C'est pourquoi, le blanc d'instrument doit impérativement être réalisé avec **de l'air ambiant extérieur** et représentatif des conditions usuelles de fonctionnement. Pour ce faire, après changement des filtres de collection et de purge, retirer la tête de prélèvement et la remplacer par un filtre « haute capacité » (en prenant soin d'éviter toute insertion d'eau dans la ligne). Le LCSQA recommande l'utilisation des filtres Whatman POLYCAP 75 TF 0,1 $\mu$ m ou équivalents.

Une autre solution consiste à laisser en place la tête de prélèvement et d'insérer le filtre sur la ligne principale « Main flow » à l'intérieur de la station comme présenté sur la photo 1. Il conviendra alors de veiller à bien isoler le filtre et la ligne (avec de l'Armaflex par exemple) afin d'éviter tout risque de condensation. Cette méthode permet d'assurer une plus grande longévité au filtre utilisé (3 l/min au lieu de 16,7 l/min et conservation de la coupure initiale de la tête de prélèvement, PM<sub>10</sub> ou PM<sub>2,5</sub>).



Photo 1 : Réalisation d'un blanc d'instrument

Compte-tenu de la sensibilité des TEOM-FDMS à l'humidité il est conseillé :

- d'effectuer la vérification du blanc en dehors de fortes périodes de pluies.
- de laisser le TEOM-FDMS muni d'un filtre haute capacité en mode mesure pendant un minimum de 32 heures.
- d'étudier les moyennes quart-horaires et écart-types des concentrations (« Mass Conc », « Base Mass Conc » et « Ref Mass Conc ») correspondant aux 8 dernières heures de fonctionnement avec le filtre « haute capacité » en tête de ligne.

Un blanc d'instrument sera jugé conforme si les moyennes étudiées sont comprises entre - 3 et +3  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ . L'utilisateur devra également vérifier l'absence de fortes variations des données lors de ce test.

Dans le cas contraire, il convient de s'interroger sur la qualité des audits et maintenances effectués. La qualité du filtre haute capacité utilisé, les tests de fuite et des débits, la purge du Peltier, l'étalonnage des cartes électroniques, la propreté de la vanne du module FDMS sont des pistes à privilégier. En dernier recours, le bon fonctionnement du sécheur devra être remis en cause.

### **3.6 CONSTANCE $K_0$**

La vérification de la microbalance consiste à comparer (et éventuellement ajuster) la constante massique  $K_0$  paramétrée dans l'instrument à celle mesurée à l'aide du  $K_0$  étalon fourni par le distributeur français. Il est également recommandé de vérifier la linéarité de la mesure de masse à l'aide des cales étalon fournies aux AASQA par le LCSQA/EMD.

## **4. VALIDATION DES DONNEES**

La validation quotidienne des données fournies par le TEOM-FDMS doit respecter les consignes du guide de validation des données<sup>1</sup>. Cette validation se divise en deux parties pour la réalisation desquelles le personnel devra être formé et habilité :

- Validation technique
- Validation environnementale

### **4.1 VALIDATION TECHNIQUE :**

Il est nécessaire de valider en mesures quart-horaires les paramètres suivants selon les préconisations présentées dans le tableau 1.

- ✓ La régulation de la température dans la station
- ✓ le bruit (code PRC 013)
- ✓ la charge du filtre de collection (code PRC 035)
- ✓ la température de point de rosée échantillon, en sortie de sécheur (code PRC 99)
- ✓ la « Base Mass Conc » (code PRC 102) : moyenne horaire glissante rafraîchie toutes les 6 minutes des mesures en mode « Base » (ce qui fait en fait une moyenne des 5 dernières mesures) théoriquement positive
- ✓ la « Réf Mass Conc » (code PRC 104) : moyenne horaire glissante rafraîchie toutes les 6 minutes des mesures en mode « Référence » (ce qui fait en fait une moyenne des 5 dernières mesures) théoriquement négative ou nulle

---

<sup>1</sup> Règles et recommandations en matière de : Validation des données Critères d'agrégation Paramètres statistiques, 2003

En cas de doute sur les précédents paramètres, il convient de regarder également le profil de :

- ✓ la « Mass Conc » (code PRC 8) : moyenne horaire glissante rafraîchie toutes les 6 minutes (des 10 dernières mesures, 5 « Base » et 5 « Référence », que la dernière mesure soit une base ou une réf),
- ✓ la température de point de rosée ambiant (code PRC 114) par comparaison au point de rosée échantillon.

## 4.2 VALIDATION ENVIRONNEMENTALE

L'étude environnementale permet de prendre en compte, lors de la validation des données, d'éventuels phénomènes périodiques et/ou locaux particuliers (conditions météorologiques, sources locales..).

Il convient alors de vérifier la cohérence de l'évolution temporelle du signal « Base Mass conc » ainsi que le signal « Ref Mass Conc ». Sur ce dernier, il est également nécessaire de vérifier la dérive à long terme des valeurs maximales (proches de zéro).

- ✓ Le signal « Base Mass Conc » est, en théorie, toujours positif et ses variations temporelles sont fonctions du type de site (nature des sources) et des conditions climatiques (dynamique atmosphérique).
- ✓ Le signal « Ref Mass Conc » est, en théorie, toujours négatif et ses variations temporelles sont fonction de la quantité de matière semi-volatile (essentiellement nitrate d'ammonium, composés organiques semi-volatiles et eau) au sein de l'aérosol. D'une manière générale, ce signal est plus important (en valeur absolue) en hiver qu'en été, et la nuit que le jour. La matière semi-volatile résultant principalement de la formation d'aérosols secondaires, sa concentration atmosphérique est globalement homogène par « bassin d'air ». Il est ainsi possible de vérifier la cohérence du signal « Ref Mass Conc » par comparaison avec ceux mesurés par des TEOM-FDMS sur des sites voisins. Dans les cas de déviations significatives par rapport aux mesures réalisées sur ces sites voisins (expertise propre à chaque AASQA), et dans les cas d'un signal « Ref » fortement et/ou durablement positif, il est impératif de mettre en place une action curative sur l'appareil dont résultent les mesures.
- ✓ Le signal « Mass Conc » est, en théorie, toujours positif. Dans le cas de très faibles concentrations en particules dans l'air prélevé (mesures par temps de pluie, vérification du blanc d'instrument) des valeurs légèrement négatives de « Mass Conc » peuvent être obtenues. Ces valeurs légèrement négatives, généralement dues à des valeurs légèrement positives du signal « Ref Mass Conc », ne sont pas forcément révélatrices d'un dysfonctionnement de l'instrument, mais peuvent être considérées comme étant inférieures à sa limite de quantification :  $3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ . Ainsi, comme indiqué dans le guide européen pour le rapportage des données :
  - les données strictement inférieures à  $-3 \mu\text{g}/\text{m}^3$  sont invalidées ;
  - les données supérieures ou égales  $-3$  sont conservées.

Par ailleurs, lorsque sur le même site les concentrations en PM<sub>10</sub> sont légèrement inférieures aux concentrations en PM<sub>2,5</sub>, il convient à chaque utilisateur, compte tenu du calcul d'incertitudes propre à chacun de ces appareils, de définir le seuil à partir duquel il convient de mettre en place une action corrective et/ou d'invalider les données.

## **5. CALCUL D'INCERTITUDE**

Toute mesure effectuée par TEOM-FDMS doit pouvoir être associée à une incertitude. Pour cela, les AASQA doivent mettre en application les recommandations du LCSQA retranscrites dans la norme FD-X43-070-6 pour l'estimation des incertitudes de mesure<sup>2</sup>.

Le tableau 4 rappelle les principales grandeurs d'entrée du modèle mathématique proposé par le LCSQA pour l'estimation de l'incertitude élargie d'une mesure réalisée par TEOM-FDMS.

*Tableau 4 : Grandeurs d'entrée du modèle mathématique pour l'estimation de l'incertitude élargie d'une mesure réalisée par TEOM-FDMS*

|                                                               |
|---------------------------------------------------------------|
| Répétabilité de la fréquence d'oscillation de la microbalance |
| Constante d'étalonnage K <sub>0</sub>                         |
| Ecart de linéarité                                            |
| Temps de prélèvement                                          |
| Débit de prélèvement                                          |
| Etalonnage du système d'acquisition                           |
| Reproductibilité sur site                                     |

## **6. LISTE DES ANNEXES**

| <b>Repère</b> | <b>Désignation</b>                             | <b>Nombre de pages</b> |
|---------------|------------------------------------------------|------------------------|
| Annexe 1      | Procédure pour la réalisation du test de fuite | 5                      |

<sup>2</sup> FD-X43-070-6 : Guide pratique d'utilisation pour l'estimation de l'incertitude de mesure des concentrations en polluant dans l'air ambiant : Partie 6 : Estimation des incertitudes sur les concentrations massiques de particules mesurées en automatique, 2011



# **ANNEXE 1**

Procédure pour la réalisation du test de fuite



## Test de fuite du circuit principal « main flow » sur TEOM 1400AB/FDMS 8500C

### Principe :

Le test de fuite du débit principal « main flow » préconisé dans les manuels THERMO et ECOMESURE consiste à mettre l'intégralité du système sous un vide poussé de l'ordre de 100 mbar absolu (900 mbar de dépression par rapport à l'atmosphère). Ceci consiste à exercer une force de 0.9 Kilo/cm<sup>2</sup> sur la majeure partie des composants du système et notamment sur les joints.

Bien que le système soit prévu pour résister à ces forces, l'application d'une telle pression peut masquer certaines fuites et causer certains problèmes :

- Un joint à lèvres usé ou déformé peut être aspiré et boucher une fuite existante (joint de balance TEOM, joint de vanne FDMS,...)
- Un raccord rapide mal enfoncé peut devenir momentanément étanche sous vide
- Un joint torique ayant perdu son élasticité peut redevenir étanche si les brides qui le compriment sont mises sous vide (joint interne de balance TEOM, raccord rapide)
- Le filtre TEOM et également le filtre FDMS, s'ils n'ont pas été retirés, peuvent être endommagés
- Si la vanne FDMS bascule alors que le système est sous vide, les joints de vanne peuvent être endommagés

Pour ces raisons, une nouvelle méthode de test de fuite est proposée, qui ne soumet le système qu'à une dépression de l'ordre de 50 mbar.

Le principe consiste à mesurer le débit principal « main flow » qui, par défaut, est fixé à 3.00 l/mn en conditions normales d'utilisation. En conditions normales d'utilisation, tous les composants du système en amont de la microbalance TEOM sont pratiquement à la pression atmosphérique (flow splitter, sècheur Nafion, vanne FDMS, joint en V de microbalance, joints toriques du système de détection d'oscillation).

Les éléments situés entre l'élément oscillant TEOM et les vannes de régulation sont soumis à une dépression variable dépendant de la charge du filtre TEOM (raccord de sortie de microbalance, tube noir de liaison, filtre de protection, débitmètre, etc).

Les éléments situés en aval des vannes de régulation sont soumis à la pression de fonctionnement de la pompe qui ne varie pas au cours du test.

Pour mettre en évidence la présence d'une fuite, la procédure consiste à dépressuriser l'intérieur du système. Cette dépressurisation est contrôlée et est de l'ordre de 5% de la dépressurisation du protocole classique. Ceci permet de limiter les forces qui vont s'exercer sur les différents composants.

En absence de dépressurisation, une fuite mineure entre l'intérieur du système et l'extérieur aura un effet limité car la différence de pression n'est pas suffisante pour créer un débit important. La dépressurisation contrôlée de l'intérieur du système aura comme effet d'augmenter le débit de fuite. Comme le système TEOM régule les débits d'aspiration à une valeur constante, le débit aspiré en entrée du système va être diminué de la valeur du débit de fuite.

### *Remarque*

Cette technique est limitée aux composants qui se situent en amont des régulateurs de débit.

Les composants en aval sont à pression constante et ne sont pas testés (connecteurs en face arrière de l'unité de contrôle, raccords « purge in », « purge out »). Une fuite sur ces composants sera détectée soit par un vide de pompe trop élevé, soit par un point de rosée échantillon anormal.

La procédure va donc consister à mesurer la variation du débit d'entrée du circuit principal quand le système est dépressurisé. La variation du débit mesurée en entrée correspond au débit de la fuite.

### Procédure standard :

Si le test est effectué en dehors de l'abri :

- Vérifier le pourcentage de colmatage du filtre TEOM, s'il est supérieur à 70%, installer un filtre neuf
- Retirer la tête PM-10
- Retirer le tube vert connecté sur le raccord « bypass » du flow splitter et obturer le raccord du flow splitter au moyen d'un bouchon Swagelock 3/8".
- Installer sur le flow splitter les éléments suivants dans l'ordre :
  - un adaptateur de débit, vanne ouverte.
  - une vanne de réglage fin grande ouverte (par exemple la vanne Swagelock B-4L2)
  - un débitmètre électronique (par exemple un TetraGal)

Le débitmètre doit avoir une résolution de 0.01 l/mn et doit être très stable. Les débitmètres à piston ne sont pas recommandés pour cet essai car leur fonctionnement est cyclique et leur perte de charge est variable à débit constant.

- Noter la valeur du débit d'aspiration lue par le débitmètre électronique avec une résolution de 0.01 l/mn
- Observer la perte de charge (filter load) en pourcent sur l'écran du TEOM.
- Fermer lentement la vanne de réglage fin jusqu'à obtenir une indication de perte de charge augmentée de 10% en absolu (par exemple si la valeur de perte de charge initiale est de 32%, fermer la vanne jusqu'à obtenir une indication de 42%
- Observer la valeur de débit :
  - Si la valeur a baissé de moins de 0.03 l/mn, le système est étanche
  - Si la valeur a baissé de 0.03 l/m ou plus, il convient d'entreprendre une procédure de recherche de fuite.

## Procédure alternative pour installation sous abri

Il peut s'avérer difficile de régler la vanne de dépressurisation si celle-ci est installée à l'extérieur de l'abri et d'observer simultanément l'écran du TEOM à l'intérieur de l'abri. Dans ce cas, suivre la procédure suivante :

### A l'intérieur de l'abri

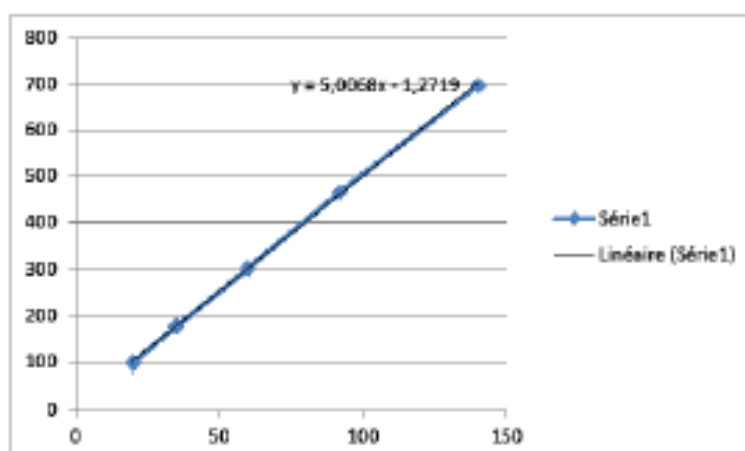
- ✓ Vérifier le pourcentage de colmatage du filtre TEOM, s'il est supérieur à 70%, installer un filtre neuf
- ✓ Désengager le tube vert (ligne de bypass) reliant le flow splitter à l'électronique du TEOM au niveau du filtre de protection à l'arrière de l'électronique du TEOM
- ✓ Installer sur ce tube vert une vanne de réglage fin grande ouverte (par exemple la vanne Swagelock B-4L2)
- ✓ De l'autre côté de la vanne, installer le débitmètre électronique de contrôle (par exemple un TetraCal)  
Le débitmètre doit avoir une résolution de 0.01 l/mn et doit être très stable. Les débitmètres à piston ne sont pas recommandés pour cet essai car leur fonctionnement est cyclique et leur perte de charge est variable à débit constant.

### A l'extérieur de l'abri

- ✓ Retirer la tête PM-10
- ✓ Installer sur le flow splitter un adaptateur de débit avec la vanne fermée

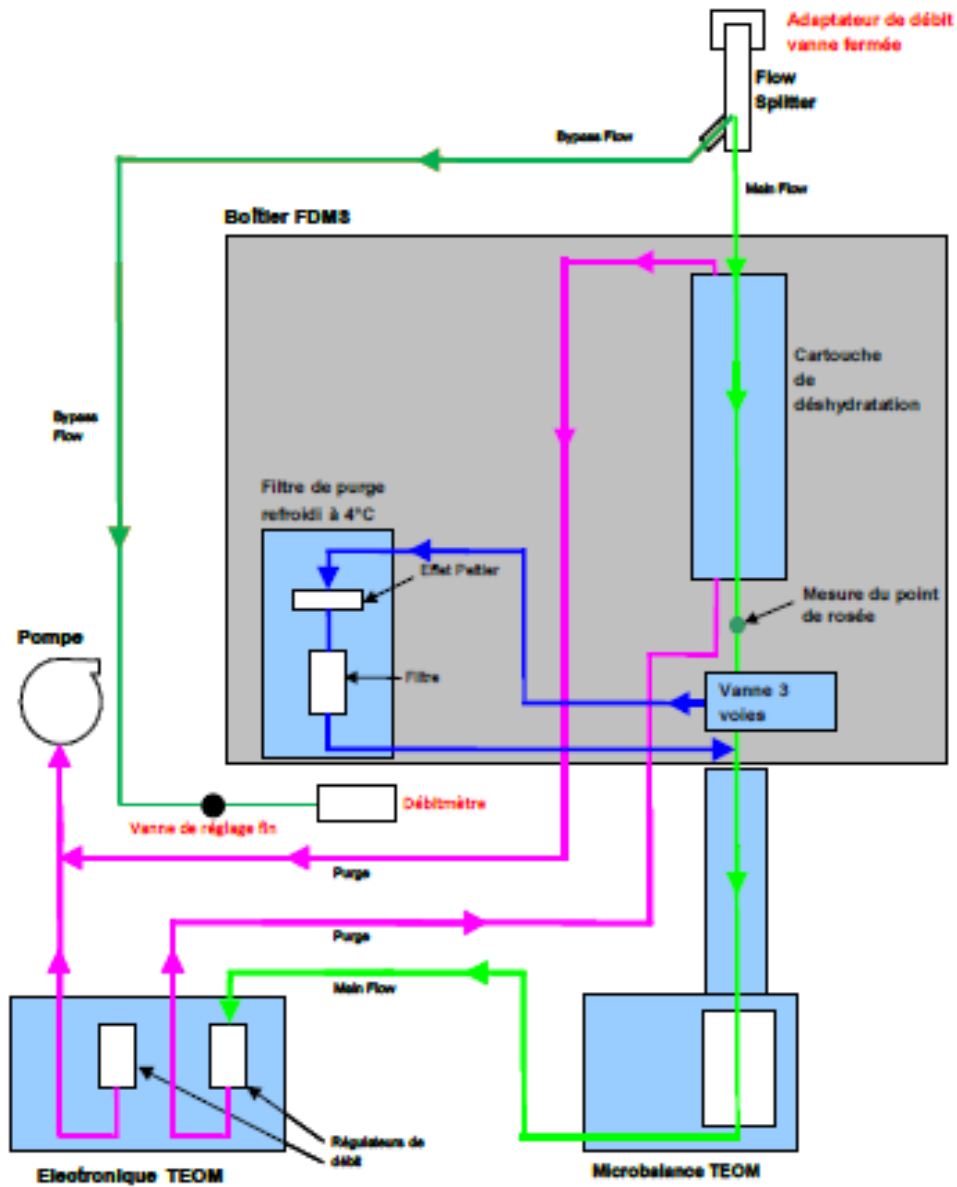
### A l'intérieur de l'abri

- ✓ Noter la valeur du débit d'aspiration lue par le débitmètre électronique avec une résolution de 0.01 l/mn
- ✓ Observer la perte de charge (filter load) en pourcent sur l'écran du TEOM
- ✓ Fermer lentement la vanne jusqu'à obtenir une indication de perte de charge augmentée de 10% en absolu (par exemple si la valeur de perte de charge initiale est de 32%, fermer la vanne jusqu'à obtenir une indication de 42%)
- ✓ Observer la valeur de débit :
  - Si la valeur a baissé de moins de 0.03 l/mn, le système est étanche
  - Si la valeur a baissé de 0.03 l/m ou plus, il convient d'entreprendre une procédure de recherche de fuite.



Dépressurisation en mbar en fonction du pourcentage de colmatage lu par le TEOM

## Installation sous abri



**Procédure standard**

