



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



Etude n°1 - 2004 **Mise à disposition en réseau de moyens de** **contrôle des mesures des** **particules en suspension**

Décembre 2004 - version définitive

Convention : CV 04 000 088

François MATHE

avec la collaboration technique de

Benoit HERBIN et Emmanuel TISON



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 en liaison avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), le Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable et l'ADEME. Ces travaux supportés financièrement par la Direction des Préventions des Pollutions et des Risques du Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable sont réalisés avec le souci constant d'apporter l'appui scientifique et technique indispensable aux AASQA et d'assurer la liaison entre la recherche en matière de pollution atmosphérique et son application sur le terrain.

L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées en France, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre notamment des Directives européennes mais aussi dans un cadre prospectif pour fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper sur les évolutions futures.

ECOLE DES MINES DE DOUAI

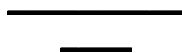
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

Etude n°1

**MISE A DISPOSITION EN RESEAU DE MOYENS
DE CONTROLE DES MESURES DES
PARTICULES EN SUSPENSION**

François MATHE
avec la collaboration technique de Benoît HERBIN et Emmanuel TISON
Décembre 2004

**INTERCOMPARAISON DES ANALYSEURS
DE PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT
EN RESEAUX FRANCAIS**



**PROTOCOLE DE CONTRÔLE DES DEBITS ET
DE VERIFICATION DE LA LINEARITE ET DE L'ETALONNAGE D'UNE
MICROBALANCE A VARIATION DE FREQUENCE TEOM
Marque Rupprecht & Pataschnik
Type 1400 A et B**

**Ce document est à lire
avant l'intervention sur vos appareils**



PROCEDURE

**rédigée par le Département Chimie et Environnement
des Mines de DOUAI**



Mars 2004

F. MATHE, B. HERBIN

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION.....	21
2. MATERIEL NECESSAIRE	21
3. CONTROLE DES DEBITS	21
3.1 PRESENTATION	21
3.2 VERIFICATIONS PRELIMINAIRES	23
3.2.1 <i>Etat de l'appareil</i>	23
3.2.2 <i>Test de fuite</i>	23
3.3 PROCEDURE DE CONTROLE DES DEBITS N°1	24
3.3.1 <i>Manipulations</i>	24
3.3.2 <i>Traitement des résultats</i>	27
3.4 PROCEDURE DE CONTROLE DE DEBIT N°2.....	28
3.4.1 <i>Manipulations</i>	28
3.4.2 <i>Traitement des résultats</i>	29
4. CONTROLE DE LA CONSTANTE D'ETALONNAGE DE LA MICROBALANCE	30
4.1 PROCEDURE DETAILLEE DE VERIFICATION DE L'ETALONNAGE DU TEOM.....	30
4.1.1 <i>Contrôle de la constante d'étalonnage</i>	30
4.1.2 <i>Procédure de manipulation de la masse étalon fournie</i>	32
4.1.3 <i>Interprétation des résultats</i>	33
4.1.4 <i>Correction de la constante d'étalonnage</i>	34
5. CONTROLE DE LA LINEARITE DE LA MICROBALANCE	35
5.1 PROCEDURE DETAILLEE DE VERIFICATION DE LINEARITE DU TEOM.....	35
5.2 EXPLOITATION DES RESULTATS	36

PROTOCOLE DE CONTRÔLE DES DEBITS ET DE VERIFICATION DE LA LINEARITE ET DE L'ETALONNAGE D'UN TEOM (Marque Rupprecht & Pataschnik Type 1400 A et B) EN STATION DE MESURE DE LA QUALITE DE L'AIR

1. Introduction

Dans le domaine de la mesure des particules en suspension, les réseaux de mesure français utilisent des appareils basés sur la variation de fréquence d'un élément oscillant. Compte tenu de ce contexte, le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air a décidé d'étendre la procédure d'intercomparaison (actuellement consacrée aux gaz et aux particules par la méthode des Fumées Noires et la radiométrie) à ce nouveau type d'analyseurs de particules majoritairement utilisés en réseau, les microbalances TEOM.

La présente procédure décrit les manipulations nécessaires au contrôle du débit d'échantillonnage et à la vérification de la constante d'étalonnage du TEOM, et éventuellement à leur correction .

2. Matériel nécessaire

Le matériel nécessaire est le suivant:

① fourni par l'EMD

- le filtre spécial de TEOM désigné "masse étalon", de masse connue
- la pince de manipulation dédiée à la masse étalon
- le filtre absolu Whatman type Balston DQ

② à la charge du réseau

- la pince de manipulation des filtres du réseau
- l'adaptateur pour test de fuite (cf. figure 3).
- un thermomètre de résolution 0,1°C
- un baromètre de résolution 1 mbar
- un chronomètre
- un compteur à gaz sec avec un tuyau de connexion.

Le matériel suivant peut convenir:

Compteur à gaz sec SCHLUMBERGER modèle GALLUS 2000 G4

Tuyau de connexion de 1m de long maxi mum en latex, diamètre intérieur 8 mm, diamètre extérieur 11,2 mm (marque BIOBLOCK référence N13413)

A défaut, l'utilisation du matériel du réseau (ex : mesureur de débit DRYCAL Bios) est tout à fait possible

3. Contrôle des débits

3.1 Présentation

Dans le cas de l'échantillonnage des particules en suspension, le débit est une caractéristique importante des têtes de prélèvement. Il doit être le plus stable possible pour le calcul final de la concentration en particules en suspension. Il est nécessaire que le circuit fluide des appareils soit régulièrement contrôlé étant donné les risques multiples (fuites au niveau des connexions fluides, pincement de tuyaux, obstruction...).

En appliquant la procédure préconisée par le constructeur, un test de fuite pourra être fait en bouchant l'entrée de l'adduction et en contrôlant la chute du débit de prélèvement.

Pour notre procédure, la bonne régulation des débits sera contrôlée en mesurant avec un compteur à gaz sec, le volume effectivement prélevé sur une séquence de temps donné.

Les différents tests décrits ci-après concernent le contrôle du débit d'échantillonnage. Après contrôle, il sera considéré comme correct pour l'ensemble de la procédure de vérification.

La figure 1 représente le principe de fonctionnement de la microbalance.

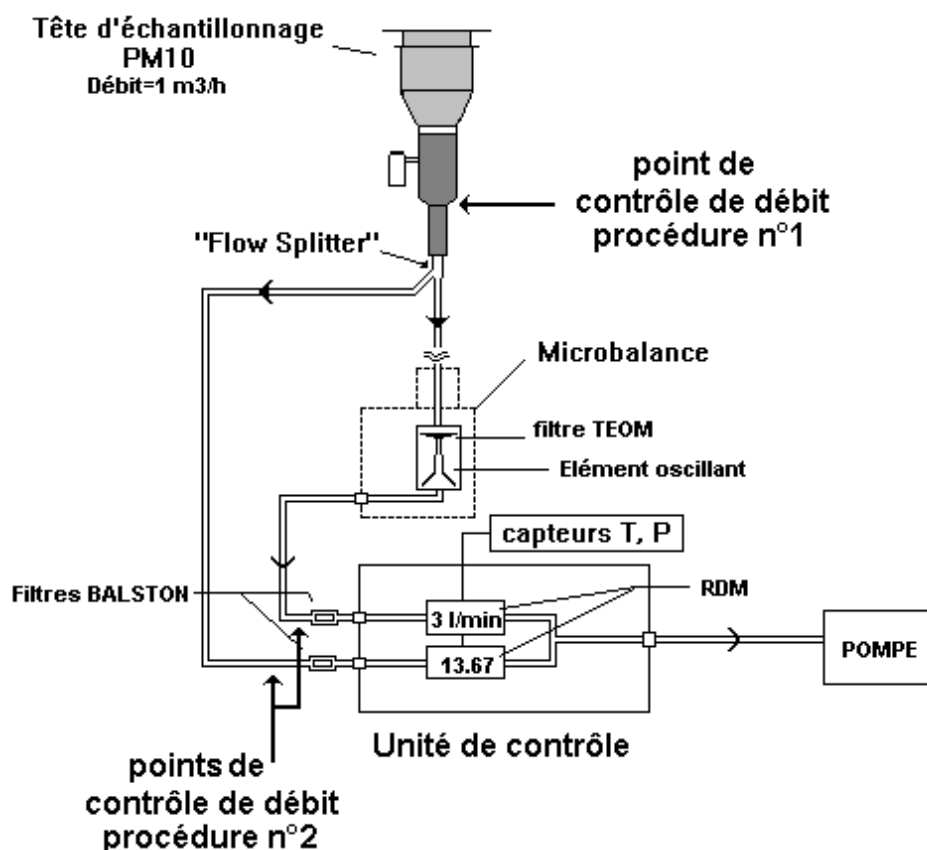


Figure 1: Description du TEOM - identification des points de contrôle de débit

2 procédures de contrôle de débit sont proposées.

Dans la mesure du possible, la procédure n°1 est à privilégier.

La procédure n°1 est basée sur un contrôle du débit total au niveau de la tête de prélèvement. Ce test permet de rendre compte de:

- la justesse du débit et le respect de la consigne de fonctionnement de la tête de prélèvement PM₁₀ ($1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ soit $16,67 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$)
- la justesse du débit et le respect de la consigne de fonctionnement au niveau de la microbalance et du circuit auxiliaire (respectivement $3 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ et $13,67 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$)
- la conformité de la totalité du circuit fluide (absence de fuites entre la tête et la pompe de prélèvement)

Cependant, elle peut s'avérer impossible à appliquer en cas d'inaccessibilité à la tête de prélèvement.

La procédure n°2 consiste en la mesure des débits auxiliaire et de la microbalance au niveau de l'unité de contrôle, en amont des régulateurs de débit.

Cette procédure permet le contrôle du rapport correct des débits. Toutefois, l'intégralité du circuit fluide n'est pas testée. De plus, elle risque d'entraîner des fuites dans la mesure où l'on déconnecte les tuyaux.

3.2 Vérifications préliminaires

3.2.1 Etat de l'appareil

Avant l'application d'une des procédures de contrôle de débit, il conviendra à l'utilisateur de vérifier le bon état de fonctionnement de l'appareil selon les préconisations du constructeur décrites dans la notice technique:

- **propreté de la tête PM₁₀**
- **contrôle et réajustage éventuel des capteurs de température et de pression**
- **propreté des filtres de protection haute capacité**
- **propreté des filtres de protection interne des régulateurs de débit**
- **propreté du circuit d'entrée d'air**
- **maintenance de la pompe**
- **test de contrôle d'absence de fuites selon la procédure suivante préconisée par le constructeur. Ce test est à effectuer avant toute intervention sur le TEOM dans le cadre de l'intercomparaison.**

3.2.2 Test de fuite

① Retirer à l'aide de la pince du réseau le filtre de collecte TEOM de la microbalance afin d'éviter toute détérioration éventuelle par la chute de pression due à la mise sous vide consécutive à la recherche de fuites. La procédure de manipulation du filtre est décrite au paragraphe 3.1.2

② L'afficheur du TEOM n'ayant que 4 lignes, à partir de l'écran principal « Main Screen » (cf. figure 2), utiliser les flèches de déplacement (↑ ↓) pour afficher les lignes de mesure de débit de la microbalance (« Main Flow ») et de débit auxiliaire (« Auxiliary Flow »)

OK	4	38%	NU	09:39
Mass Conc>				76.4
30-Min MC				72.3
01-Hr MC				78.4

Figure 2: Ecran principal « Main Screen »

③ Remplacer la tête de prélèvement par l'adaptateur destiné au contrôle du débit (cf. figure 3). Fermer le robinet de l'adaptateur.

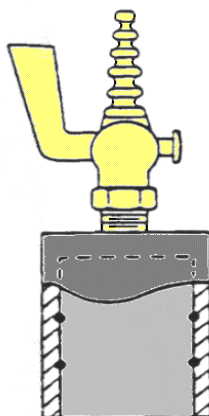


Figure 3: adaptateur pour test de fuite et de contrôle de débit

- ④ Les deux débits affichés sur l'écran du TEOM doivent chuter en dessous de $0,15 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
En cas de non respect, vérifier:
- les raccords rapides (au niveau de l'unité de contrôle)
 - l'état des tuyaux semi-rigides
 - tous les raccords vissés
- ⑤ Ouvrir doucement le robinet de l'adaptateur. Laisser les débits revenir à leur consigne initiale. Enlever l'adaptateur et remettre la tête de prélèvement.
- ⑥ Remettre le filtre de collecte dans la microbalance.
- ⑦ Remplir la case « Test de fuite » sur la feuille de résultat n°1

3.3 Procédure de contrôle des débits n°1

3.3.1 Manipulations

Les manipulations s'effectuent à l'aide du compteur à gaz sec fourni. Elles consistent à vérifier le débit total, le débit de la microbalance et le débit auxiliaire au niveau de la tête de prélèvement.

3.3.1.1 Vérification du débit total

Le TEOM est dans sa configuration habituelle (débit microbalance + débit auxiliaire = $1 \text{ m}^3/\text{h}$) en cours d'acquisition.

- ① Relever les valeurs de la pression et de température ambiantes ($T_{\text{amb}}, P_{\text{amb}}$) sur la microbalance et les noter sur la feuille de résultats. **(il sera utile d'avoir vérifié la justesse de la réponse des capteurs de la microbalance à l'aide des thermomètre et baromètre de référence du réseau).**
- ② Remplacer la tête de prélèvement par l'adaptateur destiné au contrôle du débit (cf. figure 3). Le robinet de l'adaptateur est ouvert. Relier à l'aide du tuyau de connexion le compteur à gaz sec à l'embout cannelé de l'adaptateur, en respectant le sens de circulation du fluide indiqué sur le compteur. Veiller à ce que la tubulure d'entrée du compteur à gaz soit bien libre.
- ③ Déclencher le chronomètre sur une valeur entière de volume lue sur le compteur à gaz (grande graduation ex: 410 L). Noter sur la feuille de résultats le volume initial $V_{\text{total (i)}}$ (en litres) indiqué par le compteur au début de la séquence de mesure et le volume final $V_{\text{total (f)}}$ relevé en fin de séquence de mesure. Il est nécessaire d'avoir une séquence de mesure suffisamment

longue (au moins 10 minutes) pour un contrôle correct du débit Q_{total} . Noter le temps de mesure à la seconde près θ_{total} (en minutes) sur la feuille de résultats n°1

3.3.1.2 Vérification du débit auxiliaire

Cette vérification est effectuée à la suite du point précédent

① Sur l'unité de contrôle du TEOM, programmer le débit de la microbalance à $0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ de la manière suivante:

- Appuyer sur la touche <DATA STOP>

- A partir de l'écran principal « Main Screen », appuyer sur la touche <STEP SCREEN> pour accéder à l'écran « Menu Screen ». Utiliser les flèches de déplacement (\uparrow \downarrow) pour placer le curseur $\>$ sur la ligne « Set Temps/Flows » (cf. figure 6).

LISTING OF SCREENS	
$\>$	Set Temps / Flows
	Set Hardware
	View ACCU System

Figure 6: Ecran « Menu Screen »

- Valider en tapant sur la touche <ENTER>. L'écran « Set Temps/Flows » apparaît. Utiliser les flèches de déplacement (\uparrow \downarrow) pour placer le curseur $\>$ sur la ligne « F-Main » (cf. figure 7):

SET TEMPS / FLOWS		
T-Air	50.00	50.00
T-Cap	50.00	50.01
F-Main $\>$	3.00	3.00

Figure 7: Ecran « Set Temps/Flows »

- Appuyer sur la touche <EDIT>. Un point d'interrogation « ? » apparaît à la place du curseur. Programmer la valeur « 0 ». Appuyer sur la touche <RUN>. Laisser la valeur du débit de la microbalance chuter à $0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.

• Déclencher le chronomètre sur une valeur entière de volume lue sur le compteur à gaz (grande graduation ex: 683 L). Noter sur la feuille de résultats le volume initial $V_{\text{auxiliaire (i)}}$ (en litres) indiqué par le compteur au début de la séquence de mesure et le volume final $V_{\text{auxiliaire (f)}}$ relevé en fin de séquence de mesure. Il est nécessaire d'avoir une séquence de mesure suffisamment longue (au moins 10 minutes) pour un contrôle correct du débit $Q_{\text{auxiliaire}}$. Noter le temps de mesure à la seconde près $\theta_{\text{auxiliaire}}$ (en minutes) sur la feuille de résultats

③ Reprogrammer la valeur initiale du débit de la microbalance à $3,00 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (point δ). Attendre que la valeur du débit de la microbalance revienne à $3,00 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. Appuyer sur la touche <MainScreen>.

3.3.1.3 Vérification du débit de la microbalance

Cette vérification est effectuée à la suite du point précédent

① Sur l'unité de contrôle du TEOM, programmer le débit auxiliaire à $0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ de la manière suivante:

- Appuyer sur la touche <DATA STOP>

- A partir de l'écran principal « Main Screen », appuyer sur la touche <STEP SCREEN> pour accéder à l'écran « Menu Screen ». Utiliser les flèches de déplacement (\uparrow \downarrow) pour placer le curseur $\>$ sur la ligne « Set Temps/Flows » (cf. figure 8):

LISTING OF SCREENS	
$\>$	Set Temps / Flows
	Set Hardware
	View ACCU System

Figure 8: Ecran « Menu Screen »

- Valider en tapant sur la touche <ENTER>. L'écran « Set Temps/Flows » apparaît. Utiliser les flèches de déplacement (\uparrow \downarrow) pour placer le curseur $\>$ sur la ligne « F-Aux » (cf. figure 9):

SET TEMPS / FLOWS		
T-Cap	50.00	50.01
F-Main	3.00	3.00
F-Aux $\>$	13.67	13.66

Figure 9: Ecran « Set Temps/Flows »

- Appuyer sur la touche <EDIT>. Un point d'interrogation « ? » apparaît à la place du curseur. Programmer la valeur « 0 ». Appuyer sur la touche <RUN>. Laisser la valeur du débit auxiliaire chuter à $0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.

② Choisir une valeur entière de volume sur le compteur à gaz (grande graduation ex: 950). Noter sur la feuille de résultats le volume initial $V_{\text{balance (i)}}$ (en litres) indiqué par le compteur au début de la séquence de mesure et le volume final $V_{\text{balance (f)}}$ relevé en fin de séquence de mesure. Il est nécessaire d'avoir une séquence de mesure suffisamment longue (au moins 10 minutes) pour un contrôle correct du débit Q_{balance} . Noter le temps de mesure à la seconde près θ_{balance} (en minutes) sur la feuille de résultats

③ Reprogrammer la valeur initiale du débit auxiliaire à $13,67 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (point ∂). Attendre que la valeur du débit auxiliaire revienne à $13,67 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. Démontez l'ensemble (adaptateur/compteur à gaz). Remettre la tête de prélèvement sur le tube d'adduction.

3.3.2 Traitement des résultats

Les débits donnés par le compteur sont calculés à l'aide des formules suivantes:

$$Q_{\text{total}} \text{ (en L.h}^{-1}\text{)} = \frac{V_{\text{total (f)}} - V_{\text{total(i)}}}{\theta_{\text{total}}} \times 60$$

$$Q_{\text{auxiliaire}} \text{ (en L.h}^{-1}\text{)} = \frac{V_{\text{auxiliaire f}} - V_{\text{auxiliaire(i)}}}{\theta_{\text{auxiliaire}}} \times 60$$

$$Q_{\text{balance}} \text{ (en L.h}^{-1}\text{)} = \frac{V_{\text{balance (f)}} - V_{\text{balance(i)}}}{\theta_{\text{balance}}} \times 60$$

Ces débits sont mesurés dans les conditions ambiantes extérieures ($T_{\text{amb}}, P_{\text{amb}}$).

En raison de la tête de prélèvement PM_{10} , le débit Q_{total} est théoriquement constamment ajusté à la valeur de 1000 $L.h^{-1}$.

Le débit nécessaire au fonctionnement de la microbalance Q_{balance} est normalement fixé à 180 $L.h^{-1}$. Le débit complémentaire $Q_{\text{auxiliaire}}$ est alors fixé à 820 $L.h^{-1}$.

Ces valeurs doivent être constantes, quelles que soient les conditions extérieures. En effet, le système de régulation de débit de la microbalance TEOM tient compte de la variation des conditions de température et pression ambiantes.

Le contrôle des deux débits effectué dans cette procédure ne tient compte des conditions ambiantes qu'au moment du contrôle. La variation de ces conditions sur le site et leur enregistrement correct par les capteurs intégrés peuvent amener à instaurer un contrôle de périodicité fixée.

La comparaison du compteur à gaz SCHLUMBERGER modèle GALLUS 2000 G4 avec un étalon primaire, dans cette gamme de débit a montré un écart maximum de $\pm 3\%$.

Les valeurs de débit mesurés sont à considérer avec une tolérance de $\pm 5\%$ soit:

- **$\pm 50 L.h^{-1}$ pour Q_{total}**
- **$\pm 9 L.h^{-1}$ pour Q_{balance}**
- **$\pm 41 L.h^{-1}$ pour $Q_{\text{auxiliaire}}$**

Les valeurs de débit de prélèvement du TEOM ne doivent pas dépasser cette tolérance de $\pm 5\%$. Le cas échéant, il conviendra de réajuster le débit incriminé à la valeur théorique appropriée en utilisant la procédure préconisée par le constructeur (section 6 « étalonnage du système » page 40 de la documentation technique).

3.4 Procédure de contrôle de débit n°2

Cette procédure est à employer uniquement lorsque la procédure n°1 ne peut être appliquée (ex: problème d'accessibilité à la tête de prélèvement)

3.4.1 Manipulations

La manipulation s'effectue à l'aide du compteur à gaz sec, à l'intérieur du local dans lequel se trouve l'unité de contrôle du TEOM. Elle consiste à mesurer les débits de la microbalance et du circuit auxiliaire et de vérifier le rapport des valeurs mesurées.

Le principe de régulation de débit employé sur le TEOM asservit le débit à la température et à la pression ambiantes extérieures. La procédure n°2 implique le contrôle des débits à l'intérieur de la station, à la température ambiante dans le local. Seul le rapport des débits permet de vérifier le respect des consignes de fonctionnement des débitmètres du TEOM

① Sur la façade arrière de l'unité de contrôle du TEOM, repérer l'entrée de la ligne du débit auxiliaire libellée « Bypass Flow » et l'entrée de la ligne du débit de la microbalance libellée « sensor flow » (cf. figure 7).

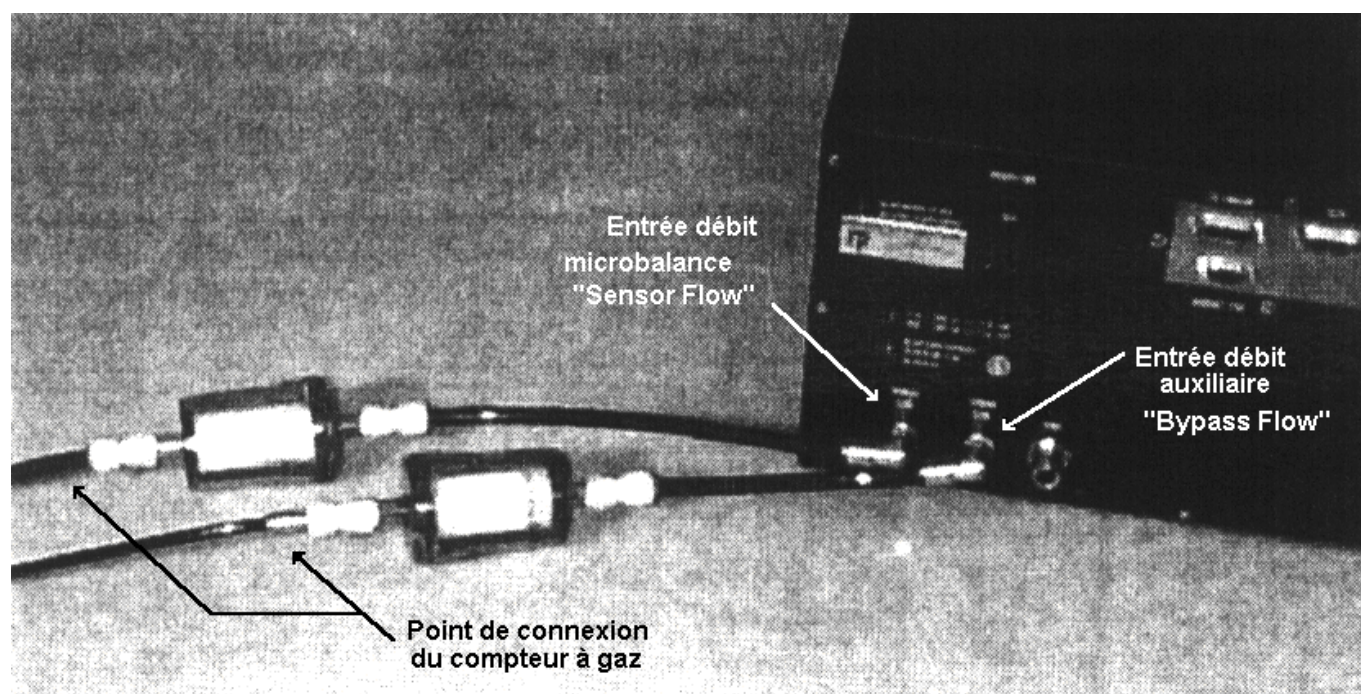


Figure 7: Façade arrière de l'unité de contrôle du TEOM

② Débrancher la ligne de fluide auxiliaire avant le connecteur rapide. Relier à l'aide du tuyau fourni le compteur à gaz sec à la ligne de fluide auxiliaire, en respectant le sens de circulation du fluide indiqué sur le compteur. Veiller à ce que la tubulure d'entrée du compteur à gaz soit bien libre.

③ Choisir une valeur entière de volume lue sur le compteur à gaz (grande graduation ex: 200 L). Noter sur la feuille de résultats le volume initial $V_{\text{auxillaire (i)}}$ (en litres) indiqué par le compteur au début de la séquence de mesure et le volume final $V_{\text{auxillaire (f)}}$ relevé en fin de séquence de mesure. Il est nécessaire d'avoir une séquence de mesure suffisamment longue (au moins 10 minutes) pour un contrôle correct du débit $Q_{\text{auxillaire}}$. Noter le temps de mesure à 1 seconde près $\theta_{\text{auxillaire}}$ (en minutes) sur la feuille de résultats n°2

④ Déconnecter le compteur à gaz. Reconnecter la ligne de fluide auxiliaire sur le connecteur rapide. Veiller à enfoncer complètement le tube dans le raccord rapide afin d'assurer l'étanchéité.

⑤ Recommencer les opérations • à ≠ au niveau de la ligne de débit de la microbalance « sensor flow ». Ceci doit aboutir à l'obtention des 3 paramètres suivants à noter sur la feuille de résultats n°2:

- $\theta_{balance}$ (minutes)
- $V_{balance(i)}$ (litres)
- $V_{balance(f)}$ (litres)

⑥ Effectuer un test de fuite (point 2.2.2) pour vérifier l'étanchéité du circuit fluide.

⑦ Vérifier la conformité des débits sur l'écran principal (respectivement 3 L.min⁻¹ pour la microbalance et 13,67 L.min⁻¹ pour le circuit auxiliaire).

3.4.2 Traitement des résultats

Les débits mesurés par le compteur sont calculés selon les formules suivantes:

$$Q_{balance} \text{ (en L.h}^{-1}\text{)} = \frac{V_{balance(f)} - V_{balance(i)}}{\theta_{balance}} \times 60$$

$$Q_{auxiliaire} \text{ (en L.h}^{-1}\text{)} = \frac{V_{auxiliaire(f)} - V_{auxiliaire(i)}}{\theta_{auxiliaire}} \times 60$$

Ces débits sont mesurés dans les conditions ambiantes du local (T_{amb}, P_{amb}).

Calculer le rapport des débits selon la formule suivante:

$$R = \frac{Q_{auxiliaire}}{Q_{balance}}$$

Le rapport R doit être égal à $4,55 \pm 10\%$ c'est à dire être compris entre 4,09 et 5,01.

La valeur du rapport R ne doit pas dépasser cette fourchette de tolérance. Le cas échéant, il conviendra de contrôler les deux débits et de réajuster le débit incriminé à la valeur théorique appropriée en utilisant la procédure préconisée par le constructeur (section 6 « étalonnage du système » page 40 de la documentation technique).

4. Contrôle de la constante d'étalonnage de la microbalance

Les principales opérations devant être effectuées avant la mise en oeuvre de la procédure de vérification de l'étalonnage du TEOM sont:

- le contrôle et le réglage éventuel des paramètres de fonctionnement de l'appareil selon les prescriptions du constructeur (ex: température de la microbalance, température et pression ambiantes etc..) à l'aide des étalons de référence du réseau.
- le contrôle et le réglage éventuel des débits de l'analyseur

Ces tests ayant été effectués, la procédure consiste en la vérification de la constante d'étalonnage intégrée dans l'appareil par la mesure de la fréquence associée à un filtre de collecte de masse connue. Il sera nécessaire d'effectuer un ajustage de la constante de l'appareil si l'écart constaté entre la constante calculée et la constante programmée de la microbalance dépasse la tolérance fixée.

4.1 Procédure détaillée de vérification de l'étalonnage du TEOM

Le principe est le suivant:

- aspiration à l'aide d'un filtre absolu d'air ne contenant pas de particules en suspension
- mesure de la fréquence du TEOM sans filtre de collection
- mesure de la fréquence du TEOM avec une masse étalon connue
- calcul de la constante K_0 et comparaison avec la valeur du constructeur

4.1.1 Contrôle de la constante d'étalonnage

Le matériel nécessaire à la manipulation est le suivant:

- une « masse étalon » dont la masse et l'incertitude associée sont données. Cette « masse étalon » est en fait le support de filtre (cône de fixation + grille + bague) sans le filtre qui risque d'être pollué au cours des manipulations par des particules ou de l'humidité.
- une pince à filtre dédiée à cette manipulation
- un filtre absolu (Marque Whatman Type BALSTON référence 9933-05-DQ)

La microbalance TEOM doit être en état de fonctionnement (appareil mis en marche depuis 1h minimum, températures et débits stables, Status code OK, valeur de noise < 0.1)

➊ A partir de l'écran principal « Main Screen », appuyer sur la touche <STEP SCREEN> pour accéder à l'écran « Menu Screen ». Utiliser les flèches de déplacement (↑ ↓) pour placer le curseur > sur la ligne « K_0 Confirmation » (cf. figure 8).

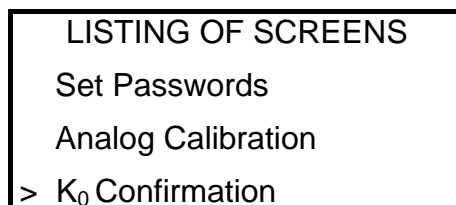


Figure 8: Ecran « Menu Screen »

Valider en tapant sur la touche <ENTER>. L'écran « K₀ Confirmation » apparaît (cf. figure 9). les flèches de déplacement (↑ ↓) permettent de visualiser les paramètres suivants:

K ₀ Confirm	209.44188	Π mesure fréquence en cours
Filt Wght	0.07903	Π masse étalon
287.53182	209.44186	Π valeur fréquence sans filtre / avec masse étalon
Audit K ₀	9683	Π valeur de K ₀ calculée
Actual K ₀	9605	Π valeur de K ₀ utilisée par le TEOM
% Diff	0.81	Π écart entre les 2 K ₀

Figure 9: Ecran « K₀ Confirmation »

NB: Il est possible d'aller dans la routine « K₀ Confirmation » à partir de n'importe quel écran affiché en tapant « 17 » puis <ENTER>.

- ❶ Vérifier que la constante d'étalonnage K₀ inscrite sur la ligne « Actual K₀ » est identique à celle inscrite par le fournisseur sur l'étiquette collée sur le côté gauche de la microbalance.
- ❷ Déconnecter le tuyau flexible placé entre la ligne d'échantillonnage externe et le tube chauffé sortant du manchon de la microbalance. Installer le filtre absolu BALSTON à l'entrée du tube de la microbalance en respectant le sens de circulation du gaz indiqué par la flèche sur le corps du filtre. Appuyer sur la touche <DATA/STOP>.
- ❸ Entrer la valeur de la masse étalon au niveau de la ligne « Filt Wght »
- ❹ Retirer le filtre de collecte en cours d'utilisation dans la microbalance selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2.. Ne pas oublier de refermer la porte de la microbalance.
- ❺ La microbalance fonctionnant sans filtre, la laisser se stabiliser (température, débit, fréquence) pendant 10 minutes. Examiner la valeur de la fréquence (en haut à droite de l'écran) jusqu'à stabilisation à 10⁻³ (variation uniquement sur les deux derniers digits ex: 187.07328). Mémoriser cette fréquence F₀ en appuyant sur la touche <First/Last>. Noter la valeur sur la feuille de résultats n°3.
- ❻ Sortir la masse étalon de sa boîte et l'installer sur la microbalance selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2.. Ne pas oublier de refermer la porte de la microbalance.
- ❼ La microbalance fonctionnant avec la masse étalon, la laisser se stabiliser (températures, débit, fréquence) pendant 10 minutes. Examiner la valeur de la fréquence (en haut à droite de l'écran) jusqu'à stabilisation à 10⁻³ (variation seulement sur les deux derniers digits ex: 270.07328). Mémoriser cette fréquence F₁ en appuyant sur la touche <First/Last>. Noter la valeur sur la feuille de résultats n°3
- ❽ L'appareil attribue alors automatiquement une nouvelle valeur à la constante K₀ à partir des fréquences mesurées et l'affiche sur la ligne « Audit K₀ ». Noter cette valeur K₀ nouveau sur la feuille de résultats n°3. L'appareil indique sur la ligne « % Diff » l'écart (en %) entre K₀ nouveau et K₀ initial.

$$\% \text{ Diff} = \frac{K_{0\text{nouveau}} - K_{0\text{initial}}}{K_{0\text{initial}}}$$

Le noter sur la feuille de résultats n°3

Appuyer sur la touche <RUN>.

- ❾ Remettre la masse étalon dans son coffret. Remettre le filtre de collecte en cours d'utilisation dans la microbalance selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2.. Ne pas oublier de refermer la porte de la microbalance

4.1.2 Procédure de manipulation de la masse étalon fournie

Un filtre de microbalance ne se manipule pas avec les doigts. Seul l'outil spécial (cf. figure 4) doit être utilisé. L'outil fourni avec la masse étalon est destiné à sa seule manipulation. L'outil du réseau est destiné au filtre en cours d'utilisation sur la microbalance. Ils doivent être propres et secs, surtout entre les dents de la fourche:

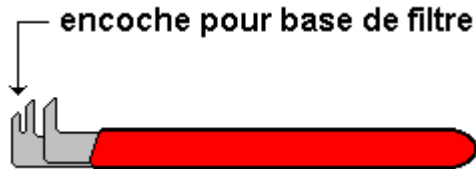


Figure 4: outil spécial pour la manipulation du filtre TEOM

La pompe d'aspiration peut être laissée en marche.

① Appuyer sur la touche <DATA STOP>. Ouvrir la porte de la microbalance. Pousser vers le haut le verrou situé au milieu de la patte de fixation. Ouvrir la microbalance.

② Pour les manipulations de filtre, se référer à la figure 5. S'assurer de la propreté de l'outil spécial de manipulation de filtre.

- **Pour retirer le filtre en cours d'utilisation**, glisser délicatement la fourche inférieure de l'outil **du réseau** sous le filtre, de telle façon que le filtre soit entre les fourches inférieure et supérieure (❶ figure 5). La base en plastique du support de filtre est au fond de l'encoche de l'outil spécial.

- Tirer sur le filtre axialement en conservant une direction toujours dans l'axe du cylindre de la microbalance (❷ figure 5). Ne pas tordre le filtre ou le tirer radialement (❸ figure 5).

- **Pour placer la masse étalon**, le disposer entre les fourches inférieure et supérieure de l'**outil spécial fourni avec le filtre**, la base en plastique du support de filtre au fond de l'encoche (❶ figure 5). Veiller à ne pas toucher la partie supérieure avec les doigts

- Placer la base en plastique du support de filtre dans l'axe de l'embout de l'élément vibrant de la microbalance. Positionner cette base sur le sommet de l'élément vibrant (❷ figure 5). S'assurer que le tube est bien concentrique avec l'élément vibrant (❸ figure 5). Exercer avec le dessus de l'outil une pression axiale (de 0,5 à 1 kg) pour obtenir l'étanchéité (❹ figure 5).

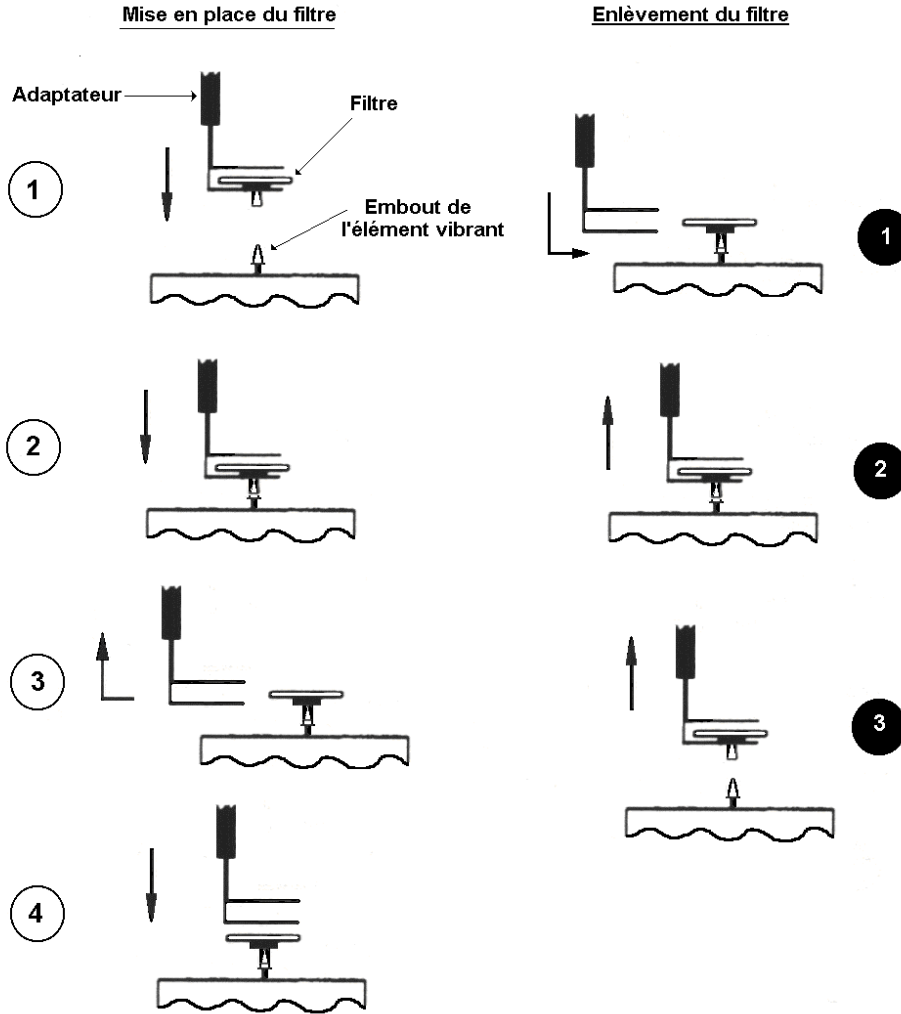


Figure 5: Mise en place / retrait du filtre de collecte TEOM

③ Remonter doucement la microbalance (sans la claquer) et remettre le verrou. Refermer la porte de l'unité de mesure. Ces opérations de manipulation de filtre doivent être relativement rapides de façon à minimiser les variations de température du système

④ Si l'appareil est en marche, appuyer sur les touches <F1> ou <RUN> pour relancer l'acquisition de mesure.

⑤ Après 5 minutes d'attente, contrôler sur l'écran principal la valeur de fréquence mesurée. Elle ne doit varier qu'au niveau des 2 derniers digits (ex: 187.057**38**), ce qui traduit un placement correct du filtre. Si ce n'est pas le cas, appuyer sur la touche <DATA STOP>, ouvrir à nouveau la microbalance et contrôler le placement correct du filtre (figure 5 opération ↓). Fermer la microbalance. Reprendre à partir du point ④.

4.1.3 Interprétation des résultats

L'écart relatif entre la constante K_0 programmée initialement dans le TEOM ($K_{0\text{ initial}}$) et la valeur calculée automatiquement par le TEOM lors de la vérification ($K_{0\text{ nouveau}}$) est obtenu par la formule suivante:

$$\text{écart (\%)} = \frac{K_{0\text{ nouveau}} - K_{0\text{ initial}}}{K_{0\text{ initial}}} \times 100$$

Si l'écart est supérieur à 3%, vérifier manuellement le calcul de $K_{0 \text{ nouveau}}$ à l'aide de la formule suivante:

$$K_{0 \text{ nouveau}} = \frac{\Delta m}{\left(\frac{1}{F_0^2} - \frac{1}{F_1^2}\right)}$$

$K_{0 \text{ nouveau}}$: constante d'étalonnage (dépendant principalement de la masse de l'élément oscillant)

F_1 (Hz) : fréquence avec la masse étalon

F_0 (Hz): fréquence sans la masse étalon (élément oscillant "à vide")

F_0 et F_1 correspondent aux données obtenues au paragraphe 3.1.1., le paramètre Δm (g) représentant la valeur de la masse étalon

Un écart en dehors de la plage $\pm 3\%$ peut traduire un problème de fonctionnement sur le TEOM (élément vibrant endommagé, mauvais enregistrement de la fréquence). Il est recommandé d'en avvertir le fournisseur. Toute modification de la constante d'étalonnage ne devra être effectuée que si aucun problème sur la microbalance est détecté.

4.1.4 Correction de la constante d'étalonnage

Il est possible de corriger la valeur de la constante d'étalonnage de l'appareil selon la procédure suivante:

❶ A partir de l'écran principal « Main Screen », appuyer sur la touche <STEP SCREEN> pour accéder à l'écran « Menu Screen ». Utiliser les flèches de déplacement (\uparrow \downarrow) pour placer le curseur \gt sur la ligne « Set Hardware » (cf. figure 10).

LISTING OF SCREENS
Set Temps/Flows
\gt Set Hardware
View ACCU System

Figure 10: Ecran « Menu Screen »

❷ Valider en tapant sur la touche <ENTER>. L'écran « Set Hardware » apparaît (cf. figure 11):

SET HARDWARE	
Cal Const	\gt 9605.000
Ser Num	2704
Wait Time	1800

Figure 11: Ecran « Set Hardware »

Le curseur \gt est placé sur la ligne « Cal Const ».

❸ Appuyer sur la touche <EDIT>. Un point d'interrogation « ? » apparaît à la place du curseur. Programmer la nouvelle valeur de K_0 et valider en appuyant sur la touche <ENTER>.

❹ Appuyer sur la touche <MAIN/STATUS> pour revenir à l'écran principal.

5. Contrôle de la linéarité de la microbalance

Les principales opérations devant être effectuées avant la mise en oeuvre de la procédure de vérification de l'étalonnage du TEOM sont:

- le contrôle et le réglage éventuel des paramètres de fonctionnement de l'appareil selon les prescriptions du constructeur (ex: température de la microbalance, température et pression ambiantes etc..) à l'aide des étalons de référence du réseau.
- le contrôle et le réglage éventuel des débits de l'analyseur

Ces tests ayant été effectués, la procédure consiste en la vérification de la linéarité de l'appareil par la lecture directe de la masse affichée par la microbalance associée à des filtres de collecte de masses différentes et connues. Dans la mesure où il s'agit d'une simple vérification sans comparaison à une tolérance donnée, aucune modification ne sera apportée à l'appareil.

5.1 Procédure détaillée de vérification de linéarité du TEOM

Le principe est le suivant:

- aspiration à l'aide d'un filtre absolu d'air ne contenant pas de particules en suspension
- mesure du zéro de l'appareil en mode d'affichage de masse totale
- mesure de la masse affichée par le TEOM avec différents filtres de collection de masse connue
- Evaluation de la linéarité de l'appareil

La microbalance TEOM doit être en état de fonctionnement (appareil mis en marche depuis 1h minimum, températures et débits stables, Status code OK, valeur de noise < 0.1)

❶ Déconnecter le tuyau flexible placé entre la ligne d'échantillonnage externe et le tube chauffé sortant du manchon de la microbalance. Installer le filtre absolu BALSTON à l'entrée du tube de la microbalance en respectant le sens de circulation du gaz indiqué par la flèche sur le corps du filtre. Appuyer sur la touche <DATA/STOP>.

❷ Modifier les paramètres « Wait Time » et « TM Ave Time » de la façon suivante :
 - à partir de l'écran principal « Main Screen », appuyer sur la touche <STEP SCREEN> pour accéder à l'écran « Menu Screen ». Utiliser les flèches de déplacement (↑ ↓) pour placer le curseur > sur la ligne « Set Hardware » (cf. figure 12).

LISTING OF SCREENS	
	Set Temps/Flows
>	Set Hardware
	View ACCU System

Figure 12: Ecran « Menu Screen »

- Valider en tapant sur la touche <ENTER>. L'écran « Set Hardware » apparaît (cf. figure 13):

SET HARDWARE	
Cal Const	9605.000
Ser Num	2704
Wait Time >	1800

Figure 13: Ecran « Set Hardware »

Le curseur > est placé sur la ligne à modifier. Noter la valeur initiale de ces paramètres sur la feuille de résultats n°4.

③ Appuyer sur la touche <EDIT>. Un point d'interrogation « ? » apparaît à la place du curseur. Fixer la valeur de « Wait Time » et la valeur de « TM Ave » à **60**. Valider à chaque fois en appuyant sur la touche <ENTER>.

④ Appuyer sur la touche <MAIN/STATUS> pour revenir à l'écran principal. Retirer le filtre de collecte en cours d'utilisation dans la microbalance selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2.. Ne pas oublier de refermer correctement la porte de la microbalance.

⑤ Après 3 minutes d'attente, contrôler sur l'écran principal la valeur de fréquence mesurée F_0 . Elle ne doit varier qu'au niveau des 2 derniers digits (ex: 187.057**38**). Appuyer sur la touche <DATA/STOP> puis sur la touche <RUN>. La microbalance fonctionnant sans filtre, la laisser se stabiliser (température, débit, fréquence) pendant quelques minutes (au maximum 10 min) jusqu'au passage en **mode 3** (affiché à l'écran). Vérifier que la valeur du paramètre « Tot Mass » reste dans un intervalle de $\pm 10\mu\text{g}$. Noter la valeur sur la feuille de résultats n°4 (paramètre M_{0-1}).

⑥ Sortir la masse étalon n°1 de sa boîte et l'installer sur la microbalance sans faire de <DATA STOP>, selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2. **Attention à la manipulation car les cales étalon fournies sont assez fragiles.** Ne pas oublier de refermer la porte de la microbalance.

⑦ La microbalance fonctionnant avec la masse étalon n°1, la laisser se stabiliser (températures, débit, fréquence) pendant 10 minutes au minimum. Examiner la valeur du paramètre « Tot Mass » jusqu'à stabilisation de la valeur entière en μg (variation seulement sur les deux derniers digits ex: 103469,**28**). Noter la valeur entière stabilisée (ex : 103469) sur la feuille de résultats n°4 (Paramètre M_1). Enlever la masse étalon n°1 et la remettre dans son coffret.

⑧ Répéter les opérations \neq à \approx avec les masses étalon n° 2 et 3 en notant à chaque fois les valeurs du paramètre « Tot Mass » correspondant (respectivement paramètres M_{0-2} , M_2 , M_{0-3} et M_3)

⑨ Remettre le filtre de collecte initialement en cours d'utilisation dans la microbalance selon la procédure décrite au paragraphe 3.1.2. **Ne pas oublier de refermer la porte de la microbalance et de remettre les valeurs initiales des paramètres « Wait Time » et « Tot Mass Avg Time » (respectivement 1800 et 300)**

5.2 Exploitation des résultats

La régression linéaire Masse mesurée = f(masse annoncée) sur les 3 points d'échelle et la moyenne des 3 valeurs en zéro doit répondre aux critères suivants :

↪ coefficient de régression $R^2 \geq 0,95$

↪ ordonnée à l'origine ≤ 500

↪ $0,95 \leq \text{pente} \leq 1,05$

Ces critères ont été choisis arbitrairement et constituent pour le moment une base de départ pour le constat de linéarité / non linéarité de l'appareil contrôlé. Ils peuvent être modifiés dans le futur en fonction des résultats effectivement observés sur le terrain. Pour l'instant, ils ne seront utilisés que comme des indicateurs de bon fonctionnement de l'appareil

ANNEXES: Feuilles de résultats

CONTROLE SUR SITE DES DEBITS DU TEOM SELON LA PROCEDURE N°1

FEUILLE DE RESULTATS n°1

Nom du RESEAU: _____

	NOM DE LA STATION					
	DATE					
Test de fuite	<u>Positif</u> (pas de fuites) <u>Négatif</u> (fuites décelées)					
P_{amb} (mbar)	Pression ambiante					
T_{amb} (°C)	Température ambiante					
V_{total (i)} (L)	Volume initial					
V_{total (f)} (L)	Volume final					
θ_{total} (min)	Temps de mesure					
Q_{total} (L.min⁻¹)	Débit de prélèvement					
V_{auxillaire (i)} (L)	Volume initial					
V_{auxillaire (f)} (L)	Volume final					
θ_{auxillaire}(min)	Temps de mesure					
Q_{auxillaire} (L.min⁻¹)	Débit de bypass					
V_{balance (i)} (L)	Volume initial					
V_{balance (f)} (L)	Volume final					
θ_{balance} (min)	Temps de mesure					
Q_{balance} (L.min⁻¹)	Débit de µbalance					

CONTROLE SUR SITE DES DEBITS DU TEOM SELON LA PROCEDURE N°2

FEUILLE DE RESULTATS n°2

Nom de l'AASQA: _____

	NOM DE LA STATION					
	DATE					
Test de fuite	<u>Positif</u> (pas de fuites) <u>Négatif</u> (fuites décelées)					
P_{amb} (mbar)	Pression ambiante du local					
T_{amb} (°C)	Température ambiante du local					
V_{balance (i)} (L)	Volume initial					
V_{balance (f)} (L)	Volume final					
θ_{balance} (min)	temps de mesure					
Q_{balance} (L.min⁻¹)	Débit de µbalance					
V_{auxillaire (i)} (L)	Volume initial					
V_{auxillaire (f)} (L)	Volume final					
θ_{auxillaire} (min)	temps de mesure					
Q_{auxillaire} (L.min⁻¹)	Débit de bypass					
$R = \frac{Q_{auxillaire}}{Q_{balance}}$	Rapport de débits 4,09 ≤ R ≤ 5,01					

NB : en cas d'utilisation de votre propre moyen de mesure de débit quelle que soit la procédure employée, indiquer la marque et le type de matériel utilisé et la valeur de débit mesurée :

Marque et type de mesureur de débit :

θ_{auxillaire} (min)	temps de mesure					
Q_{auxillaire} (L.min⁻¹)	Débit de bypass					
$R = \frac{Q_{auxillaire}}{Q_{balance}}$	Rapport de débits 4,09 ≤ R ≤ 5,01					

VERIFICATION SUR SITE DE L'ETALONNAGE DU TEOM

FEUILLE DE RESULTATS n°3

Nom de l'AASQA: _____

	NOM DE LA STATION					
	DATE					
P_{amb} (mbar)	Pression ambiante					
T_{amb} (°C)	Température ambiante					
M₀ (g)	Valeur masse étalon					
K₀ initiale	Constante étalonnage initiale					
F₀ (Hz)	Fréquence Balance à vide					
F₁ (Hz)	Fréquence balance avec masse étalon					
K₀ nouveau	Constante étalonnage calculée					
Ecart (%)	Ecart entre constantes					

VERIFICATION SUR SITE DE LA LINEARITE DU TEOM

FEUILLE DE RESULTATS n°4

Nom de l'AASQA: _____

	NOM DE LA STATION					
	DATE					
P_{amb} (mbar)	Pression ambiante					
T_{amb} (°C)	Température ambiante					
Wait Time	Valeur initiale					
Tot Mass Avg	Valeur initiale					
M₀₋₁ (µg)	Valeur zéro µbalance					
M₁ (µg)	Valeur cale étalon n°1					
M₀₋₂ (µg)	Valeur zéro µbalance					
M₂ (µg)	Valeur cale étalon n°2					
M₀₋₃ (µg)	Valeur zéro µbalance					
M₃ (µg)	Valeur cale étalon n°3					
R²	Coefficient de régression linéaire					
A	Pente de régression linéaire					
B	Ordonnée à l'origine de régression linéaire					

SOMMAIRE

RESUME.....	2
1. INTRODUCTION	4
2. MOYENS MIS EN OEUVRE.....	4
3. RESULTATS	6
3.1 VERIFICATION DU DEBIT DE PRELEVEMENT	7
3.2 VERIFICATION DE LA CONSTANCE D'ETALONNAGE DE MICROBALANCE.....	10
3.3 CONTROLE DE LA LINEARITE DE MICROBALANCE	13
4. CONCLUSION.....	17
ANNEXE 1: PROTOCOLE DE MANIPULATIONS	18
ANNEXE 2: Tableaux de résultats de contrôle de linéarité.....	41

Résumé de l'étude n°1 du rapport d'activités de l'EMD 2004

Etude suivie par: François MATHE
☎ 03 27 71 26 10

MISE A DISPOSITION EN RESEAUX DE MOYENS DE CONTROLE DES MESURES DES PARTICULES EN SUSPENSION

1. Objectifs des travaux

Les objectifs de la mise à disposition par l'Ecole des Mines de Douai (EMD) de moyens de contrôle des mesures de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants:

- fournir aux réseaux de mesure de la qualité de l'air un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, la constante d'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- vérifier la conformité du débit d'aspiration de l'appareil,
- tester la linéarité de la microbalance dans les conditions les plus réalistes possibles, à savoir dans une gamme de masses correspondant à l'empoussièrement usuel observé sur un site de mesure

2. Méthode utilisée

Le moyen de contrôle fourni aux AASQA consiste en un support de filtre de microbalance, sans son média filtrant. Cette « cale étalon » en matière plastique a une masse certifiée par l'EMD (de l'ordre de 100 mg) et est fourni avec son matériel de mise en œuvre et une procédure d'utilisation spécifique. Dans le cas du contrôle de la linéarité de la microbalance, 3 « cales étalon » de masse variant entre 90 et 105 mg sont fournies.

Concernant le contrôle du débit, une procédure spécifique est également communiquée. Pour chaque appareil contrôlé, un écart relatif entre la valeur certifiée (ou la consigne de débit de l'appareil) et le résultat du test effectué par l'AASQA est calculé. La moyenne de la valeur absolue de ces écarts relatifs (MVAE) est calculée et permet une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude)

3. Principaux résultats obtenus

La mise à disposition des cales étalon pour vérification du bon réglage des microbalances TEOM sur site met en évidence le comportement correct de l'ensemble des appareils contrôlés, soit 229 microbalances TEOM pour 33 AASQA en 2003 et 2004.

Concernant le contrôle de la constante d'étalonnage de la microbalance, la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,41 et 1,69% (soit une moyenne \pm écart-type de $0,92 \pm 0,51\%$) pour l'année 2003 et entre 0,16 et 1,57 % (soit une moyenne \pm écart-type de $0,87 \pm 0,39\%$) pour l'année 2004. En 2003, l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est comprise entre $-3,13$ et $+2,87\%$ pour 122 appareils contrôlés. En 2004, cette étendue reste restreinte car comprise entre $-2,73$ et $+3,90\%$ pour 107 appareils contrôlés (soit environ 30% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure).

La consigne pour le débit de prélèvement est respectée: en 2003, la MVAE est de $1,58 \pm 0,80\%$ pour 47 appareils vérifiés.

Le respect de cette consigne est également constaté en 2004 (moyenne de valeur absolue d'écart de $1,43 \pm 0,90$ pour 64 appareils vérifiés en 2004, soit environ 18% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure).

Le contrôle de la linéarité montre l'excellent comportement de la microbalance sur ce paramètre : le coefficient de détermination R^2 moyen varie de 0,99 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine moyennes de la droite de régression varient respectivement de 0,9918 à et 1,0086 et de $-195,66$ à $+ 29,57$. 48 TEOM ont été contrôlés sur ce paramètre, soit environ 13% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure.

Le comportement de la « chaîne de contrôle » mise en place par l'EMD peut être qualifié de satisfaisant. Son principe peut donc inspirer la future chaîne d'étalonnage pour le polluant PM_{10} par microbalance TEOM et les résultats obtenus (sur les paramètres débit de prélèvement, étalonnage et linéarité) sont utilisables dans le cadre d'une estimation de l'incertitude de mesure sur ce type d'appareil.

1. INTRODUCTION

Les objectifs de la mise à disposition par l'Ecole des Mines de Douai (EMD) de moyens de contrôle de mesure de particules en suspension dans l'air ambiant sont les suivants:

- fournir aux réseaux de mesure de la qualité de l'air un moyen de contrôle raccordé à une chaîne d'étalonnage, leur permettant de vérifier, si possible directement sur le site, l'étalonnage de leurs microbalances à variation de fréquence,
- vérifier les caractéristiques métrologiques suivantes (justesse de l'étalonnage, linéarité et débit de prélèvement de l'appareil) par le biais d'une procédure commune et, donc, de permettre une intercomparaison de l'ensemble des résultats de mesures au niveau national (les éventuels problèmes liés aux caractéristiques des sites de prélèvements ne sont pas pris en compte dans cette étude).

2. MOYENS MIS EN OEUVRE

Dans le domaine de la mesure des particules en suspension, le LCSQA effectue depuis la fin de l'année 2000 une mise à disposition de moyens de contrôle des microbalances TEOM.

L'objectif principal est de contrôler sur site, avec un matériel adéquat, le débit de prélèvement, l'étalonnage correct ou la linéarité des TEOM.

La chaîne de contrôle est décrite par le tableau I:

Tableau I. Chaîne de contrôle pour le contrôle de la microbalance R&P TEOM

Raccordement à la référence nationale BNM-COFRAC par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité (agrément n°2.47)	
Etalons de référence de l'EMD	Série de 8 masses raccordée 2 fois par an Entre 10 et 500 mg
Balance	Balance dédiée Marque METTLER TOLEDO type AG245
Dispositif de transfert entre l'EMD et les AASQA	<u>Contrôle de la constante d'étalonnage :</u> Cale étalon de masse connue et raccordée à chaque passage en réseau $M_{\text{filtre}} \approx 100 \text{ mg}$
	<u>Contrôle de la linéarité de microbalance :</u> Série de 3 cales étalons de masse connue et raccordées à chaque passage en AASQA $M_{\text{filtre}} \approx 95 \text{ à } 105 \text{ mg}$

Le moyen de contrôle fourni aux AASQA consiste en un support de filtre de microbalance, sans son média filtrant. Cette « cale étalon » en matière plastique a une masse certifiée par l'EMD (de l'ordre de 100 mg) et est fourni avec son matériel de mise en œuvre et une procédure d'utilisation spécifique. Dans le cas du contrôle de la linéarité de la microbalance, 3 « cales étalon » de masse variant entre 90 et 105 mg sont fournies.

Une procédure spécifique d'utilisation de la cale étalon pour le contrôle de l'étalonnage, de contrôle des débits de la microbalance ou de la vérification de la linéarité de l'appareil est fournie avec le matériel de mise en œuvre aux réseaux de surveillance (cf. annexe 1). Chaque cale étalon est accompagnée d'un certificat d'étalonnage. Concernant le contrôle de débit, l'AASQA utilise ses propres moyens de mesure de débit (ex : débitmètre volumique à piston marque BIOS type DRYCAL).

Le principe général de la comparaison est le suivant :

- ❶ Détermination de la masse m_0 de la cale étalon pour TEOM au laboratoire de l'EMD
- ❷ Transmission de la cale étalon à l'AASQA avec communication de la masse m_0 correspondante
- ❸ Utilisation par l'AASQA sur ses appareils (détermination de la constante de réglage K_0)
- ❹ Calcul de l'écart relatif $ER_{K_0} = \frac{K_{0\text{ station}}}{K_{0\text{ calcul}}} \times 100$ entre les constantes $K_{0\text{ station}}$ effectivement utilisée dans l'appareil et $K_{0\text{ calcul}}$ calculée lors de l'utilisation de la cale de l'EMD
- ❺ Au retour au laboratoire de l'EMD, vérification de la masse m_0 de la cale étalon pour TEOM pour confirmation de la valeur communiquée à l'AASQA (tout écart jugé anormal invalide les manipulations)
- ❻ Pour l'ensemble des n appareils contrôlés, la moyenne de la valeur absolue de l'écart relatif ($MVAE_{K_0}$) est calculé :

$$MVAE_{K_0} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} |ER_{(K_0)i}|}{n}$$

- ❼ Concernant le débit, l'écart relatif $ER_{\text{débit}} = \frac{D_0}{D_{\text{mesure}}} \times 100$ entre la consigne D_0 de fonctionnement correct ($1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) et le débit D_{mesure} effectivement mesuré par le réseau (avec ses propres moyens de contrôle) est calculé.
- ❽ Pour l'ensemble des z appareils contrôlés, la moyenne de la valeur absolue de l'écart relatif ($MVAE_{\text{Débit}}$) est calculé :

$$MVAE_{\text{Débit}} = \frac{\sum_{i=1}^{i=z} |ER_{(\text{débit})i}|}{z}$$

- ❾ Concernant la linéarité, 3 cales étalons sont fournies. L'objectif est de mesurer la masse de chaque cale à l'aide de la microbalance configurée spécifiquement à cet usage (lecture directe de la masse de la cale). Le zéro « vivant » de l'appareil est relevé entre les mesures sur cale.
- ❿ Sur la base des résultats des 3 cales et du zéro « vivant », les paramètres de la droite de régression linéaire « Masse mesurée = f(Masse réelle) » sont calculés (coefficient de détermination, pente et ordonnée à l'origine)

3. RESULTATS

Suite au courrier de proposition de mise à disposition des cales étalon transmis aux AASQA à la fin de l'année 2003 et en cours d'année 2004, les AASQA désirant recevoir une cale étalon ou un ensemble de vérification de linéarité précisent leurs souhaits quant à la date de mise à disposition du matériel. Les plannings de mise à disposition en figures 1 et 2 représentent l'ensemble des mises à disposition effectuées pour les années 2003 et 2004. Il est à noter que dans certains cas, les résultats ne sont pas systématiquement renvoyés avec le matériel mis à disposition ou la mise à disposition est en cours.

	JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
1				14	18	23	27	31	36	40		49
2	1											
3		6	10								45	
4												
5					19	ASQUADRA Atmo PC		32				
6	2				Airnormand ORAMIP					41		
7	AAPS Madininair OPALAIR		AREMARTOIS	15			28		37			50
8				Atmosfair								
9						24						
10		7	11			AREMALM AREMARTOIS			ASQUADRA ESPOL Atmo Picardie		46	
11												
12					20							
13	3											
14				16			29			42		
15									38			51
16						25						
17		8	12					34			47	
18			AIRLOR ESPOL Atmo CA ARPAM		21							
19												
20	4									43		
21					17							
22					AAPS				39			52
23						26						
24		9	13			AAPS					48	
25			ORA Réunion ASQUADRA AERFOM					35				
26					22							
27	5									44		
28				18								
29							31					
30						27			40			1 (2004)
31			14									

Figure 1. Planning 2003 de mise à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM

	JANVIER	FÉVRIER	MARS	AVRIL	MAI	JUIN	JUILLET	AOÛT	SEPTEMBRE	OCTOBRE	NOVEMBRE	DÉCEMBRE
1		5	10	14	18	23	27	31	36	40		49
2				ASQUADRA								
3	AIR PL	6									45	
4												
5	2											
6												
7					OPALAIR							
8												
9										AAPS		
10		7	11			24			33	ATMO Auvergne AREMARTOIS	ASQAB ATMO Picardie	
11												
12												
13	3						29					
14												
15	ASQUADRA											
16		8	OPALAIR									
17		AREMARTOIS ESPOL										
18									34	ASPA		
19	4				AREMALM							
20												
21												
22												
23		9	13									
24												
25												
26	5											
27	AAPS											
28												
29												
30												
31			14	AREMASSE					40	AIR PL		1 (2005)

Figure 2. Planning 2004 de mise à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM

3.1 VERIFICATION DU DEBIT DE PRELEVEMENT

S'agissant du contrôle des débits de la microbalance, le tableau II résume les résultats obtenus. La vérification du débit peut se faire de plusieurs façons mais peut présenter des difficultés techniques (mesure en tête de ligne nécessitant un accès sur toit de station parfois délicat, mesure en façade arrière de microbalance nécessitant un démontage parfois peu aisé en station à espace réduit). Ainsi, en 2003, seules 8 AASQA ont effectivement contrôlé le débit des microbalances selon l'une des 2 procédures conseillées par l'EMD, pour un total de 47 appareils. En 2004, ce contrôle a impliqué 6 AASQA pour un total de 64 appareils.

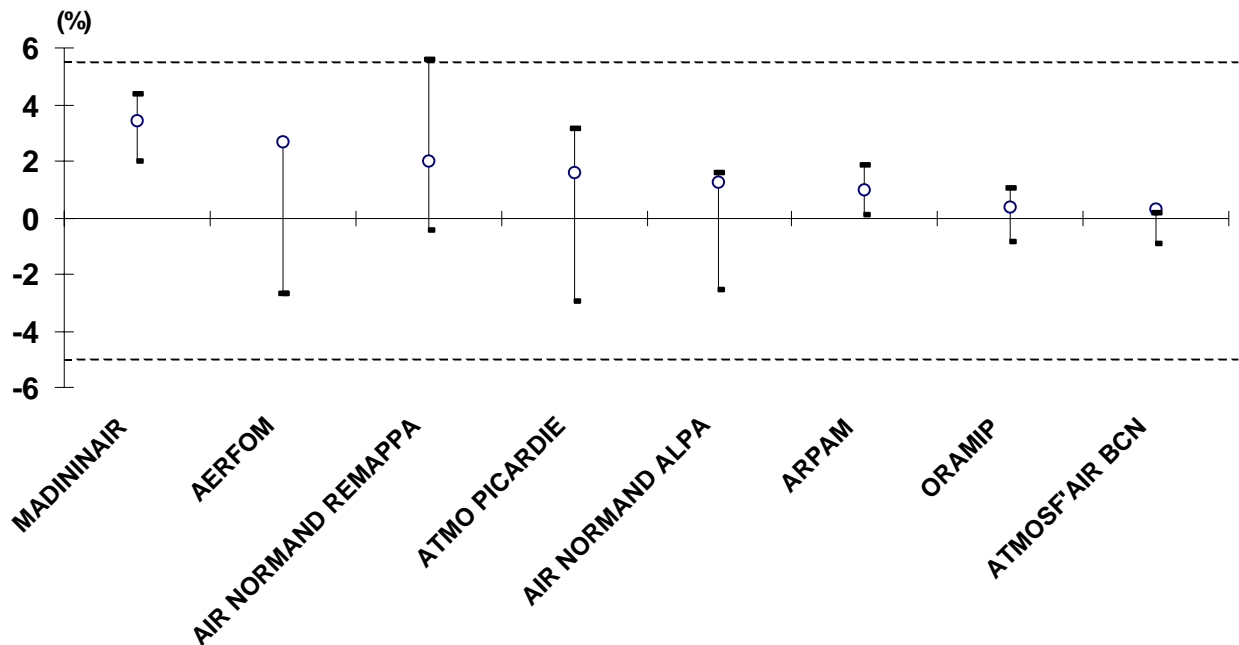
Les tableaux II et III ainsi que les graphes 1 et 2 résument les résultats obtenus.

Tableau II: Résultats des contrôles du débit principal des microbalances TEOM en 2003

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
MADININAIR	8	3,55	1,47	4,38	1,98
ARPAM	2	0,99	0,87	1,86	0,12
AERFOM	1	2,70	0,00	-2,70	-2,70
ATMOSF'AIR BCN	5	0,30	0,30	0,18	-0,90
ORAMIP	7	0,38	0,39	1,08	-0,84
AIR NORMAND ALPA	8	1,24	0,77	1,56	-2,52
AIR NORMAND REMAPPA	7	2,26	1,65	5,58	-0,42
ATMO PICARDIE	9	1,57	0,93	3,18	-2,94
Ensemble des AASQA	47	1,58	0,80	5,58	-2,94

Ces résultats montrent le respect du réglage du débit sur les analyseurs contrôlés sur site. Rappelons qu'il doit être fixé à $16,67 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ pour assurer la coupure à $10 \mu\text{m}$ par la tête de prélèvement.

En 2003, la moyenne de la valeur absolue de l'écart relatif (MVAE) varie entre 0,30 et 3,55% (soit une moyenne \pm écart-type de $1,58 \pm 0,80\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre -2,94 et +5,58%.



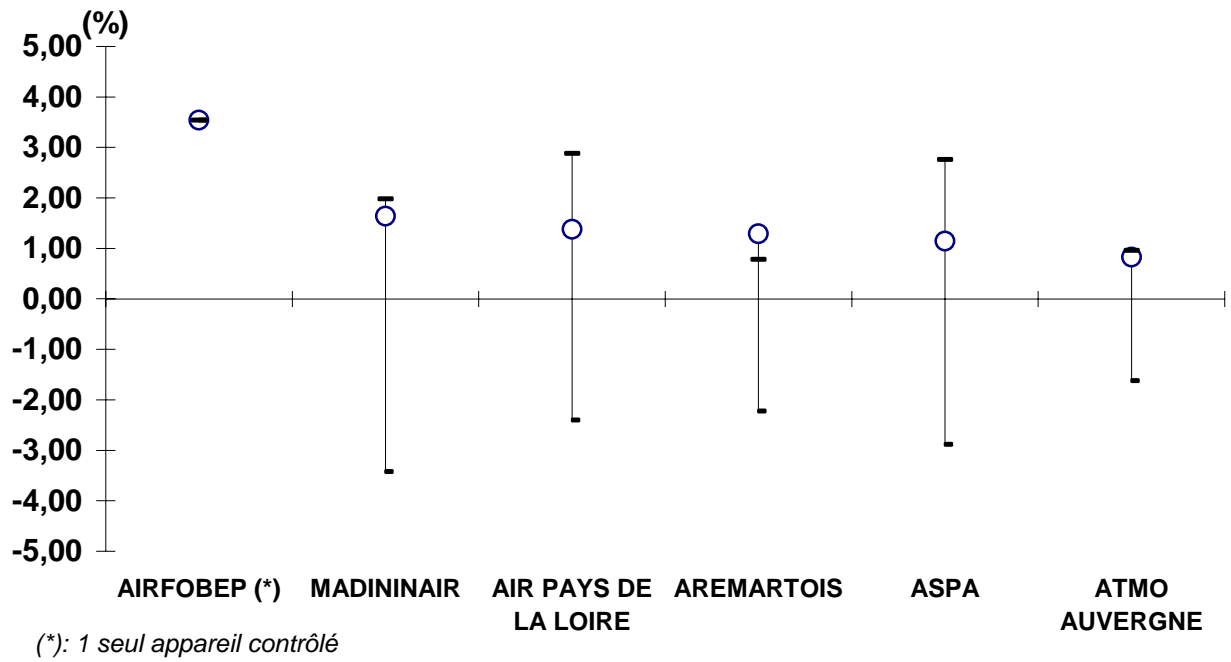
Graphique 1: Evolution de l'écart moyen et des extréma constaté en AASQA en 2003 (vérification du débit de prélèvement du TEOM)

Des résultats comparables sont obtenus en 2004 : la MVAE varie entre 0,83 et 3,54% (soit une moyenne \pm écart-type de $1,43 \pm 0,90\%$), avec une étendue d'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre -3,42 et +3,54%. Le contrôle de ce paramètre n'est pas aisé (cf. protocole décrit en annexe 2). Ainsi, pour une AASQA, les résultats obtenus en 2004 sur 2 appareils (sur 9 contrôlés) peuvent être mis en doute.

Tableau III: Résultats des contrôles du débit principal des microbalances TEOM en 2004

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
MADININAIR	7	1,64	0,92	+1,98	-3,42
Atmo AUVERGNE	14	0,83	0,11	+0,96	-1,62
AIR Pays de la Loire	17	1,38	0,82	+2,88	-2,40
AIRFOBEP	1	3,54	---	+3,54	+3,54
AREMARTOIS (*)	9	2,81	3,07	+7,38	-8,88
		1,29	0,52	+0,78	-2,22
ASPA	16	1,15	0,87	+2,76	-2,88
Ensemble des AASQA	64	1,43	0,61	+3,54	-3,42

(*) : en italique, résultats après élimination des 2 appareils ayant posé problème



Graphe 2: Evolution de l'écart moyen et des extréma constaté en AASQA en 2004 (vérification du débit de prélèvement du TEOM)

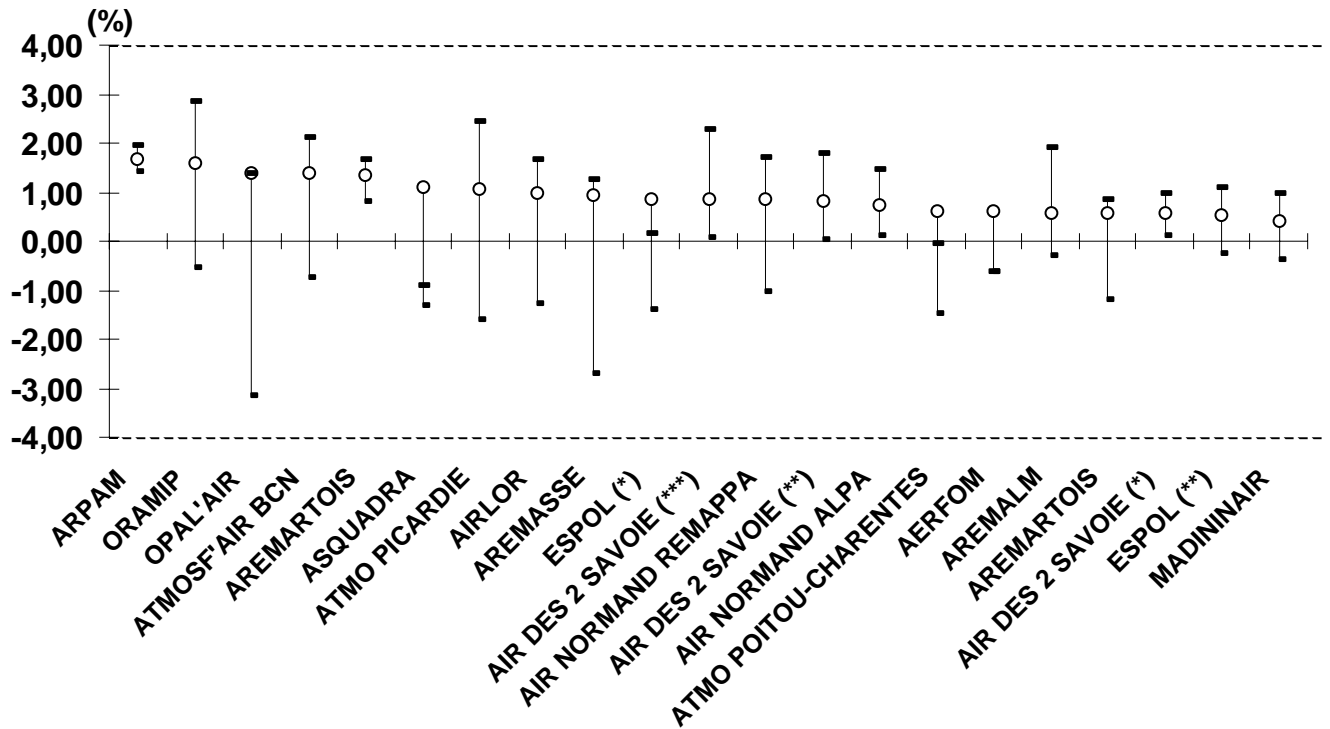
Les résultats peuvent être qualifiés de représentatifs du comportement de ce type d'appareil, compte tenu du nombre de microbalances (64) dont le débit a été contrôlé en 2004 (soit environ 18% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure).

3.2 VERIFICATION DE LA CONSTANTE D'ETALONNAGE DE MICROBALANCE

Les résultats obtenus sont très satisfaisants: en 2003, la moyenne de la valeur absolue de l'écart relatif (MVAE) varie entre 0,41 et 1,69% (soit une moyenne \pm écart-type de $0,92 \pm 0,51\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre + 2,87 et -3,13% pour 122 appareils contrôlés. Le tableau IV et le graphe 3 résument les résultats obtenus.

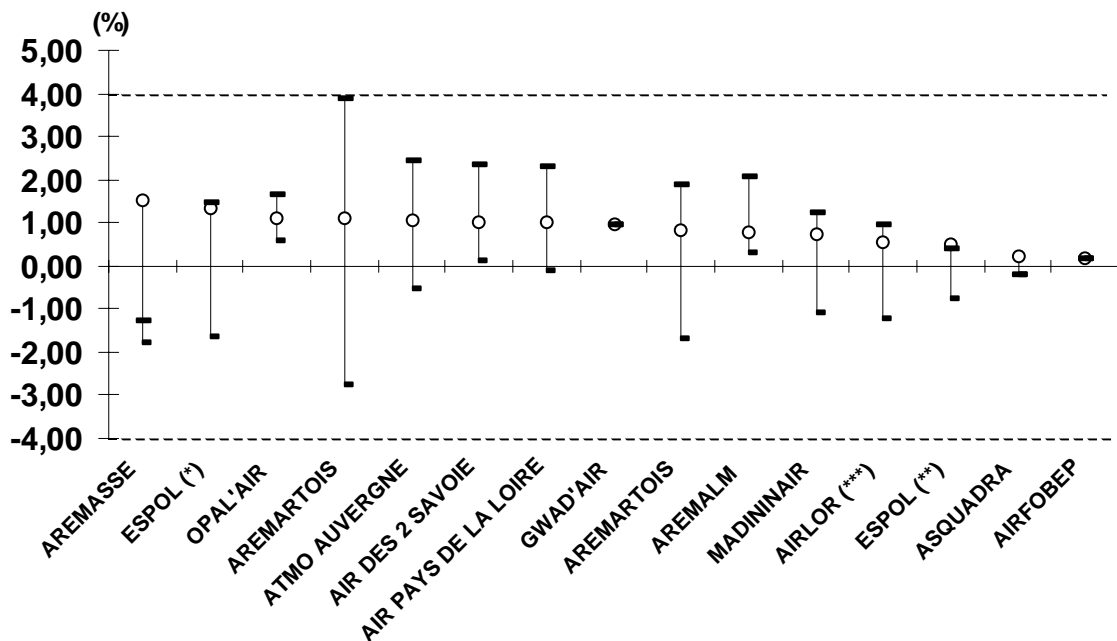
Tableau IV. Résultats 2003 des mises à disposition aux AASQA de cales étalon TEOM (contrôle de l'étalonnage)

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
MADININAIR	8	0,41	0,33	0,98	-0,36
OPAL'AIR	6	1,39	0,96	1,40	-3,13
AREMARTOIS	7	0,57	0,49	0,85	-1,20
AIRLOR	5	0,96	0,51	1,68	-1,28
ESPOL	3	0,87	0,52	0,15	-1,39
ARPAM	2	1,69	0,26	1,95	1,43
AERFOM	1	0,60	0,00	-0,60	-0,60
ATMOSF'AIR BCN	5	1,38	0,48	2,12	-0,73
AIR DES 2 SAVOIE	2	0,56	0,43	0,99	0,13
ORAMIP	7	1,59	0,93	2,87	-0,52
AIR NORMAND ALPA	8	0,73	0,41	1,48	0,13
AIR NORMAND REMAPPA	7	0,86	0,42	1,73	-1,03
ATMO POITOU-CHARENTES	3	0,60	0,62	-0,06	-1,47
ASQUADRA	2	1,09	0,20	-0,88	-1,29
AREMALM	5	0,57	0,67	1,91	-0,30
AREMARTOIS	3	1,33	0,36	1,65	0,83
AIR DES 2 SAVOIE	14	0,81	0,47	1,81	0,05
ATMO PICARDIE	9	1,05	0,66	2,45	-1,61
ESPOL	3	0,54	0,41	1,12	-0,25
AIR DES 2 SAVOIE	17	0,86	0,55	2,27	0,10
AREMASSE	5	0,95	0,96	1,27	-2,69
Ensemble des AASQA	122	0,92	0,51	+2,87	-3,13



Graph 3: Evolution de la moyenne de la valeur absolue de l'écart et des extréma constatés en AASQA en 2003 (vérification de la constante d'étalonnage de microbalance)

En 2004, la moyenne de la valeur absolue de l'écart (MVAE) varie entre 0,16 et 1,52% (soit une moyenne \pm écart-type de $0,86 \pm 0,39\%$), l'étendue de l'écart réel constaté sur le terrain est restreinte car comprise entre +3,90 et $-2,73\%$ pour 107 appareils contrôlés (soit environ 30% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure). Le graph 4 et le tableau V résument les résultats obtenus :



Graph 4: Evolution de la moyenne de la valeur absolue de l'écart et des extréma constatés en AASQA en 2004 (vérification de la constante d'étalonnage de microbalance)

Tableau V. Résultats 2004 des mises à disposition aux AASQA
de cales étalon TEOM (contrôle de l'étalonnage)

AASQA	Nbre d'appareils contrôlés	Moyenne de la valeur absolue des écarts (%)	Ecart-type (%)	Ecart maxi (%)	Ecart mini (%)
AREMASSE	2	1,52	0,24	-1,28	-1,77
ESPOL (*)	3	1,34	0,29	1,46	-1,62
OPAL'AIR	2	1,13	0,54	1,67	0,58
AREMARTOIS	9	1,09	1,26	3,90	-2,73
ATMO AUVERGNE	14	1,05	0,54	2,45	-0,54
AIR DE L'AIN et DES PAYS DE SAVOIE	14	1,03	0,82	2,36	0,15
AIR PAYS DE LA LOIRE	17	0,99	0,65	2,32	-0,11
GWAD'AIR	1	0,96	---	0,96	0,96
AREMARTOIS	10	0,80	0,59	1,90	-1,69
AREMALM	6	0,77	0,61	2,07	0,30
MADININAIR	7	0,73	0,43	1,26	-1,05
AIRLOR (***)	23	0,56	0,35	0,96	-1,21
ESPOL (**)	3	0,52	0,12	0,41	-0,75
ASQUADRA	1	0,22	---	-0,22	-0,22
AIRFOBEP	1	0,16	---	0,16	0,16
Ensemble des AASQA	107	0,86	0,39	+3,90	-2,73

(*) : 1^{er} passage

(**) : 2^{ème} passage

(***) : Appareils contrôlés plusieurs fois

Selon les cas, l'AASQA peut contrôler un appareil au minimum jusqu'à l'intégralité de son parc. Certaines AASQA ayant souhaité disposer d'un « kit » de contrôle de linéarité ont même effectué plusieurs fois le contrôle de la constante d'étalonnage sur un même appareil.

3.3 CONTROLE DE LA LINEARITE DE MICROBALANCE

L'objectif de ce contrôle est de vérifier la caractéristique de linéarité sur site et sur une plage de masse correspondant à une masse accumulée de particules PM10 sur un filtre de collecte de microbalance de 10 mg. Pour vérifier cette caractéristique, la microbalance est configurée dans un mode de fonctionnement spécifique, permettant de changer l'appareil en une balance classique. Dans ce cas, il est possible de lire directement la masse d'un filtre vierge et de la comparer à la masse affichée sur le certificat d'étalonnage du filtre fourni. Pour des raisons pratiques, le nombre de points de vérification de la linéarité a été fixé à 4 (3 points d'échelle et le zéro).

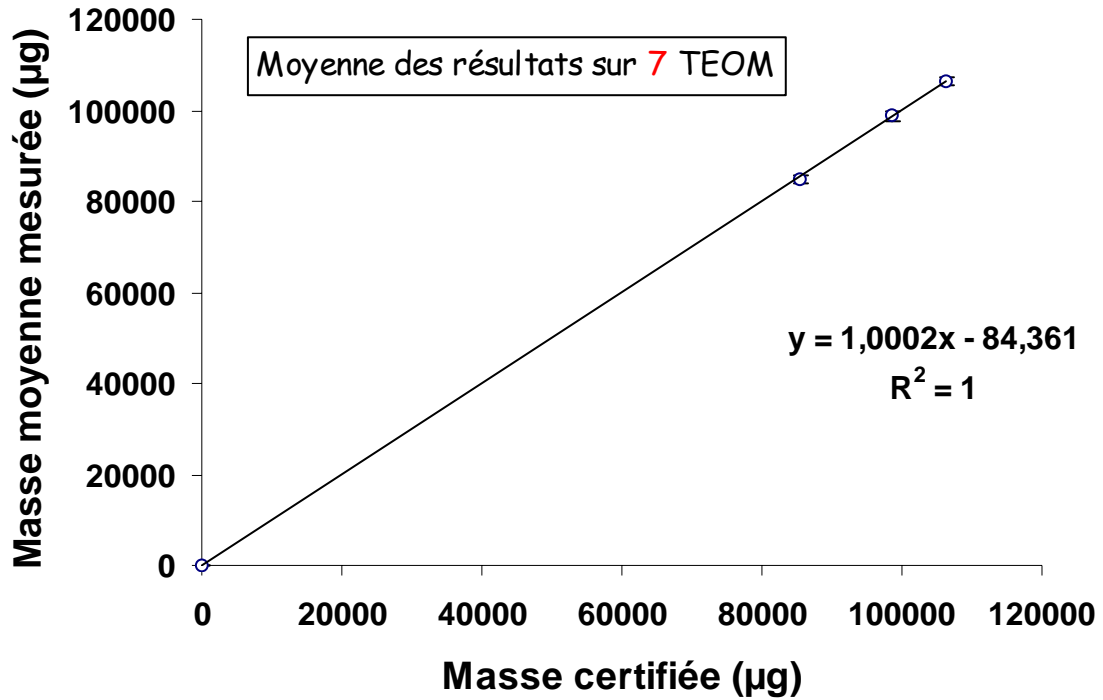
Un calcul de régression linéaire est ensuite effectué et les paramètres de la droite de régression sont comparés à des spécifications. Ces spécifications ont été arbitrairement fixées à partir des résultats obtenus par l'EMD lors de la mise au point en laboratoire de la procédure de vérification de la linéarité et sur la base de spécifications utilisées dans la norme EN 12341 (1999) « Qualité de l'air - Détermination de la fraction MP10 de matière particulaire en suspension - Méthode de référence et procédure d'essai in situ pour démontrer l'équivalence à la référence de méthodes de mesurage ». Ces spécifications sont rappelées dans le tableau IV :

Tableau IV. Spécifications sur les paramètres statistiques issus du contrôle de linéarité sur site de TEOM

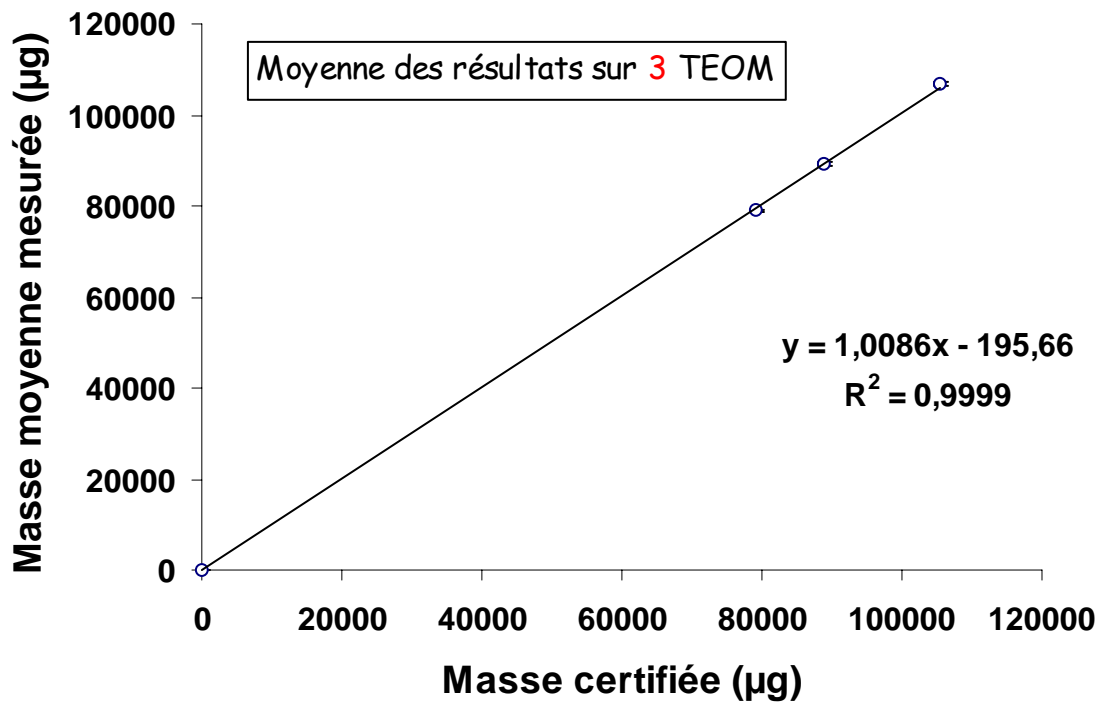
Critères statistiques EMD: Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]	
Coefficient de détermination R²	≥ 0,95
Ordonnée à l'origine de la droite de régression	≤ 500µg (*)
Pente de la droite de régression	0,95 ≤ pente ≤ 1,05

(*) : la valeur de 500 µg correspond à environ 0,5% de la moyenne des masses des 3 filtres étalon constituant le kit de vérification de linéarité fourni à l'AASQA.

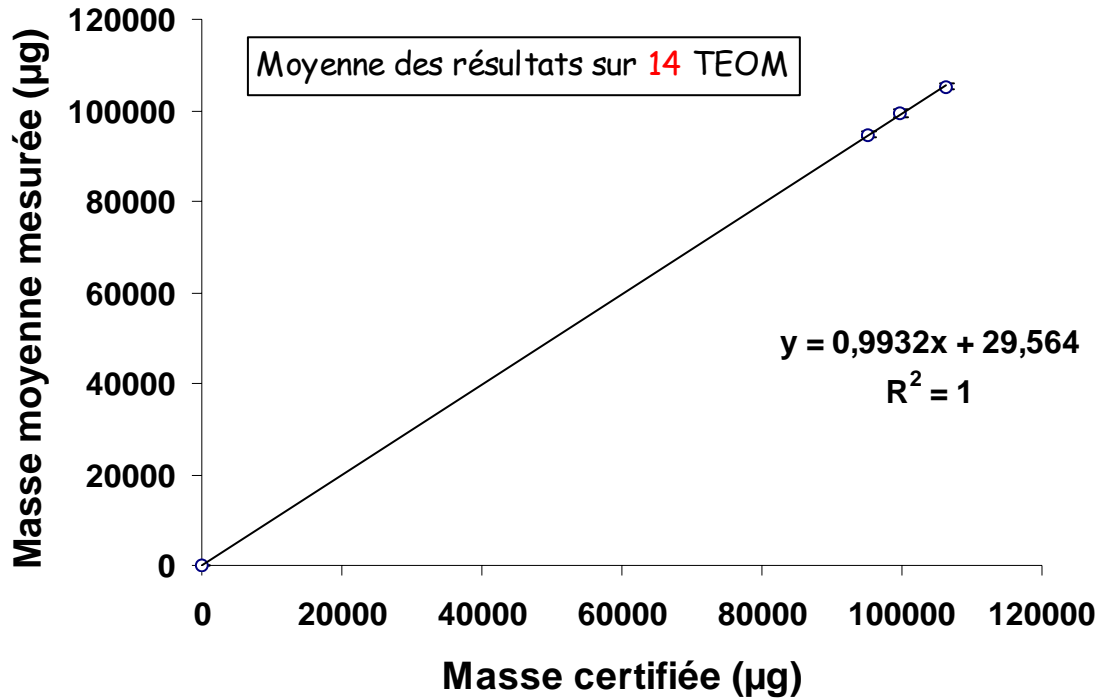
Les résultats de 5 AASQA sont rassemblés en annexe 1 et résumés dans les graphes 5 à 9.



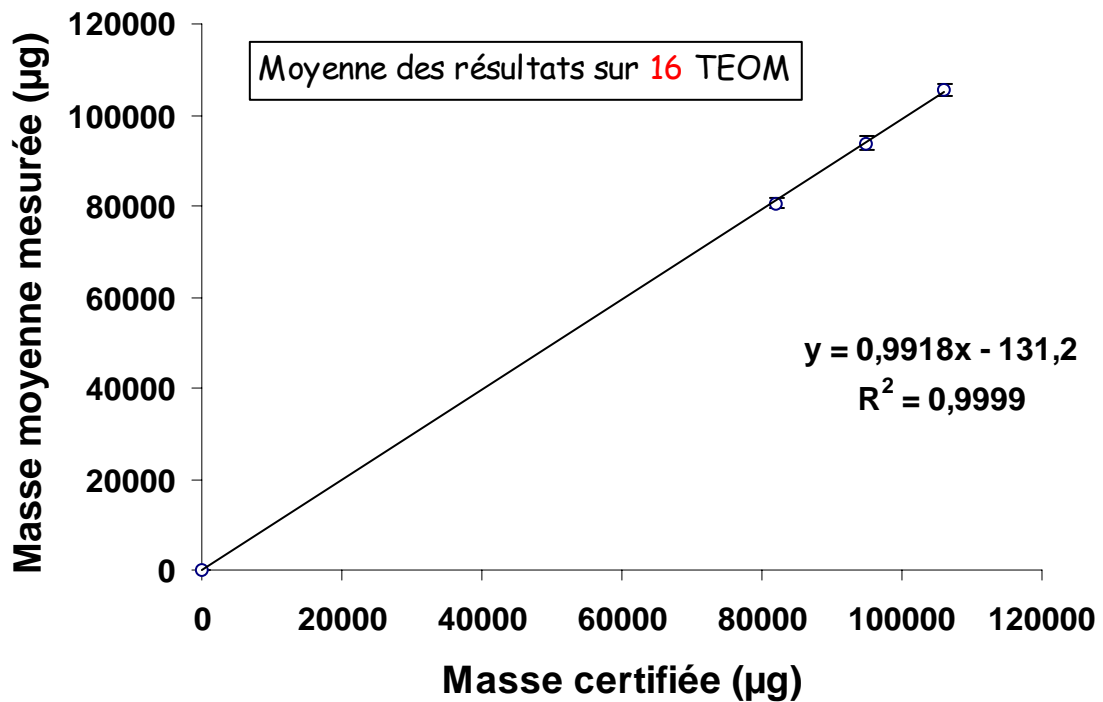
Graph 5: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA MADININAIR



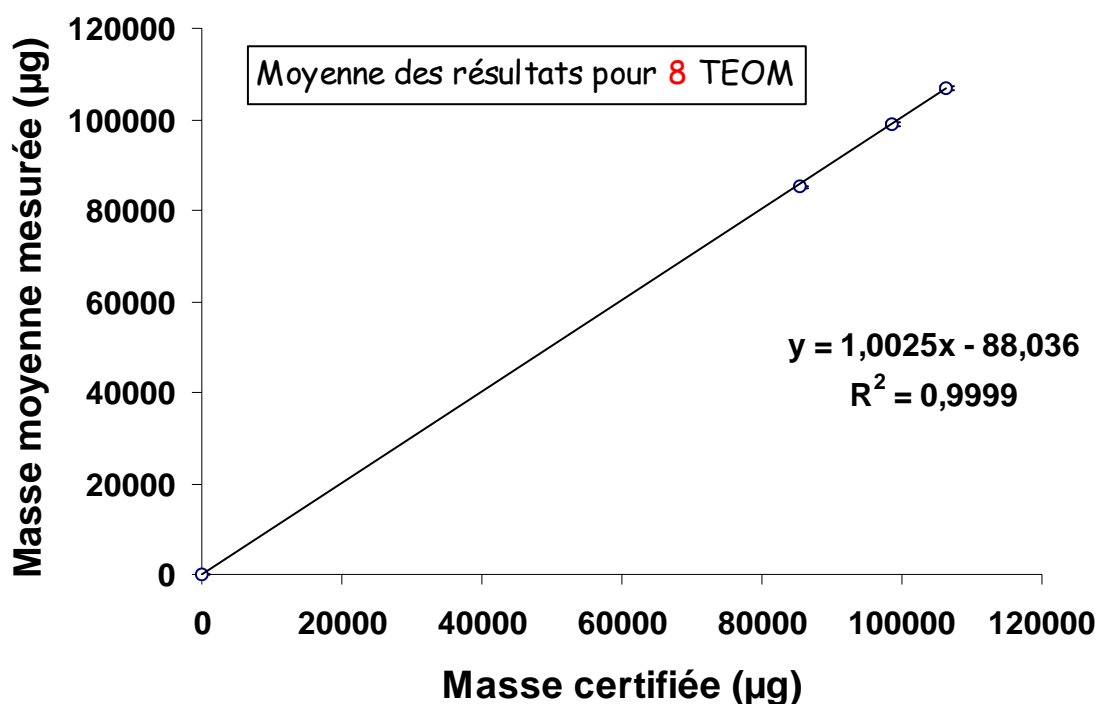
Graph 6: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA ESPOL



Graph 7: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA Atmo Auvergne



Graph 8: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA ASPA



Graph 9: Droite de régression moyenne obtenue pour le contrôle de linéarité des appareils de l'AASQA AIRLOR

Les résultats montrent l'excellente linéarité de la microbalance: le coefficient de détermination R^2 varie de 0,99 à 1, la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression varient respectivement de 0,97 à 1,02 et de $-208 \mu\text{g}$ à $+91 \mu\text{g}$. Dans tous les cas, les spécifications sur la linéarité fixées par l'EMD ont été respectées. Ces critères pourront être plus exigeants dans le futur (ex : coefficient de détermination $R^2 \geq 0,98$, pente de la droite de régression comprise entre 0,980 et 1,030, ordonnée à l'origine de la droite de régression $\leq 200 \mu\text{g}$)

48 TEOM ont été contrôlés sur ce paramètre, soit environ 13% du parc d'analyseurs actuellement en station de mesure.

4. CONCLUSION

En conclusion, la mise à disposition des cales étalon pour vérification du bon réglage des microbalances TEOM sur site met en évidence l'étalonnage correct et de la très bonne linéarité de l'ensemble des appareils contrôlés ainsi que le bon ajustage du débit de prélèvement.

Le comportement de la « chaîne de contrôle » mise en place par l'EMD est pour l'instant satisfaisant. Elle peut donc servir de modèle pour la future chaîne d'étalonnage pour le polluant PM₁₀:

- Utilisation d'un outil de référence au laboratoire niveau 2 (balance de référence raccordée à la référence nationale BNM-COFRAC par l'intermédiaire d'un laboratoire accrédité, selon une périodicité appropriée d'une année par exemple)
- Transfert en station via un ou plusieurs dispositifs portables (cale étalon ou autre), selon une périodicité appropriée (entre 6 et 12 mois par exemple) et selon que l'on souhaite contrôler la justesse de l'étalonnage ou la linéarité de l'appareil
- Contrôle des débits de prélèvement avec des outils appropriés selon une périodicité appropriée. Compte tenu de l'importance de ce paramètre, cette périodicité devrait être dans un premier temps de 3 mois puis pourra être étendue entre 6 et 12 mois par exemple). Il est à noter que le raccordement de ces outils à la référence nationale BNM-COFRAC sera alors nécessaire.

Notre procédure ne prétend pas être la solution en matière de chaîne d'étalonnage. Son application a pour objectif de mettre en évidence un appareil douteux parmi un ensemble d'analyseurs. Dans le cadre de la chaîne d'étalonnage nationale, elle pourrait être utilisée comme moyen de contrôle transversal de la qualité de cette chaîne.

ANNEXE 1

**PROTOCOLE DE CONTRÔLE DES DEBITS ET
DE VERIFICATION DE LA LINEARITE ET DE L'ETALONNAGE D'UNE
MICROBALANCE A VARIATION DE FREQUENCE TEOM
Marque Rupprecht & Pataschnik
Type 1400 AB**

ANNEXE 2

Tableaux de résultats de contrôle de linéarité de microbalance à variation de fréquence TEOM Marque Rupprecht & Pataschnik Type 1400 AB

Résultats de l'ASPA

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8
Réf ₀ (µg)	0,00							
Réf ₁ (µg)	81990							
Réf ₂ (µg)	94830							
Réf ₃ (µg)	106010							
M ₀₋₁ (µg)	0,25	-0,41	-0,23	-0,71	-0,66	-0,03	0,02	0,02
M ₀₋₂ (µg)	-0,05	-1,04	-0,04	-0,14	-0,13	0,07	-0,02	0,06
M ₀₋₃ (µg)	-0,02	-0,05	-0,05	-0,67	-0,53	-0,01	-0,01	0,03
Moyenne M ₀ (µg)	0,06	-0,50	-0,11	-0,51	-0,44	0,01	0,00	0,04
M ₁ (µg)	82365	79406	79772	79669	79575	80385	81049	80876
M ₂ (µg)	95560	91908	92026	92570	92172	93142	96510	93743
M ₃ (µg)	106680	103875	104660	104513	104043	104910	106099	105662
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]								
R ² ≥ 0,95	1	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
Ordonnée à l'origine ≤ 500	-19	-132	-167	-162	-126	-105	-129	-118
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	1,00	0,97	0,98	0,98	0,98	0,99	1	0,99

TEOM n°	9	10	11	12	13	14	15	16
Réf ₀ (µg)	0,00							
Réf ₁ (µg)	81990							
Réf ₂ (µg)	94830							
Réf ₃ (µg)	106010							
M ₀₋₁ (µg)	-0,03	0,08	-0,01	0,00	0,08	-0,02	0,06	0,71
M ₀₋₂ (µg)	0,02	0,07	0,00	-0,03	-0,01	0,70	-0,11	-0,35
M ₀₋₃ (µg)	0,04	0,02	-0,05	-0,01	-0,03	-0,08	-0,14	0,18
Moyenne M ₀ (µg)	0,01	0,06	-0,02	-0,01	0,01	0,20	-0,06	0,18
M ₁ (µg)	80906	80928	80921	82490	80440	82301	79260	79944
M ₂ (µg)	94034	93811	94648	96198	93083	96520	92381	93037
M ₃ (µg)	105631	106111	106186	107647	105512	107674	103890	104860
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]								
R ² ≥ 0,95	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
ordonnée à l'origine ≤ 500	-109	-159	-165	-104	-164	-131	-150	-160
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,99	0,99	0,99	1,01	0,99	1,01	0,98	0,98

Réf₁ (µg) Correspond à la cale étalon n°17

Réf₂ (µg) Correspond à la cale étalon n°22

Réf₃ (µg) Correspond à la cale étalon n°25

Résultats d'Atmo Auvergne

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7
Réf ₀ (µg)	0,00						
Réf ₁ (µg)	95100						
Réf ₂ (µg)	99780						
Réf ₃ (µg)	106300						
M ₀₋₁ (µg)	0,01	-0,01	0,06	-0,01	-0,04	-0,01	0,03
M ₀₋₂ (µg)	0,01	0	0	-0,01	-0,05	-0,01	-0,1
M ₀₋₃ (µg)	0,01	-0,01	0,08	-0,03	-0,03	-0,05	-0,02
Moyenne M ₀ (µg)	0,01	-0,01	0,05	-0,02	-0,04	-0,02	-0,03
M ₁ (µg)	95600	95021	95229	93545	94097	93505	94138
M ₂ (µg)	100250	101393	99815	98603	98490	100480	98970
M ₃ (µg)	106511	106056	106430	104548	105136	104656	104760
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]							
R ² ≥ 0,95	1	0,99	1	1	1	0,99	1
Ordonnée à l'origine ≤ 500	19	23	0,03	4	0,44	11	28
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	1,00	1,00	1,00	0,99	0,99	0,99	0,99

TEOM n°	8	9	10	11	12	13	14
Réf ₀ (µg)	0,00						
Réf ₁ (µg)	95100						
Réf ₂ (µg)	99780						
Réf ₃ (µg)	106300						
M ₀₋₁ (µg)	-0,04	-0,05	-0,05	0,03	-0,09	-0,1	0
M ₀₋₂ (µg)	-0,12	-0,05	-0,06	-0,04	-0,25	-0,1	-0,6
M ₀₋₃ (µg)	-0,03	-0,06	-0,03	-0,17	-0,02	-0,15	-0,05
Moyenne M ₀ (µg)	-0,06	-0,05	-0,05	-0,06	-0,12	-0,12	-0,22
M ₁ (µg)	94221	94897	95577	94567	94677	94774	94603
M ₂ (µg)	98786	98899	98990	99132	99282	99420	99172
M ₃ (µg)	103680	105416	105753	104826	104598	105413	105578
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]							
R ² ≥ 0,95	0,99	1	0,99	0,99	0,99	1	1
Ordonnée à l'origine ≤ 500	91	32	50	49	69	29	8
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,98	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99

Réf₁ (µg) Correspond à la cale étalon n°15

Réf₂ (µg) Correspond à la cale étalon n°14

Réf₃ (µg) Correspond à la cale étalon n°20

Résultats d'AIRLOR

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7	8
Réf ₀ (µg)	0,00							
Réf ₁ (µg)	85460							
Réf ₂ (µg)	98580							
Réf ₃ (µg)	106420							
M ₀₋₁ (µg)	0,14	-0,03	0,09	0,11	0	-0,02	0,01	0,08
M ₀₋₂ (µg)	0,06	-0,02	-0,01	-0,08	0,06	-0,01	0,01	0,09
M ₀₋₃ (µg)	-0,01	0,02	0,3	-0,06	0,09	-0,01	0	0,12
Moyenne M₀ (µg)	0,06	-0,01	0,13	-0,01	0,05	-0,01	0,01	0,10
M ₁ (µg)	84672	84608	85465	85191	85456	85204	85164	84710
M ₂ (µg)	98293	98366	99075	99641	99202	98998	99257	98710
M ₃ (µg)	106116	105992	107183	107031	107335	106727	107348	106866
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]								
R ² ≥ 0,95	1	1	1	0,99	1	1	0,99	0,99
Ordonnée à l'origine ≤ 500	-66	-64	-72	-97	-87	-62	-125	-132
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	0,99	0,99	1,01	1,01	1,01	1,00	1,01	1,00

Réf₁ (µg) Correspond à la cale étalon n°18

Réf₂ (µg) Correspond à la cale étalon n°21

Réf₃ (µg) Correspond à la cale étalon n°26

Résultats de MADININAIR

TEOM n°	1	2	3	4	5	6	7
Réf ₀ (µg)	0,00						
Réf ₁ (µg)	85460						
Réf ₂ (µg)	98560						
Réf ₃ (µg)	106390						
M ₀₋₁ (µg)	-0,4	-0,97	0,8	-0,37	-0,98	-0,16	-0,05
M ₀₋₂ (µg)	-0,62	-1,2	-1,27	-0,74	-0,44	-0,19	-0,32
M ₀₋₃ (µg)	-0,84	-1,4	-1,66	-0,63	-0,5	-0,14	-0,72
Moyenne M₀ (µg)	-0,62	-1,19	-0,71	-0,58	-0,64	-0,16	-0,36
M ₁ (µg)	85387	83728	84125	85788	83868	85079	86253
M ₂ (µg)	99173	97813	98243	99485	97337	98467	100413
M ₃ (µg)	106948	105953	105851	107373	105303	106427	107920
Critères statistiques EMD : Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]							
R ² ≥ 0,95	1	0,99	0,99	1	1	1	0,99
Ordonnée à l'origine ≤ 500	-65	-165	-112	-57	-86	-49	-58
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	1,00	0,99	0,99	1,01	0,99	0,99	1,02

Réf₁ (µg) Correspond à la cale étalon n°18

Réf₂ (µg) Correspond à la cale étalon n°21

Réf₃ (µg) Correspond à la cale étalon n°26

Résultats d'ESPOL

TEOM n°	1	2	3
Réf ₀ (µg)	0,00		
Réf ₁ (µg)	79140		
Réf ₂ (µg)	88743		
Réf ₃ (µg)	105434		
M ₀₋₁ (µg)	-0,1	0,09	-0,1
M ₀₋₂ (µg)	1,99	-0,02	-0,8
M ₀₋₃ (µg)	-0,4	0,08	-0,04
Moyenne M₀ (µg)	0,50	0,05	-0,31
M ₁ (µg)	79029	78505	79178
M ₂ (µg)	89036	88713	89863
M ₃ (µg)	106634	106316	107358
Critères statistiques EMD:			
Y (masse mesurée M) = f [X(masse annoncée Réf)]			
R² ≥ 0,95	0,99	0,99	0,99
Ordonnée à l'origine ≤ 500	-166	-208	-213
0,95 ≤ pente ≤ 1,05	1,01	1,00	1,01

Réf₁ (µg) Correspond à la cale étalon n°19

Réf₂ (µg) Correspond à la cale étalon n°23

Réf₃ (µg) Correspond à la cale étalon n°24



**Mines
de Douai**

941, rue Charles Bourseul - BP 838 - 59508 DOUAI Cedex
Tél. 03 27 71 22 22 - Fax 03 27 71 25 25
mél : mines@ensm-douai.fr - <http://www.ensm-douai.fr>

Imprimé à l'Ecole des Mines de Douai - 59500 DOUAI