



Guide méthodologique pour la surveillance des PM₁₀ et PM_{2,5} par TEOM-FDMS dans l'air ambiant.

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air


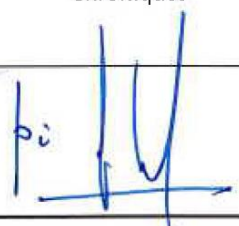
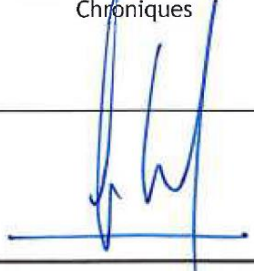
Travaux INERIS

GUIDE METHODOLOGIQUE POUR LA SURVEILLANCE DES PM_{10} ET $PM_{2,5}$ PAR TEOM-FDMS DANS L'AIR AMBIANT.

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

Robin AUJAY

Novembre 2016

	Rédaction	Vérification	Approbation
NOM	Robin AUJAY	Caroline MARCHAND	Marc DURIF
Qualité	Technicien de l'unité CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable de l'Unité CIME Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle CARA Direction des Risques Chroniques
Visa			



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

Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué des laboratoires de Mines Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches à la demande du Ministère chargé de l'environnement, et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique ont été financés par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat (bureau de la qualité de l'air) du Ministère de l'Écologie, du Développement durable et de l'Énergie (MEDDE). 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.

TABLE DES MATIÈRES

GUIDE METHODOLOGIQUE POUR LA SURVEILLANCE DES PM₁₀ ET PM_{2,5} PAR TEOM-FDMS DANS L’AIR AMBIANT.	3
LE LABORATOIRE CENTRAL DE SURVEILLANCE DE LA QUALITE DE L’AIR	4
INTRODUCTION	7
1. FONCTIONNEMENT SUR SITE	8
1.1 Température de l’environnement de travail	8
1.2 Isolation de la ligne de prélèvement.....	8
1.3 Isolation des vibrations	9
1.4 Têtes de prélèvement	9
1.5 Synthèse des entretiens, audits et maintenances	9
1.6 Entretiens	11
1.6.1 Têtes de prélèvements et inserts.....	11
1.6.2 Filtres de collection et purge.....	11
1.6.3 Filtres débitmètres massiques	12
1.7 Audits	13
1.7.1 Dépression du système	13
1.7.2 Bruit d’instrument : « Noise »	13
1.8 Maintenances.....	14
1.8.1 Pompe	14
1.8.2 Vanne.....	14
1.8.3 Purge du Peltier des TEOM-FDMS.....	15
1.8.4 Sécheur.....	16
2. ASSURANCE QUALITE / CONTROLES QUALITE.....	16
2.1 Etalonnage des cartes électroniques	18
2.2 Contrôle et étalonnage des capteurs de température et pression ambiantes	18
2.3 Etanchéité du système	19
2.4 Contrôle et étalonnage des débits.....	20
2.5 Blanc d’instrument	21
2.6 Constante K ₀	23
3. VALIDATION DES DONNEES (TEOM-FDMS TYPE 8500 ET TYPE 1405F-DF)	23
4. CALCUL D’INCERTITUDE	24

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 PM₁₀ et PM_{2,5} 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 rappeler les exigences minimales en matière de contrôles et assurances qualités (AQ/CQ) 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 AQ/CQ définis dans ce guide, en concertation avec les AASQA, respectent les exigences de la norme pr_NF EN 16450 «Air ambiant – Systèmes automatisés de mesurage de la concentration de matière particulaire (PM₁₀ ; PM_{2,5}) » élaborée par le comité technique CEN/TC 264 et actuellement à l'état de projet dont la publication est prévue pour la fin d'année 2016, début d'année 2017.

Il incombe à chaque AASQA de mettre en œuvre ces critères AQ/CQ et ces exigences selon la périodicité indiquée, de les documenter et de mettre en place les actions correctives adéquates en cas de non-respect des exigences minimales.

De son côté, 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/ou de son site internet. Dans l'ensemble du guide, sauf mention contraire, les exigences en matière de contrôle et d'assurance qualité indiquées concernent tous les types de TEOM-FDMS (i.e. type 8500, 1405F et 1405DF).

1. FONCTIONNEMENT SUR SITE

1.1 Température de l'environnement de travail

La température de l'environnement de travail impacte autant la bonne régulation en température au sein de la microbalance que le fonctionnement du sécheur. Il est donc conseillé de maintenir la température de travail entre 8°C et 25°C tel que préconisé par le constructeur¹.

Il est recommandé de **veiller à ce que les variations de température dans la station ne dépassent pas 2°C par heure afin d'assurer une bonne régulation en température au sein de la microbalance et un bon fonctionnement du sécheur.** Le retour d'expérience des AASQA démontre que l'utilisation d'une climatisation réversible seule ou en mode froid avec l'appoint d'un radiateur associé à un thermostat déporté permet une bonne régulation de la température de la station.

Le maintien de la température de travail entre 8°C et 25°C garantit que le TEOM-FDMS fonctionne dans les conditions de la démonstration d'équivalence.

1.2 Isolation de la ligne de prélèvement

Il est nécessaire d'installer l'instrument hors de tout flux d'air (i.e. 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 en climat tropical, il est également recommandé d'installer un « bocal à condensation » sur la ligne du flux auxiliaire.

¹ A noter que cette plage de température est celle sur laquelle le TEOM-FDMS a été testé et validé lors des travaux de démonstration d'équivalence menés par le TÜV.

1.3 Isolation des vibrations

Le bon fonctionnement du TEOM-FDMS requiert une protection adéquate de l'instrument contre toute vibration de type mécanique.

Celles-ci peuvent, entre-autres, provenir de la pompe par propagation à travers les tuyaux assurant la partie fluide pour lesquels, si tel est le cas, une longueur de 2 mètres minimum est requise. L'utilisation d'une pompe à palettes peut permettre de s'affranchir de cette contrainte. Les tuyaux assurant la partie fluide doivent être fixés indépendamment de l'instrument (i.e. pas de contact direct entre les tuyaux et l'instrument). Le corps de pompe peut, lui-même, être source de vibrations. On peut alors isoler mécaniquement la pompe par ajout d'une plaque antivibratoire en dessous de celle-ci.

La mise en place d'un raccord souple entre la ligne d'échantillonnage et l'instrument limite les vibrations pouvant provenir de la tête de prélèvement par propagation de celles-ci à travers le tube.

L'installation de l'instrument sur des plans de travail dont les pieds sont équipés de système antivibratoire peut limiter l'effet des vibrations.

Une vigilance est à avoir lors de l'installation de l'instrument dans un abri ou dans une station mobile. Une installation au centre de l'abri si celui-ci possède un plancher et/ou un plafond propice à la propagation de vibrations (e.g. abri en tôle) peut en réduire leur effet. De même, la mise en place sur un plan de travail équipé de pieds antivibratoires, d'une plaque antivibratoire sous la pompe ou son déport hors du moyen d'essai mobile peut limiter les vibrations.

1.4 Têtes de prélèvement

Il est recommandé d'utiliser des têtes de prélèvement à chevrons qui limitent l'intrusion d'eau sous forme liquide dans la ligne de prélèvement et dans l'instrument. Notamment dans des environnements soumis à des pluies rasantes ou à d'intenses dépressions orageuses (e.g. bord de mer, DOM-TOM et/ou zone montagneuse).

1.5 Synthèse des entretiens, audits et maintenances

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

Tableau 1 : Synthèse des entretiens, audits et maintenances

Entretiens /audits/maintenance	Fréquence	Exigences minimales à satisfaire/ recommandations		Paragraphe
		8500	1405F-DF	
Nettoyage tête de prélèvement et inserts	Tous les 3 mois			1.6.1
Remplacement filtre de collection et purge	Selon critères	Charge du filtre de collection Recommandation $\leq 85\%$	Charge du filtre de collection Recommandation $\leq 60\%$	1.6.2
Remplacement filtres des débitmètres massiques	Selon site	Minimum tous les 6 mois		1.6.3
Dépression du système	A chaque passage sur site	$\leq - 20$ pouces de Hg (8500)	$\leq 0,34 \pm 0,01$ atm	1.7.1
Bruit d'instrument	A chaque validation des données	Paramètre "noise" $\leq 0,005$	Paramètre "noise" $\leq 0,010$	1.7.2
Pompe	Préventif	$\leq - 20$ pouces de Hg (8500)	$\leq 0,34 \pm 0,01$ atm	1.8.1
Vanne	Préventif/curatif			1.8.2
Purge Peltier	Préventif/curatif	Recommandation une fois par an		1.8.3
Sécheur du module FDMS	Selon point de rosée échantillon	Point de rosée échantillons $< -4^{\circ}\text{C}$		1.8.4
Test de stabilité de la fréquence	A réception ou après réparation de la microbalance	Selon documentation fabricant		1.7.3

1.6 Entretien

1.6.1 Têtes de prélèvements et inserts

Un nettoyage tous les 3 mois minimum de ces éléments est indispensable pour garantir leur bonne efficacité. Ils doivent être propres, secs et exempts de corps étrangers. Cette périodicité devra être réduite et adaptée sur les sites à fort empoussièrément.

1.6.2 Filtres de collection et purge.

Le tableau 2 présente les seuils recommandés pour le changement des filtres de collection.

Tableau 2 : seuils recommandés pour le changement des filtres de collection.

Critère d'action	TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F, DF
Changement filtre de collection	≥ 85%	≥ 60%

Un changement mensuel du filtre de collection est vivement conseillé par le constructeur. Un autre seuil de charge de filtre, cependant, peut être défini par l'utilisateur selon sa propre expérience et expertise.

De même, il convient de changer systématiquement le filtre de purge lors de chaque changement du filtre de collection. Cependant, une autre fréquence peut être définie par l'utilisateur selon sa propre expérience et expertise.

Pour tout type de TEOM-FDMS, Il est conseillé de pré-conditionner le filtre de collection vierge en disposant celui-ci à l'intérieur de la microbalance, lors de la session de mesure précédente, aux emplacements prévus à cet effet.

Lors de la mise en place du filtre de collection, il est conseillé d'installer le filtre neuf pré-conditionné en deux temps :

- 1) installer le filtre de collection neuf et refermer la microbalance,
- 2) attendre environ 5 minutes puis vérifier la bonne installation du filtre en exerçant de nouveau une légère pression en surface à l'aide de la pince dédiée à la manipulation des filtres de collection.

***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.*

Concernant le changement du filtre de purge :

_ pour les TEOM FDMS type 8500, afin de limiter le risque d'entrée de l'humidité à l'intérieur du circuit d'air et de réduire les temps de redémarrage consécutifs aux changements de filtre de purge, il est recommandé de :

Préparer à l'avance un filtre de purge neuf inséré dans un porte-filtre. Le protéger de la poussière (e.g. papier d'aluminium) s'il n'est pas préparé sur site. Ne pas toucher le filtre de purge avec les doigts ; utiliser une paire de pinces propre et/ou des gants non poudrés,

1. Forcer le TEOM-FDMS en mode "BASE" en tapant « Data stop », taper 14 ENTER puis F8.
2. Ouvrir la trappe du filtre de purge, enlever l'ancien filtre (avec son porte-filtre), mettre le nouveau filtre et refermer la trappe dans un délai le plus rapide possible.

_ pour les TEOM-FDMS 1405F et DF, le changement simultané des filtres de collection et de purge doit être effectué en utilisant le « Menu Service/Maintenance/ReplaceTEOM Filters ». Les étapes 1 et 3 sont applicables aux TEOM-FDMS 1405F et DF. Les étapes 2 et 4 sont automatiquement gérées par le menu cité précédemment.

1.6.3 Filtres débitmètres massiques

Les filtres de protection (dit « haute capacité ») des débitmètres massiques des voies principale (Main Flow) et auxiliaire (Bypass Flow) garantissent l'intégrité et les performances de ces derniers. Ce, afin d'assurer une bonne régulation des débits, donc une coupure granulométrique adéquate au niveau de la tête de prélèvement. Le changement de ces filtres doit donc être effectué au minimum tous les 6 mois. Cette périodicité devra être réduite et adaptée sur les sites à fort empoussièrement. De même, elle peut être allongée pour le filtre de protection « Main Flow » par l'utilisateur selon sa propre expérience et expertise. Celui-ci subit en effet beaucoup de contraintes en termes d'usure dû à un passage d'un débit plus faible i.e. 3 lpm contre 16,7 lpm pour le « Bypass Flow ».

1.7 Audits

1.7.1 Dépression du système

Le tableau 3 recense les recommandations minimales à satisfaire pour assurer le bon fonctionnement des sécheurs des TEOM-FDMS.

Tableau 3 : seuils recommandés pour la dépression du système des TEOM-FDMS.

Critère d'action	TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F, DF
Dépression du système	≤ -20 inHg	≤ 0,33 atm

Une **dépression d'au moins 20 pouces de mercure** (inch Hg) est recommandée pour une bonne efficacité des sécheurs (TEOM-FDMS type 8500). Un manomètre indicateur placé entre la pompe et la sortie « outlet » du module FDMS peut être un outil de visualisation en station. Ce paramètre doit être surveillé en routine (via un capteur de pression raccordé au système d'acquisition de la station) ou, au minimum, à chaque passage en station.

Pour les TEOM-FDMS 1405F et DF, la valeur recommandée pour la **dépression du système est de 0,33² atm maximum**. Cette valeur est indiquée dans le menu « System Status » à la ligne « Vacuum pump pressure ».

A noter que ces seuils peuvent différer selon l'expertise de l'utilisateur ou selon la situation géographique de la station (e.g. station en altitude).

1.7.2 Bruit d'instrument : « Noise »

Le tableau 4 recense les valeurs recommandées pour le paramètre bruit des TEOM-FDMS

Tableau 4 : seuils recommandés pour le paramètre bruit

Critère d'action	
« noise »	≤ 0,100 après une demi-heure de fonctionnement en « mode 4 » (8500C) ou « fully opérationnal » (1405F, DF)

La stabilité de la microbalance du TEOM-FDMS est indispensable au bon fonctionnement du TEOM-FDMS. Le paramètre « noise est représentatif de la stabilité de l'instrument.

Un **seuil maximal de 0,100** après une demi-heure de fonctionnement nominal est requis pour les TEOM-FDMS.

² recommandation du constructeur

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 i.e. forme de créneaux entre mode BASE et REFERENCE, avec fréquence mode BASE légèrement décroissante (correspondant à une accumulation de masse) et non satisfaisante i.e. mesures hachées.

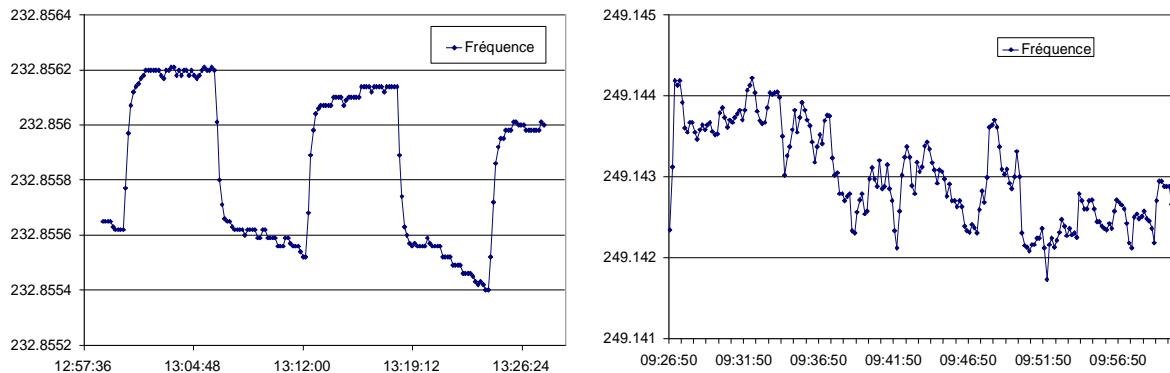


Figure 1 : Exemples de fréquence satisfaisante (figure de gauche) et non satisfaisante (figure de droite)

1.8 Maintenances

1.8.1 Pompe

La pompe d'un TEOM-FDMS garantit la mise en dépression du système ainsi que le bon fonctionnement du circuit fluide. Celle-ci doit être maintenue en bon état de fonctionnement et sa maintenance effectuée de manière préventive en surveillant la dépression du système (paragraphe 1.7.1). La fréquence de la maintenance préventive est à définir selon le type de pompe utilisée (e.g. 6 mois en moyenne constatée pour les pompes à piston oscillant type Thomas, un an pour les pompes à palettes Busch ou Becker voire deux ans pour certaines pompes à piston oscillant Gast). Il s'agit là de fréquences de maintenance indicatives selon ce qui a été constaté par les utilisateurs. Il convient donc de les faire évoluer selon son propre retour d'expérience et suivre régulièrement la valeur de la dépression du système.

1.8.2 Vanne

La vanne se situant entre le sécheur et la microbalance permet la permutation entre les modes BASE et REFERENCE. L'encrassement et l'usure des bandes en Téflon de celle-ci peuvent-être à l'origine du frottement des pièces métalliques entre elles lors de la permutation de la vanne. Cela provoque la génération de particules dans le circuit fluide pouvant engendrer une surestimation de la mesure des PM dans l'air ambiant par leur dépôt sur le filtre de collection. 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 Téflon.

1.8.3 Purge du Peltier des TEOM-FDMS

Le tableau 5 présente les utilitaires nécessaires à la réalisation de la purge du Peltier des TEOM-FDMS. Le constructeur recommande de la réaliser au moins une fois par an.

Tableau 5 : utilitaires pour réaliser la purge du Peltier des TEOM-FDMS

Recommandation	TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F-DF
Une fois par an	Kit spécifique 8500 + Logiciel utilitaire 8500 utility	Kit spécifique 1405 + Menu Service/Maintenance/Clean coolers

Le filtre de purge du module FDMS, garantissant un air « zéro » pour la mesure en mode REFERENCE est refroidi à 4° C par effet Peltier.

Il est possible, dans certains cas (e.g. joint fendu, givre suite à problème de thermistance, absence de pâte thermique...), que le bloc porte-filtre présente des traces d'humidité. L'humidité présente au niveau du bloc porte-filtre s'introduit alors dans le circuit de purge et biaise la mesure en mode REFERENCE induisant une surestimation de la concentration REFERENCE et donc de la concentration totale calculée par l'instrument. En effet, celle-ci est la résultante des mesures effectives de la concentration en mode BASE et de celle en mode REFERENCE.

Une périodicité annuelle est recommandée par le constructeur. Cette fréquence peut être adaptée en fonction de l'expertise et du retour d'expérience de l'utilisateur.

Pour les TEOM-FDMS type 8500, utiliser la procédure et l'utilitaire fourni par le constructeur.

Pour les TEOM-FDMS type 1405F-DF, « utiliser le Menu Service/Maintenance/Clean coolers ».

A noter que pour chaque type de TEOM-FDMS, le kit lui est spécifique.

1.8.4 Sécheur

Les sécheurs 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 d'intégrer le suivi de la température du point de rosée échantillon lors de la validation des données³ et de mettre en place les actions nécessaires selon les seuils définis dans le tableau 6 :

Tableau 6 : 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). Les sécheurs neufs/reconditionnés arrivant du fournisseur devraient avoir un Sample Dew point < -15 °C d'après la résolution interne de la CS PM d'octobre 2015.

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.

2. ASSURANCE QUALITE / CONTROLES QUALITE

Le tableau 7 présente les contrôles métrologiques et étalonnages 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.

³ Guide de validation des données de mesures automatiques (décembre 2015)

Tableau 7 : Récapitulatif des critères et contrôles AQ/CQ à appliquer aux TEOM-FDMS

Contrôles / Etalonnages	Fréquence	Lieu de réalisation Lab/site	Exigences minimales à satisfaire	Spécificité de l'étalon*	Paragraphe
Cartes électroniques	1 an	L/S	Réglage systématique	Résolution de l'affichage 1 mV	2.1
Contrôle des capteurs de température, pression et humidité relative	3 mois	S	± 2 °C ± 1 kPa ± 5 % HR		2.2
Etalonnage des capteurs de température, pression et humidité relative	1 an	L/S		1,5 °C 0,5 kPa 3 % HR	2.2
Etanchéité du système (i.e. test de fuite)	1 an	S	Augmentation du débit < 0,03l/min après application de la méthode des 10%	Résolution 0,01 l/min ± 2%	2.3
Contrôle débit	3 mois	S	± 5%	2 %	2.4
Etalonnage débit	1 an	L/S		1 %	
Blanc d'instrument	1 an	L/S	± 3 µg/m ³	-	2.5
Constante K ₀	1 an	L/S	K ₀ étalon - K ₀ ≤ 3%	-	2.6

*niveau de confiance : 95%, k=2

2.1 Etalonnage des cartes électroniques

Un étalonnage de la carte électronique « Analog outputs » selon le mode opératoire préconisé par le constructeur doit être réalisé au moins une fois par an et à réception d'un appareil neuf.

En cas d'écart supérieur à 3% lors de la vérification de la constante K0, il est nécessaire d'effectuer également l'étalonnage de la carte électronique de la microbalance.

2.2 Contrôle et étalonnage des capteurs de température et pression ambiantes

L'étalonnage de ces capteurs nécessite impérativement d'être précédé de l'étalonnage de la carte analogique.

Le contrôle et l'étalonnage se font avec un instrument en fonctionnement nominal.

Le tableau 8 indique le processus à utiliser avec chaque type de TEOM-FDMS pour réaliser le contrôle et étalonnage des capteurs de température et pression.

Tableau 8 : méthode de réalisation des contrôles et étalonnages des capteurs de température et pression

Vérification	TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F-DF
Contrôle	« menu step screen/ setup Temp/flows ». Vérifier les valeurs de T et P indiquées.	Utiliser le Menu Service/Verification/Instrument audit ou menu Service/Advanced/Test/FDMS valve
Etalonnage	Ajuster avec les potentiomètres adéquats	Ajuster en tapant la valeur dans le Menu Service/Calibration/Ambient calibration

Les capteurs de température et de pression atmosphérique ainsi que d'hygrométrie relative doivent être contrôlés tous les 3 mois et étalonnés au moins une fois par an selon la procédure du constructeur en utilisant des étalons de transfert. Ceux-ci doivent être raccordés aux étalons (inter)-nationaux de référence. Ces étalons de transfert doivent répondre aux spécifications d'incertitude présentées dans le tableau 7 (niveau de confiance : 95 %).

Si, sur site, les capteurs ne sont pas directement accessibles pour leur contrôle, il peut alors être réalisé un contrôle annuel en plaçant l'instrument dans une enceinte de laboratoire à température et humidité relative constantes, en comparant leurs relevés (après stabilisation) à ceux obtenus avec les étalons de référence.

Des travaux 2016 du LCSQA porteront sur la définition des capteurs à contrôler et étalonner systématiquement. Ceux-ci permettront, de plus, l'établissement de modes opératoires relatifs au contrôle et l'étalonnage de ces capteurs.

2.3 Etanchéité du système

Le test de fuite du système doit être réalisé à chaque installation d'appareil ou maintenance du circuit fluidique. Le tableau 9 indique le processus à mener pour chaque type de TEOM-FDMS pour réaliser ce test.

Tableau 9 : test de fuite selon le type de TEOM-FDMS.

TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F-DF
A réaliser sur voie BASE et REFERENCE	Utiliser le Menu Service/Advanced/Test FDMS valve/Test
Forcer le TEOM-FDMS en mode "BASE" en tapant « Data stop », taper 14 ENTER puis F8.	
Faire le test	
Forcer le TEOM-FDMS en mode "REFERENCE" en tapant « Data stop », taper 14 ENTER puis F8. Couper aussi l'alimentation électrique du module	
Allumer le module FDMS puis relancer la mesure en tapant sur « RUN »	

Deux méthodes coexistent : « La méthode des 10% » dite basse pression (recommandation NF EN 16450⁴), développée par le revendeur permet de détecter d'éventuelles micro-fuites. La méthode utilisée jusque lors consiste à mettre le système « sous vide » par obturation de la ligne d'échantillonnage à l'aide de l'adaptateur de débit.

Toute autre méthode employée pour réaliser le test de fuite peut être utilisée tant que son efficacité est similaire par rapport aux méthodes actuellement employées.

Compte tenu des retours d'expérience des AASQA et du LCSQA sur l'occurrence des fuites des TEOM-FDMS, il est conseillé, à l'installation d'un nouvel appareil, de réaliser ce test trimestriellement durant la première année d'utilisation. En l'absence de fuite la première année d'utilisation, la périodicité du contrôle pourrait alors être étendue à un an, conformément à l'exigence de la norme.

⁴ Vote formel prévu fin 2016. Sortie prévisionnelle de la norme premier trimestre 2017.

2.4 Contrôle et étalonnage des débits

Le tableau 10 indique le processus à mener pour chaque type de TEOM-FDMS pour mener les opérations de contrôle et d'étalonnage des débits.

Tableau 10 : processus à utiliser pour réaliser le contrôle et étalonnage des débits

Vérification	TEOM-FDMS 8500	TEOM-FDMS 1405F-DF
Contrôle	« menu step screen/ setup Temp/flows ». Ajuster les débits avec les coefficients FADJ Main et FADJ Aux. Dans le cas où un ou les deux débits sont hors critère ou s'il a fallu modifier les coefficients FADJ de plus de 10%, il est nécessaire de procéder à un étalonnage des débits.	Utiliser le menu Service/Vérification/ Flow audit. Dans le cas où un ou les deux débits sont hors critère, il est nécessaire de procéder à un étalonnage des débits. Pour cela, les ajuster à partir du menu Service/Calibration/Flow Calibration.
Etalonnage	Utiliser les potentiomètres adéquats sur la carte électronique gérant les débits pour ajuster ceux-ci lors de l'étalonnage annuel.	Ajuster en tapant la valeur dans le Menu Service/Calibration/Flow calibration.

L'étalonnage des débits doit être effectué **uniquement** après avoir réalisé ceux de la carte analogique ainsi que de la sonde de température et pression, selon la procédure du constructeur.

Sur les TEOM-FDMS type 8500, il s'agira d'agir physiquement via l'ajustage des potentiomètres des cartes électroniques gérant les régulateurs de débitmètres massiques.

Pour les TEOM-FDMS type 1405F et DF, les nouvelles valeurs sont introduites via le logiciel interne en tapant celles-ci au clavier dans le menu dédié Menu Service/Calibration/Flow calibration.

Pour réaliser ces tests, il faut utiliser un débitmètre de transfert Celui-ci doit être raccordé aux étalons (inter)-nationaux de référence. Cet étalon de transfert doit répondre aux spécifications d'incertitude présentées dans le tableau 7 (niveau de confiance : 95 %).

L'incertitude relative élargie du débitmètre étalon de transfert ($k=2$) doit être $\leq 2,0\%$ pour les contrôles et $\leq 1,0\%$ pour les étalonnages.

Les contrôles et étalonnages de débit doivent inclure toute la ligne d'échantillonnage des TEOM-FDMS, dont le Flow-splitter et l'insert $PM_{2,5}$ inclus le cas échéant.

Tous les capteurs (i.e. température et pression) doivent fonctionner pendant l'étalonnage des débits. L'instrument est en mode de fonctionnement nominal durant ces opérations.

En pratique, cet étalonnage est à réaliser sur les débits « Auxiliary Flow » et sur le débit principal « Main Flow » du TEOM-FDMS à leur point de consigne habituel d'utilisation. 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 réalisé 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 ».

Il est recommandé de ne pas utiliser de débitmètres à piston pour ces opérations, leur principe de mesure par la perte de charge créée pouvant fausser les mesures.

Lorsque le critère de contrôle du débit sur site ($\pm 5\%$) est dépassé et si son résultat est compris entre $\pm 5\%$ et $\pm 10\%$, l'instrument doit être ramené dans les conditions normales de fonctionnement ($< 5\%$).

Les données acquises entre les deux derniers contrôles font l'objet d'une étude statistique documentée permettant de valider ou non celles-ci.

A son issue, les données sont soit validées soit invalidées. Les données invalidées sont celles impactées par un problème technique lorsque le critère de $\pm 10\%$ n'est pas respecté.

2.5 Blanc d'instrument

La vérification du blanc (ou zéro) d'instrument constitue un moyen simple de s'assurer du bon fonctionnement du TEOM-FDMS.

La norme prévoit que ce test peut se faire en laboratoire ou sur site. Compte-tenu de certains retours d'expérience d'utilisateurs, des différences entre un test en laboratoire et sur site peuvent être notées. Ainsi, il est conseillé de réaliser cette vérification sur site. En effet, les caractéristiques environnementales peuvent influencer le résultat de ce contrôle. C'est pourquoi, le blanc d'instrument doit impérativement être réalisé avec **de l'air ambiant extérieur** et représentatif des conditions usuelles de fonctionnement.

Cette vérification doit être réalisée à chaque installation initiale de l'instrument, après tout remplacement du sécheur et, en routine, une fois par an (contrôle annuel).

Pour ce faire, après **changement préalablement 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 μ m ou équivalent.

Une autre solution, afin de limiter l'impact des conditions météorologiques, 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 (e.g. Armaflex) 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 la conservation de la coupure initiale de la tête de prélèvement, PM₁₀ ou PM_{2,5}.



Photo 1 : Réalisation d'un blanc d'instrument

Compte-tenu de la sensibilité des TEOM-FDMS à l'humidité, notamment avec le filtre « haute capacité » en tête de ligne il est conseillé d'effectuer la vérification du blanc en dehors de fortes périodes de pluies.

Le mode opératoire fourni par le constructeur indique :

- 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 « REFERENCE Mass Conc ») correspondant aux 8 dernières heures de fonctionnement avec le filtre « haute capacité » en tête de ligne ou solution annexe (montage photo 1).

Ces durées garantissent assurément la réussite de ce test. Cependant, un temps de stabilisation plus court que la durée indiquée ci-dessus peuvent être mis en œuvre par l'utilisateur selon son expertise et retour d'expérience tant que le résultat respecte les critères ci-dessous.

Un blanc d'instrument sera jugé conforme si les moyennes étudiées sur **les trois types** de concentration (Mass conc, BASE Mass Conc et REFERENCE Mass Conc) 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.

Afin d'intégrer la composante « zéro » dans le calcul d'incertitudes, lors du contrôle sur site du blanc d'instrument (critère $\pm 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$), si le critère de contrôle est dépassé et est compris entre $\pm 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et $\pm 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, l'instrument doit être ramené dans les conditions normales de fonctionnement ($\pm 3 \mu\text{g}/\text{m}^3$).

Les données acquises entre les deux derniers contrôles font alors l'objet d'une étude statistique documentée.

A son issue, les données sont soit validées soit invalidées. Les données invalidées sont celles impactées par un problème technique lorsque le critère de $\pm 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ n'est pas respecté.

Cette règle s'applique autant sur la mesure totale des particules qu'aux parties volatiles et non volatiles des TEOM-FDMS (i.e. Mass Conc, BASE Mass Conc et REFERENCE Mass Conc).

2.6 Constante K_0

La vérification de la microbalance consiste à comparer 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.

3. VALIDATION DES DONNEES (TEOM-FDMS TYPE 8500 ET TYPE 1405F-DF)

Des mesures quart-horaires de certains paramètres peuvent aider à la validation technique des données, notamment :

- 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 », théoriquement positive
- la « Réf Mass Conc » (code PRC 104) : moyenne horaire glissante rafraîchie toutes les 6 minutes des mesures en mode « Référence », théoriquement négative ou nulle ;
- bonne régulation des températures « Air Tube Temp », « Case Temp » et « Cap TEMP » (i.e. $30 \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$) et celle du Peltier qui doit être bien régulée

autour des $4 \pm 0,1$ °C . A noter qu'une alarme ne se déclenche que si l'écart par rapport à la consigne est $\geq 0,5$ °C,

- ...

En cas de doute sur les précédents paramètres, on peut également regarder le profil temporel de la « Mass Conc » (code PRC 8). On peut également regarder le profil de la température de point de rosée ambiant (code PRC 114) par comparaison à celui du point de rosée échantillon, ...

4. 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 mesure⁵.

Le tableau 11 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 11 : 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_0
Ecart de linéarité
Temps de prélèvement
Débit de prélèvement
Etalonnage du système d'acquisition
Reproductibilité sur site

Il est à noter que le modèle de calcul des incertitudes et que la norme jusque lors utilisés vont faire l'objet d'une révision en 2016.

La nouvelle norme résultant de ce travail de révision devra être appliquée lors de sa publication.

⁵ 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