



Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



EXPERTISE TECHNIQUE DE PRELEVEURS SEQUENTIELS A BAS DEBIT POUR LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

François MATHE

Avec la collaboration technique de Benoît HERBIN

Novembre 2009

Version finale



PREAMBULE

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

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

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

ECOLE DES MINES DE DOUAI
DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

**EXPERTISE TECHNIQUE DE PRELEVEURS SEQUENTIELS
A BAS DEBIT POUR LES PARTICULES EN SUSPENSION
DANS L'AIR AMBIANT**

François MATHE

Avec la collaboration technique de Benoît HERBIN

Convention : 0005987

Novembre 2009

SOMMAIRE

RESUME DE L'ETUDE EMD 2009	2
1 OBJECTIFS	4
2 TRAVAUX REALISES	5
3 MOYENS MIS EN OEUVRE	5
3.1 LE PRELEVEUR SEQUENTIEL SUR FILTRES PARTISOL 2025 DE THERMO R&P	6
3.2 LE PRELEVEUR SEQUENTIEL SEQ 47/50 DE LECKEL.....	7
3.3 LE PRELEVEUR SEQUENTIEL HYDRA DUAL SAMPLER DE FAI	11
3.4 LE PRELEVEUR SEQUENTIEL SUR FILTRES DA80 DE DIGITEL	15
4 TRAVAUX REALISES	18
4.1 COMPARAISON ENTRE LE PRELEVEUR LECKEL ET LE PRELEVEUR PARTISOL PLUS18	
4.2 COMPARAISON ENTRE LE PRELEVEUR HYDRA DUAL SAMPLER ET LE PRELEVEUR PARTISOL PLUS.....	19
4.3 COMPARAISON ENTRE LE PRELEVEUR HYDRA DUAL SAMPLER ET LE PRELEVEUR LECKEL.....	20
4.4 COMPARAISON ENTRE LES DEUX VOIES DU PRELEVEUR HYDRA DUAL SAMPLER...21	
5 CONCLUSION	23
6 ANNEXES	24

RESUME DE L'ETUDE EMD 2009

EXPERTISE TECHNIQUE DE PRELEVEURS SEQUENTIELS A BAS DEBIT POUR LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

François MATHE
francois.mathe@mines-douai.fr ☎ 03 27 71 26 10

I. Présentation des travaux

A l'heure actuelle, 2 types de préleveurs séquentiels sur filtres sont utilisés dans le dispositif national de surveillance de la qualité de l'air pour le prélèvement et l'analyse des particules en suspension: il s'agit du préleveur à haut débit DA80 de la marque suisse DIGITEL et de l'échantillonneur Partisol Plus de Thermo R&P qui fonctionne à bas débit. Ce dernier est majoritairement utilisé en AASQA, notamment dans le cadre de la mesure des métaux lourds dans les PM₁₀. Il utilise la tête de prélèvement US PM₁₀ nécessitant un débit de 1 m³.h⁻¹.

La révision en cours des normes (EN 12341 pour les PM₁₀ et EN 14907 pour les PM_{2.5}) va privilégier le prélèvement à 2,3 m³.h⁻¹. avec la tête normalisée européenne.

Les préleveurs fonctionnant à ce débit vont donc intéresser les AASQA dans le cadre de leurs études, compte tenu des caractéristiques affichées par les fabricants : débit de prélèvement à 2,3 m³.h⁻¹ permettant la collecte d'une quantité de matière intéressante sur le plan de la pesée et de l'analyse, autonomie de fonctionnement, facilité de mise en œuvre, possibilité d'utiliser des supports filtrants de type membrane sans risque de colmatage, coût moindre par rapport aux appareils actuellement utilisés

2 appareils de ce type ont été identifiés: Le SEQ 47/50 de la marque allemande LECKEL et l'Hydra Dual Sampler de la marque italienne FAI Instruments. Ces nouveaux préleveurs séquentiels à bas ou moyen volume de particules dans l'air ambiant sont équipés de têtes de prélèvement échantillonnant sur filtre de diamètre 47 mm à un débit de prélèvement de 2,3 m³.h⁻¹, permettant de prélever une quantité de matière plus importante en vue d'une analyse chimique. Les têtes fournies sont conformes aux normes EN 12341 et 14907 largement utilisées par certains pays comme l'Allemagne.

L'étude a pour but de présenter ces appareils et de les tester sur le terrain pour la mesure des PM_{2.5}, en comparaison avec l'appareil à bas débit majoritairement utilisé en AASQA (Le Partisol Plus).

II. Principaux résultats obtenus

L'appareil allemand Leckel SEQ 47/50 est reconnu comme préleveur de référence et a été utilisé dans la majorité des études menées par les organismes européens sur la thématique des particules en suspension dans l'air ambiant. Si il n'est pas distribué pour le moment sur le sol français (ce qui peut être problématique sur le plan du

Service Après Vente), son coût d'achat est moindre par rapport au Partisol Plus. Cet appareil se distingue par sa robustesse et sa simplicité d'installation et d'exploitation. L'éventuel point délicat concerne les outils de vérification de la conformité de débit car les gammes de débitmètres usuels ne couvrent forcément pas la valeur de $38,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$. Les résultats obtenus en comparaison en $\text{PM}_{2.5}$ avec le préleveur à bas volume usuellement utilisé en AASQA (Partisol Plus) sont satisfaisants (bonne corrélation sur la période d'étude, pente de régression de l'ordre de 1,05).

De par sa conception originale, l'appareil italien FAI Hydra Dual Sampler possède un potentiel intéressant, notamment en ce qui concerne la caractérisation chimique des particules (double prélèvement simultané et sur ligne indépendante). Son coût est cependant nettement plus élevé que celui du Partisol Plus. Il est distribué en France par la société EnviControl. Cet appareil a un fort potentiel (double canal permettant un prélèvement différencié). Les résultats de comparaison ont également donné des résultats tout à fait corrects (pente de régression proche de 1, coefficient de corrélation supérieur à 0,99, répétabilité entre les 2 voies de prélèvement inférieur à $1,5 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Cependant son fort encombrement semble plus le cantonner au rôle de préleveur de référence pour des campagnes longue durée que pour une utilisation cyclique lors de campagnes de durée plus courtes amenant un déplacement fréquent.

1 OBJECTIFS

L'objectif de cette étude est de donner un avis technique sur des préleveurs séquentiels à bas débit ($2,3 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) pour les particules en suspension dans l'air ambiant.

2 appareils de ce type susceptibles d'intéresser les AASQA ont été identifiés: Le SEQ 47/50 de la marque allemande LECKEL et l'Hydra Dual Sampler de la marque italienne FAI Instruments.

L'appareil allemand est reconnu comme préleveur de référence et a été utilisé dans la majorité des études menées par les organismes européens sur la thématique des particules en suspension dans l'air ambiant - .

De par sa conception originale, l'appareil italien possède un potentiel intéressant, notamment en ce qui concerne la caractérisation chimique des particules (double prélèvement simultané et sur ligne indépendante).

A ce jour, il n'existe pas pour le moment de distributeur de ces appareils sur le sol français, ce qui explique leur absence dans le parc instrumental français.

Cependant ce type de préleveurs intéresse de plus en plus les AASQA dans le cadre de leurs études, compte tenu des caractéristiques sur le papier: débit de prélèvement à $2,3 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ permettant la collecte d'une quantité de matière intéressante sur le plan de la pesée et de l'analyse, autonomie de fonctionnement, facilité de mise en œuvre, possibilité d'utiliser des supports filtrants de type membrane sans risque de colmatage, coût à comparer à celui des appareils concurrents tels que le Partisol Plus.... Une expertise technique apparaît donc nécessaire.

A l'heure actuelle, le Partisol Plus de Thermo R&P est le préleveur à bas débit majoritairement utilisé en AASQA (près d'une centaine), notamment dans le cadre de la mesure des métaux lourds dans les PM_{10} . Il utilise la tête de prélèvement US PM_{10} nécessitant un débit de $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

La révision en cours des normes (EN 12341 pour les PM_{10} puis EN 14907 pour les $\text{PM}_{2,5}$) va privilégier le prélèvement à $2,3 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ avec la tête normalisée européenne, sans pour autant exclure d'autres têtes travaillant à un débit différent, sous réserve d'équivalence de performance.

A un prélèvement sur filtre est souvent associée une mesure de sa composition chimique (par exemple, la teneur en 7 anions et cations ainsi qu'en EC/OC dans les $\text{PM}_{2,5}$, tel que demandé dans la Directive 2008/50/CE). Ces préleveurs à bas débit vont donc susciter un intérêt auprès des AASQA.

2 appareils de ce type disponibles sur le marché ont été retenus:

- Le LECKEL SEQ 47/50 a le statut de référence gravimétrique dans de nombreuses études. Il est ainsi utilisé comme tel par le JRC-IES dans le cadre des exercices d'intercomparaison européen que ce soit en PM_{10} ou en $\text{PM}_{2,5}$.

- Le FAI Hydra Dual Sampler est un préleveur à double canal distinct, lui permettant ainsi de répondre à plusieurs objectifs: prélèvement simultané en PM_{10} et $\text{PM}_{2,5}$ sur média filtrant spécifique, prélèvement d'une même fraction granulométrique sur média filtrants distincts adaptés aux composés chimiques recherchés, tests de têtes de prélèvement...

2 TRAVAUX REALISES

Les travaux se décomposent en deux parties :

- Un bilan exhaustif des caractéristiques techniques des appareils identifiés a été effectué. Ce dossier portera notamment sur la conception, les caractéristiques techniques (principe de régulation du débit, gammes de débit d'utilisation, facilité de mise en œuvre...) et les coûts associés (investissement, fonctionnement). Un comparatif avec les appareils actuellement utilisés en AASQA (Thermo R&P Partisol Plus, Digitel DA80) a été effectué.

Ces informations devraient permettre d'aider les AASQA dans leurs achats futurs de préleveurs et d'élaborer des caractéristiques de conception et de performance, nécessaires si les préleveurs séquentiels sur filtres sont concernés par la certification de produits dans le cadre de la révision des normes entreprise par le WG15 du CEN.

- Une campagne de comparaison en $PM_{2.5}$ avec le Partisol Plus sur le site de Douai été effectuée, permettant d'appréhender leur comportement et leurs potentialités: facilité de manipulation, maîtrise des paramètres de fonctionnement (débit, températures, pression, volume prélevé), types de supports filtrants utilisables par l'appareil.

Le Partisol Plus de Thermo R&P étant actuellement le préleveur à bas débit majoritairement utilisé en AASQA (principalement pour le prélèvement des particules en vue d'analyse – métaux lourds, pesticides...–), une mise en parallèle d'un Partisol Plus et des préleveurs a été effectuée, permettant de comparer les appareils sur le plan de la concentration massique de particules $PM_{2.5}$.

3 MOYENS MIS EN OEUVRE

Depuis août 1999, une plate-forme de mesure de la phase particulaire a été mise en place sur un site urbain de Douai, rassemblant les différents types d'analyseurs ou de préleveurs équipant actuellement les réseaux français de surveillance de la qualité de l'air. Cette plate forme est opérationnelle depuis 1999 ^[1].

Ce site est de type urbain et possède les caractéristiques suivantes:

- l'influence du trafic routier est forte
- le faible éloignement du Département Chimie et Environnement de l'EMD permet de réduire la durée des déplacements qui sont fréquents
- les risques de vandalisme sont minimisés dans la mesure où le site est dans l'enceinte clôturée du Centre de Recherches

Les appareillages disponibles sur le site ayant été utilisés pour la présente étude sont les suivants:

- 1 préleveur sur filtres à faible volume ($1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) R&P Partisol Plus à tête $PM_{2.5}$
- 1 préleveur sur filtres à moyen volume ($2,3 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) Leckel SEQ 47/50 à tête $PM_{2.5}$
- 1 préleveur sur filtres double canal à faible et moyen volumes ($1 \text{ à } 2,3 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$) FAI Hydra Dual Sampler à têtes $PM_{2.5}$ ou PM_{10}

^[1] Mesure des particules en suspension. F. MATHÉ avec la collaboration technique de S. SAUVAGE et B. HERBIN. Partie 4, rapport d'activités LCSQA-EMD 1999 n° 2.

L'ensemble des appareils est installé dans un ensemble Portakabin climatisé transportable type Pacemaker référence PK 241 (cf. figure 1):



Figure 1: l'abri autonome sur le site de mesure de l'EMD

3.1 Le préleveur séquentiel sur filtres Partisol 2025 de Thermo R&P

Le préleveur séquentiel sur filtres Partisol 2025 (dit « Partisol Plus ») de la marque Thermo R&P est utilisé depuis de nombreuses années en tant que référence gravimétrique dans les études du LCSQA ^[2]. La démonstration de son équivalence à la méthode de référence réglementaire est largement documentée ^[3]. Cet appareil est principalement utilisé en AASQA pour le prélèvement des métaux lourds dans les particules en suspension.

^[2] « Equivalence d'analyseurs automatiques de particules en suspension dans l'air ambiant » - Etude LCSQA-EMD-INERIS (2006)

^[3] « Test Report on the proof of the equivalence of the Partisol-Plus Model 2025 Air Sampler for the collection of airborne particulate matter from Rupprecht & Patashnick Co. Inc. using the reference method according to the European Standard EN 12341 » (P. Mückler – TUV – November 2000 – référence 1.6/205/90)

La figure suivante présente la disposition de l'appareil sur la plate-forme d'étude:



Figure 2: L'appareil Partisol Plus sur le site de mesure de l'EMD (intérieur & extérieur)

Dans le cadre de cette étude, l'appareil a été utilisé en mode de prélèvement journalier avec une tête européenne $PM_{2.5}$ fonctionnant à $1 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, avec des filtres en fibres de verre téflonnées (référence EMFAB TX40HI20WW, Marque : Pall) d'un diamètre de 47 mm. L'appareil était installé à l'intérieur d'un abri autonome climatisé afin de limiter les pertes éventuelles des composés volatils sur le filtre de collecte lors de la phase d'échantillonnage et de stockage des filtres dans le préleveur (7 jours maximum).

Les analyses gravimétriques ont été effectuées au Département dans un local de pesée contrôlé en température (21 ± 2)°C et en humidité relative de (60 ± 5)%. Les filtres ont été pesés sur une microbalance METTLER Toledo, modèle UMT2 (précision d'affichage $\pm 1 \mu\text{g}$).

3.2 le préleveur séquentiel SEQ 47/50 de LECKEL

Cet échantillonneur séquentiel a le statut de référence gravimétrique dans de nombreuses études telles que les exercices d'intercomparaison européens organisés par le JRC-IES, que ce soit en PM_{10} ou en $PM_{2.5}$ ^[4], les tests de validation de la méthode de référence pour les $PM_{2.5}$ ^[5] ou le prélèvement pour l'analyse des HAP^[6]. Il se présente sous la forme d'une armoire extérieure en acier inoxydable de 40 kg, de dimension H (avec la tête) x L X P = 158,5 x 48,2 x 31 cm (cf. figure 3). Il existe en format 19" intégrable dans les baies d'analyse classiques de station de mesure. Pour une utilisation en extérieur, le constructeur le déclare apte à fonctionner quelles que soient les conditions de température ou environnementales.

^[5] « Field test experiments to validate the CEN standard measurement method for $PM_{2.5}$ » - European report n° 22341 (July 2006)

^[6] « Thermal desorption gas chromatography-mass spectrometry as an enhanced method for the quantification of polycyclic aromatic hydrocarbons from ambient air particulate matter » Journal of Chromatography A, vol. 1216, 18, p. 4030-4039 (may 2009)

La hauteur de prélèvement est de l'ordre de 1,60 m avec la tête de prélèvement et le niveau sonore est déclaré être inférieur à 38dB à une distance de 8 m (respect de la norme allemande DIN 2058 « évaluation du bruit »).

L'appareil est fourni avec un capteur de température et de pression ambiantes pour l'expression des résultats ainsi que pour l'asservissement du système de chauffage interne. Ceci combiné avec l'utilisation de l'air extérieur circulant autour de la ligne de prélèvement en amont du filtre permet d'avoir une température de prélèvement (contrôlée au niveau du filtre d'échantillonnage) au maximum à 3°C au dessus de la température de l'air échantillonné. Les risques de condensation et d'altération de l'échantillon (perte en matières volatiles) sont alors minimisés.



Figure 3 : Vue générale du LECKEL 47/50

L'aspiration est assurée par une turbine dimensionnée pour assurer le débit nominal à travers les différents types de média filtrants couramment utilisés (membranes en esters de cellulose ou PTFE, fitres fibreux). Les coupelles porte-filtres en téflon avec une grille en acier inoxydable sont simples d'utilisation (système à joint), très compactes, privilégiant le faible encombrement (cf. figure 4). Elles peuvent accueillir des filtres de 47 à 50 mm de diamètre (pour les filtres de 47 mm, cela peut donner une surface de collecte non centrée sur le filtre). Le principe de régulation de débit est basé sur un diaphragme compensé en température et pression respectant la loi de Bernouilli. La mesure de la pression et la température ambiantes permettent le calcul du volume dans les conditions standard choisies. Le volume de prélèvement est donc constant, dépend de la consigne choisie en fonction de la tête de prélèvement utilisée et est exprimé en fonction des températures et pressions ambiantes.



Figure 4 : Coupelle porte-filtre du LECKEL SEQ 47/50 (montée / démontée)

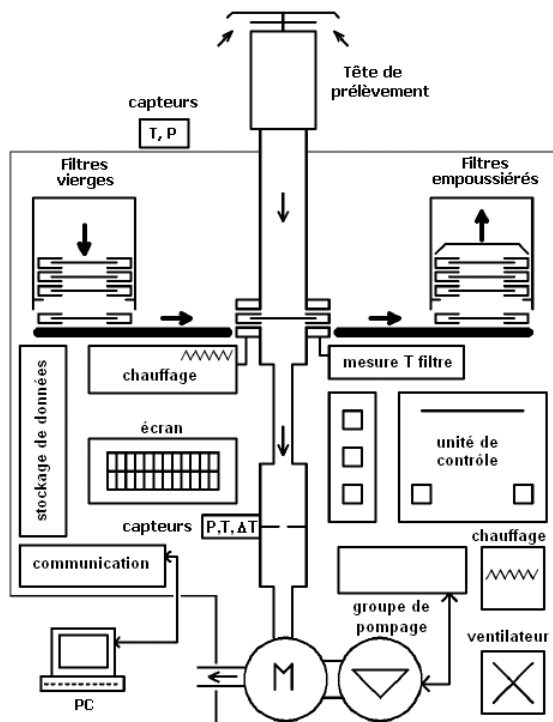


Figure 5 : Schéma de principe du LECKEL SEQ 47/50

La tête de prélèvement équipant le LECKEL SEQ 47/50 est conforme aux spécifications des normes EN12341 (PM₁₀) & EN14907 (PM_{2.5}) nécessitant un débit régulé à 2,3 m³.h⁻¹. Elle peut être ouverte rapidement et aisément à l'aide de deux grenouillères, offrant ainsi un accès aisé et rapide à l'impacteur en vue de son nettoyage. Tous les composants sont en aluminium. Les surfaces, traitées par électrolyse, sont renforcées de zirconium et de titane. Le débit de prélèvement et le seuil de coupure sont facilement modifiables par simple échange de l'impacteur (cf. figures 6 et 7). La difficulté principale est de disposer d'un débitmètre de référence pouvant mesurer dans la gamme de débit de 40 L.min⁻¹.

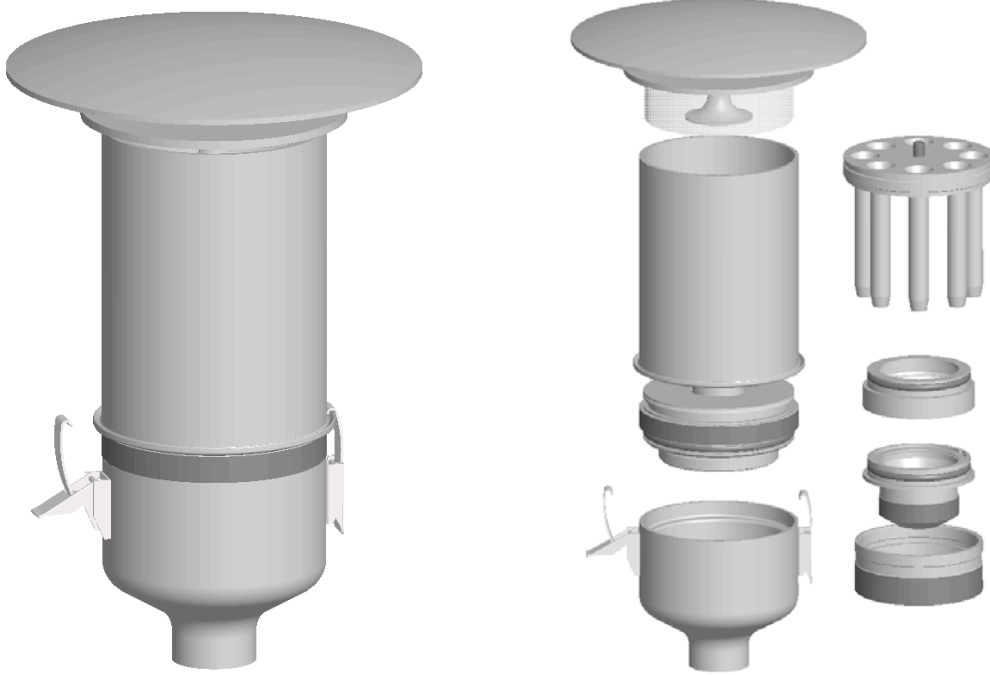


Figure 6 : la tête PM_x du préleveur LECKEL SEQ 47/50

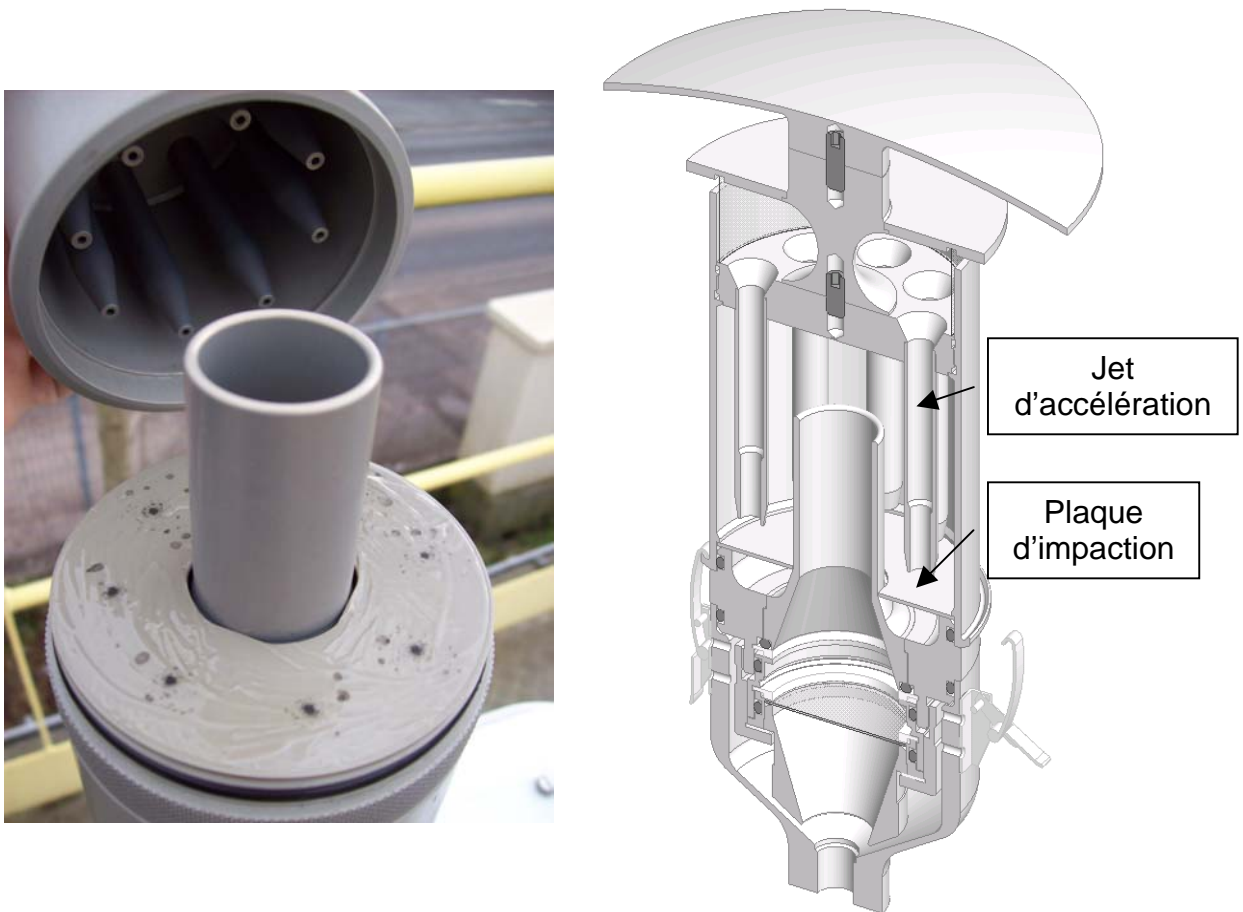


Figure 7 : Vue générale et en coupe de la tête PM_x du SEQ 47/50

En fonction des teneurs en particules et compte tenu du débit de prélèvement, la fréquence de nettoyage sera plus faible que pour une tête américaine.

La température de l'air est constamment mesurée au niveau du filtre. Si la température devient inférieure au point de rosée, le filtre est alors chauffé pour éviter toute condensation ou gel sur le filtre.

Le respect de la consigne en débit est annoncé < 2% par le constructeur.

L'appareil est équipé d'un changeur automatique d'une capacité maximale de 17 filtres de diamètre 47 à 50 mm, le diamètre de filtration étant de 38 mm en conformité avec les normes EN. L'ensemble des filtres est placé dans un magasin d'approvisionnement en polycarbonate. Le mécanisme de changement de porte-filtre est commandé selon un programme de collecte désiré et varié (prélèvement avec changement quotidien ou autre, prélèvement statistique de 1 h jusqu'à 168h sur un filtre).

Le prix de vente de l'appareil est de l'ordre de 13 000 euros HT

3.3 le préleveur séquentiel HYDRA Dual Sampler de FAI

Ce préleveur a la particularité d'être à double canal indépendant, permettant le prélèvement simultané de particules selon les caractéristiques choisies par l'utilisateur (ex : média filtrant ou têtes de prélèvement différents pour des analyses spécifiques).

Cet appareil récemment apparu sur le marché commence à être utilisé dans un cadre de recherche ^[7].

Dans la configuration de l'étude, cet échantillonneur séquentiel se présente sous la forme d'une armoire climatisée en bois de 70kg, de dimension H (avec la tête) x L X P = 300 x 43 x 54 cm (cf. figure 8). Les conditions opératoires (à l'intérieur de la cabine d'installation) sont selon le constructeur entre 5 et 35°C, avec une humidité relative ambiante inférieure à 85% (sans condensation). La hauteur de prélèvement donc nettement plus haute que celle des autres préleveurs conventionnels.

L'armoire est étanche et composée de trois parties pré-aménagées. Elle est équipée d'absorbeur de chocs pour le transport et l'enceinte est thermostatée. Cette configuration est assez facilement démontable et donc transportable.

La partie haute reçoit le préleveur ; la partie du milieu reçoit le compresseur assurant les mouvements mécaniques internes du préleveur ainsi que les deux pompes des 2 lignes de prélèvement. La partie basse reçoit un climatiseur/régulateur d'humidité avec un contrôle de température de +/-2°C et une régulation d'humidité à +/-5%. L'affichage est digital. La puissance de refroidissement de ce climatiseur est de 700w et la puissance de chauffe est de 150w. Ce climatiseur permet une meilleure maîtrise de l'échantillonnage et des mesures.

L'appareil est fourni avec un capteur de température et de pression ambiantes pour l'expression des résultats ainsi que pour la régulation du débit. La régulation de débit est assurée par une vanne de régulation actionnée par un moteur pas à pas, avec une précision relative inférieure à 1 % de la valeur nominale.

^[7] "A gas/aerosol air pollutants study over the urban area of Rome using a comprehensive chemical transport model" Atmospheric Environment 41 (2007) 7286–7303



Figure 8 : Vue générale du FAI Hydra Dual Sampler

L'aspiration est assurée sur chaque canal par une pompe dimensionnée pour assurer le débit nominal à travers les différents types de média filtrants couramment utilisés (membranes en esters de cellulose ou PTFE, fitres fibreux), pour un débit variant de $0,5$ à $2,5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Les coupelles porte-filtres en téflon sont simples d'utilisation (système à clips), très compactes, privilégiant le faible encombrement (cf. figure 4). Elles peuvent accueillir des filtres de 47 mm de diamètre (ce strict dimensionnement peut entraîner une mise en place délicate du filtre). Le prélèvement est réalisé à débit volumique constant assuré par un orifice critique, avec compensation à l'aide d'une vanne motorisée de la perte de charge due au filtre et variant avec le dépôt progressif de particules. La pression, la température ambiantes et la perte de charge sur l'orifice critique sont prises en compte (cf. figure 9) pour le calcul du volume dans les conditions de prélèvement. Le volume de prélèvement est donc constant, dépend de la consigne choisie en fonction de la tête de prélèvement utilisée et est exprimé en fonction des températures et pressions ambiantes.



Figure 9 : Coupelle porte-filtre du FAI Hydra Dual Sampler (montée / démontée)

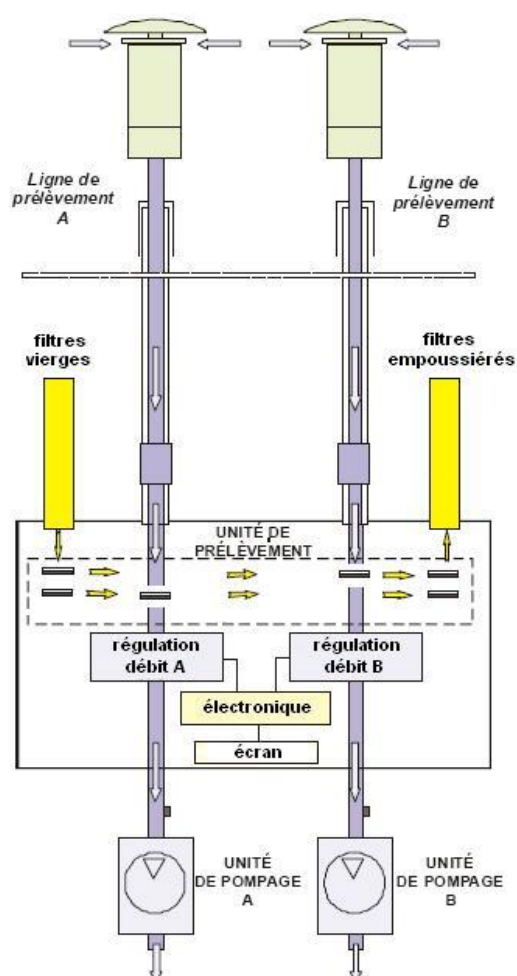


Figure 10 : Schéma de principe du FAI Hydra Dual Sampler

L'appareil peut être équipé de tout type de tête de prélèvement puisque le débit est ajustable sur une gamme allant de $0,5$ à $2,5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. La distance entre les tubes de prélèvement (moins de 20 cm) peut s'avérer gênante et nécessite de décaler la hauteur de prélèvement.

La figure 11 présente les faces avant & arrière de l'appareil.



Figure 11 : faces avant et arrière du FAI Hydra Dual Sampler

Le principe de régulation de débit est basé sur un orifice critique compensé en température et pressions (pression ambiante et variation de pression au niveau de l'orifice critique). Selon le constructeur, son système assure une reproductibilité et une incertitude sur le débit inférieures respectivement à 1% et 2% (de la valeur lue).

L'enceinte thermostatée évite toute condensation ou gel sur le filtre.

L'appareil est équipé d'un changeur automatique d'une capacité maximale de 36 filtres de diamètre 47 mm, le diamètre de filtration étant de 40 mm en conformité avec les normes EN. L'ensemble des filtres est placé dans un magasin d'approvisionnement en polycarbonate. Le mécanisme de changement de porte-filtre est assuré de manière pneumatique par un compresseur indépendant commandé selon un programme de collecte désiré et varié

Le prix de vente de cet appareil double canal dépend de la configuration choisie :

- de l'ordre de 23 200 euros HT pour un appareil sans armoire
- de l'ordre de 30 400 euros HT pour un appareil avec armoire climatisée
- de l'ordre de 32 300 euros HT pour un appareil avec armoire climatisée régulée en hygrométrie

3.4 Le préleveur séquentiel sur filtres DA80 de DIGITEL

Cette description du préleveur à haut débit DA80 de la société suisse DIGITEL est donnée pour information, ce préleveur étant répandu en AASQA pour le prélèvement des particules en vue de leur analyse (près d'une soixantaine, notamment pour les HAP).

Cet appareil se présente sous la forme d'un coffret en aluminium traité anticorrosion de dimensions H x L x P = 130 x 60 x 25 (en cm) ; d'un poids d'environ 60 kg (cf. figure 12). L'isolation thermique et phonique est assurée par une double paroi (ainsi le bruit émis en régime de fonctionnement varie de 68 dB à 77 dB). L'ensemble est d'une robustesse déjà éprouvée, la conception datant des années 80. Des appareils de plus de 10 ans sont toujours opérationnels en AASQA

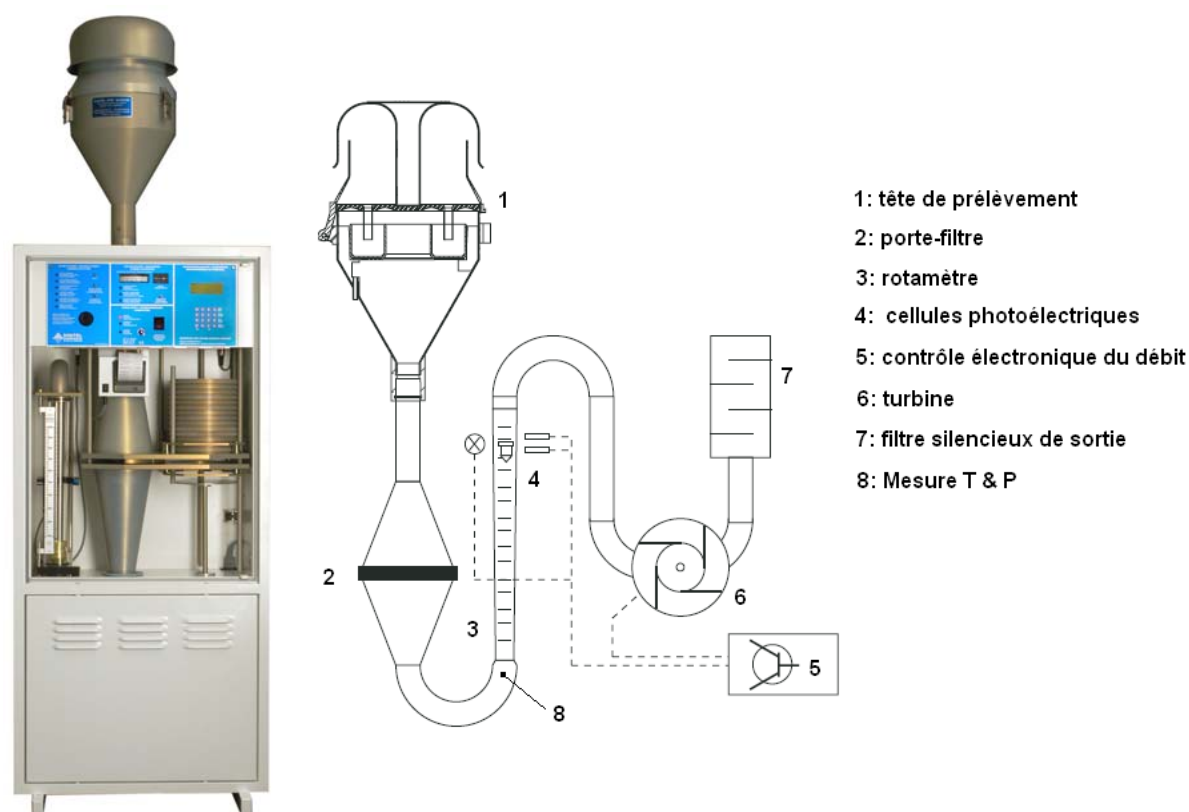


Figure 12: Préleveur HVS Digitel DA-80 (vue globale et principe de fonctionnement)

L'appareil prélève à un débit ajustable entre 6 et 60 $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. La tête de prélèvement conçue par le fabricant doit être utilisée à un débit nominal de 30 $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ (que ce soit en PM_{10} ou en $\text{PM}_{2.5}$), induisant une périodicité de maintenance plus courte que pour les préleveurs bas débit. Les dimensions de cette tête sont relativement plus grandes que celles des têtes de préleveurs à bas débit (diamètre de 30 cm, hauteur de 50 cm, poids de 5 kg). La partie supérieure bascule, permettant le nettoyage facile de l'impacteur et le retrait du plateau d'impaction des particules de diamètre supérieur au seuil de coupure. Une résistance chauffée est placée à l'intérieur et un logement est prévu pour placer un piège à ozone (scrubber) recommandé dans le cas du prélèvement de HAP.

Le prélèvement s'effectue à une hauteur minimal de 1,80m, pouvant être augmentée. Le DA 80 est équipé d'un passeur automatique d'une capacité de 15 filtres, de diamètre 150 mm pour une surface de collecte effective de 140 mm. Cette dimension n'est pas standard chez les fabricants de filtres, nécessitant une découpe

spéciale pouvant impacter le prix en fonction du matériau désiré (fibres de verre téflonnées ou non , fibres de quartz ultrapures sans liant...). Compte tenu du débit élevé, pour un temps de prélèvement de plusieurs heures, le filtre fibreux sera obligatoire et la membrane rédhibitoire en raison du risque de colmatage. Le filtre est disposé sur un support métallique muni d'un joint torique. L'ensemble est géré par un changeur automatique mécanique entre la chambre de prélèvement et la zone de stockage qui peut être contrôlée en température à l'aide d'un refroidisseur à effet peltier. L'ensemble est conforme à la norme allemande VDI 2463 « Mesure de la matière particulaire – concentration massique dans l'air ambiant » et satisfait aux exigences d'équivalence, tant en PM_{10} qu'en $PM_{2.5}$ ^[a] ^[b].

La régulation de débit est assurée par un débitmètre à flotteur équipé d'un détecteur photoélectrique contrôlant la position du flotteur sur laquelle est asservie la fréquence de la turbine d'aspiration. Le rotamètre est étalonné à 15°C et 760 mmHg. Le débit ne varie donc pas en fonction des conditions ambiantes de température et pression. La mesure de température et pression est effectuée dans le circuit fluide, entre le filtre et la pompe. Une perte de charge peut donc intervenir, nécessitant une mesure des conditions ambiantes du site pour l'expression finale des résultats

Le collecteur DA80 est le seul préleveur à haut volume utilisé à l'heure actuelle en AASQA.

Le tableau I résume les principales caractéristiques des 3 préleveurs bas volume ainsi que celle du préleveur haut débit DA80 actuellement utilisé en AASQA:

^[a] "Prüfung des DIGITEL Staubsammlers DHA 80 mit PM_{10} -Einlaß nach PR EN 12341" – UMEG – Bericht Nr:33-10/99 (April 1999)

^[b] "Bericht zum Erfahrungsaustausch über "Messungen von PM_{10} / $PM_{2.5}$ " im Auftrag des Länderausschuss für Immissionsschutz (LAI) – Bearbeitung für den Unterausschuss "Luft / Überwachung" HLUG – LUA NRW – UMEG (Februar 2000)

Tableau I: récapitulatif des principales caractéristiques de préleveurs utilisables en AASQA

Marque & type	FAI Hydra Dual Sampler	Leckel SEQ 47/50	Thermo Fischer Scientific Partisol 2025 (« Plus »)	DIGITEL DA 80
Dimensions tête incluse (H x L x P en cm)	300 x 43 x 55	159 x 31 x 48	160 x 65 x 36	170 x 60 x 25
Poids (kg)	~ 90	~ 40	~ 46	~ 60
Alimentation électrique	220 V – maximum 900 VA	220 V – maximum 300 VA	220 V – maximum 360 VA	230 V (+6/-10%) maximum 1700 VA
Capacité de prélèvement	De 2x18 à 2x36 filtres	17 filtres	De 16 à 32 filtres	15 filtres
Dimension des filtres (Ø en mm)	47 (surface de collecte effective de 39 mm)	47 à 50 (surface de collecte effective de 38 mm)	47 (surface de collecte effective de 39 mm)	150 (surface de collecte effective de 140 mm)
Gamme de débit (m³.h⁻¹)	De 0,8 à 2,5 m ³ .h ⁻¹	De 1 à 4 m ³ .h ⁻¹	De 0,3 à 1,08 m ³ .h ⁻¹	De 6 à 60 m ³ .h ⁻¹
Principe de régulation de débit	Orifice critique avec vanne de régulation	Orifice critique	Débitmètre massique asservi en T & P pour prélèvement à volume constant	Asservissement (par convertisseur de fréquence de la turbine) à la position du flotteur du rotamètre contrôlée par cellule photoélectrique
Vitesse linéaire de filtration (cm.s⁻¹)	De 18,6 à 58,1	De 23,8 à 95,4	De 7 à 25,1	De 10,8 à 108,3
Conditions d'utilisation	De -10 à 55°C	De -30 à 40°C	De -25 à 50°C	De -20 à 40°C
Stockage de données / communication	Mémoire interne / RS232	Mémoire interne / RS232	Mémoire interne / RS232	Carte PCMCIA / RS232
Prix (€HT)	De 23 200 à 32 300	~ 13 000	De 16 000 à 20 500	De 31 000 à 38 000
Commercialisation	EnviControl 78230 Le Pecq	Sven Leckel Ingenieurbüro GmbH, D-10829 Berlin (Allemagne)	ECOMESURE 916410 Janvry	MEGATEC SA 91190 Saint Aubin

4 TRAVAUX REALISES

4.1 Comparaison entre le préleveur LECKEL et le préleveur Partisol Plus

Une comparaison a été effectuée entre l'appareil Leckel SEQ 47/50 et le préleveur Partisol Plus pris comme référence gravimétrique. Les appareils ont été équipés de la tête de prélèvement européenne PM_{2.5}. Les valeurs journalières prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement validé de 234 jours entre mars et décembre 2009.

La corrélation entre les séries de mesures est décrite par la figure 13 et le tableau II résume les résultats obtenus.

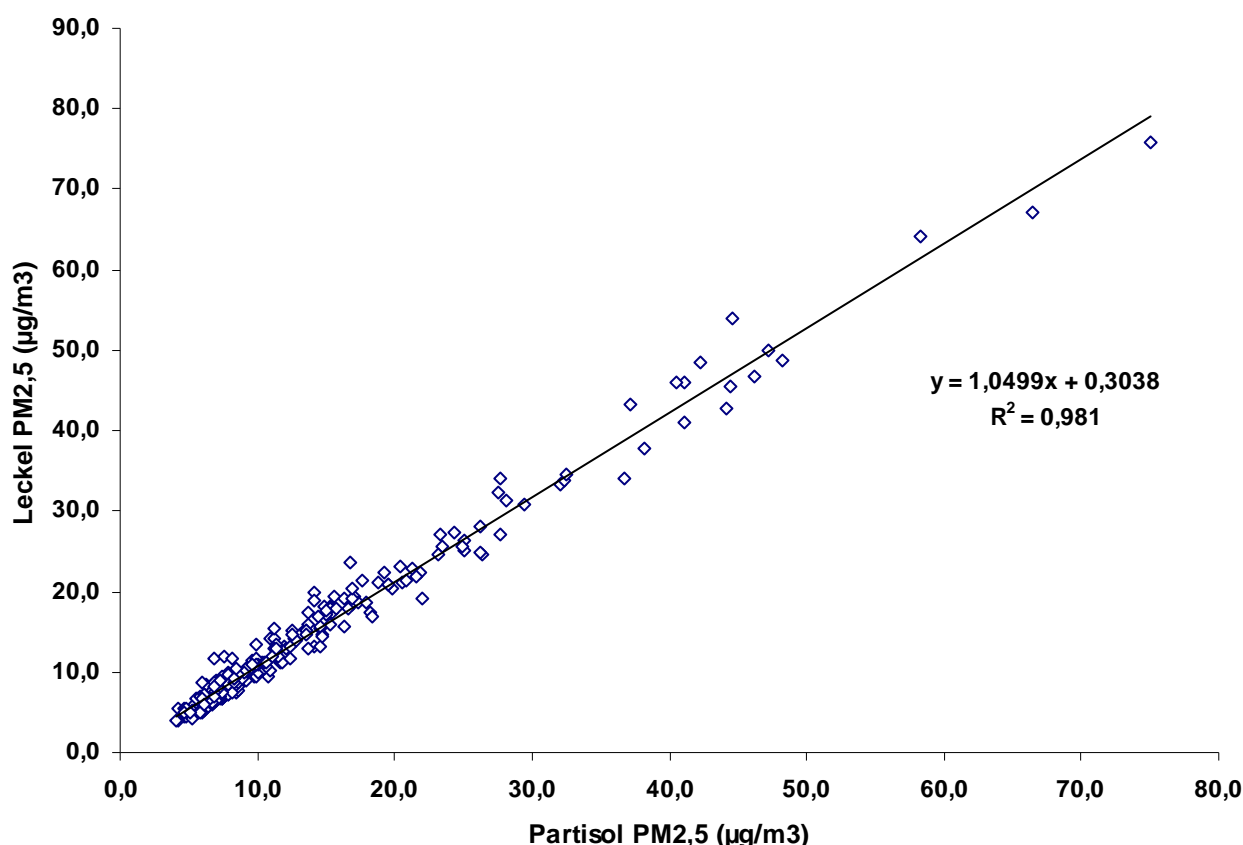


Figure 13 : Corrélation entre les valeurs journalières PM_{2.5} (Partisol Plus, Leckel SEQ 47/50)

En comparaison avec le Partisol Plus, le préleveur Leckel SEQ 47/50 montre une bonne correspondance avec une légère tendance à la surestimation. La corrélation s'avère satisfaisante avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,99. Le nombre de dépassements de la valeur cible de 25 µg.m⁻³ est proche de celui obtenu avec la référence gravimétrique (31 contre 29).

Tableau II : récapitulatif des mesures en parallèle (Leckel SEQ 47/50, Partisol Plus)

Appareil	Leckel	Partisol Plus
Nombre de paires de données traitées	234	
Minimum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	3,9	4,0
Maximum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	75,9	75,0
Moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	15,0	14,0
IC ₉₅ sur la moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	1,5	1,4
Nbre de dépassements de la VC ($25 \mu\text{g.m}^{-3}$)	31	29
Droite de corrélation obtenue	Leckel = 1,05 Partisol + 0,3	
Coefficient de corrélation	0,990	

Sur la période de mesure concernée, il est possible d'annoncer que les 2 préleveurs sont comparables.

4.2 Comparaison entre le préleveur Hydra Dual Sampler et le préleveur Partisol Plus

Une comparaison a été effectuée entre le préleveur Hydra Dual Sampler et le préleveur Partisol Plus prise comme référence, toujours en $\text{PM}_{2.5}$. Une seule voie du préleveur Hydra a été utilisée (cf. paragraphe 4.4). Les valeurs journalières prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement validé de 85 jours entre novembre 2009 et mars 2010.

La corrélation entre les séries de mesure est décrite par la figure 14 et le tableau III résume les résultats obtenus :

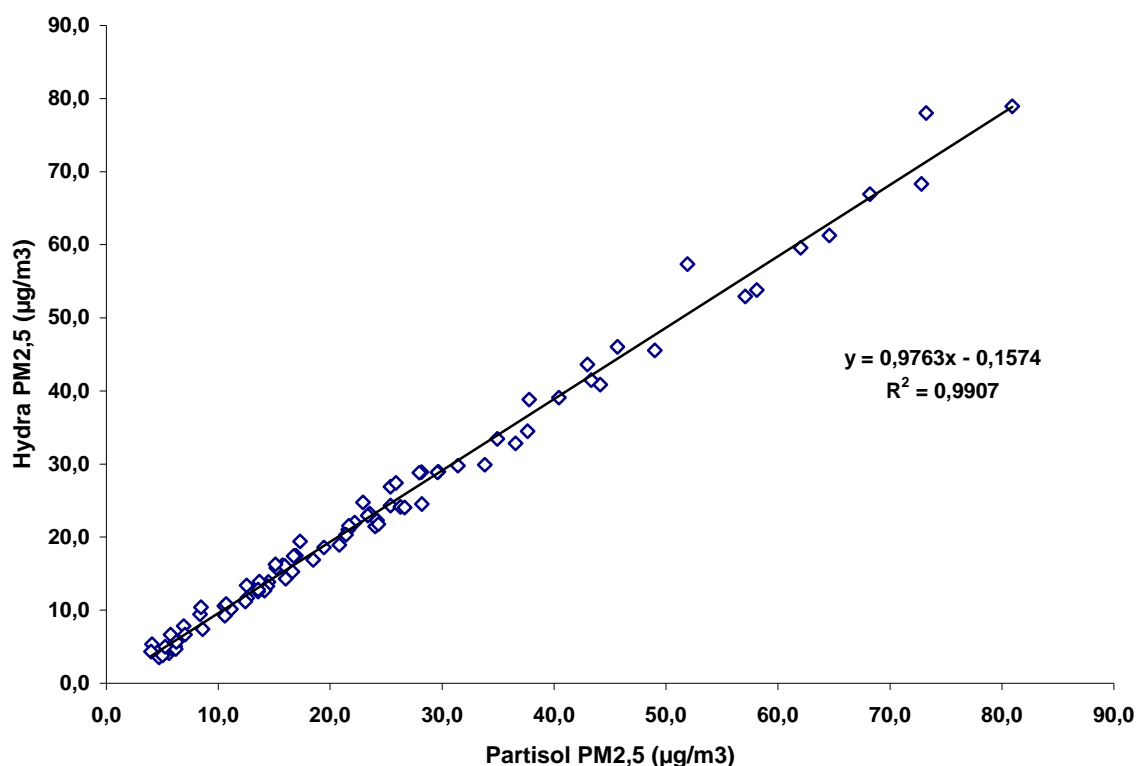


Figure 9 : Corrélation entre les valeurs journalières $\text{PM}_{2.5}$ (Partisol Plus, Hydra Dual Sampler)

Tableau II : récapitulatif des mesures en parallèle (Hydra Dual Sampler, Partisol Plus)

Appareil	Hydra	Partisol Plus
Nombre de paires de données validées	85	
Minimum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	3,5	4,0
Maximum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	79,0	80,9
Moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	23,6	24,3
IC₉₅ sur la moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	3,8	3,9
Nbre de dépassements de la VC ($25 \mu\text{g.m}^{-3}$)	27	31
Droite de corrélation obtenue	Hydra = 0,976 x Partisol Plus – 0,16	
Coefficient de corrélation	0,995	

Si la comparaison avec le Partisol Plus reste satisfaisante, l'Hydra Dual Sampler montre une légère sous-estimation sur la période d'étude, de l'ordre de 3%. Cela impacte le nombre de dépassements de la valeur cible de $25 \mu\text{g.m}^{-3}$ légèrement inférieur à celui obtenu avec la référence gravimétrique. La corrélation s'avère excellente avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,995.

Sur la période de l'étude, pour la mesure de la concentration massique des $\text{PM}_{2.5}$, les performances de l'Hydra Dual Sampler peuvent être qualifiées de « satisfaisantes ».

4.3 Comparaison entre le préleveur Hydra Dual Sampler et le préleveur Leckel

Les 2 préleveurs soumis à expertise ont été comparés entre eux, toujours en $\text{PM}_{2.5}$. Les valeurs journalières prises en compte correspondent à une durée de fonctionnement validé de 106 jours, entre novembre 2009 et mars 2010

Le tableau III résume les résultats obtenus et la corrélation entre les séries de mesure est décrite par la figure 10.

Tableau III : récapitulatif des mesures en parallèle (Hydra Dual Sampler, Leckel SEQ 47/50)

Appareil	Hydra	Leckel
Nombre de paires de données validées	106	
Minimum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	4,3	4,6
Maximum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	79,0	80,1
Moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	22,6	24,4
IC₉₅ sur la moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	2,8	2,9
Nbre de dépassements de la VC ($25 \mu\text{g.m}^{-3}$)	37	42
Droite de corrélation obtenue	Hydra = 0,965 x Leckel – 0,99 Leckel = 1,029 x Hydra + 1,19	
Coefficient de corrélation	0,996	

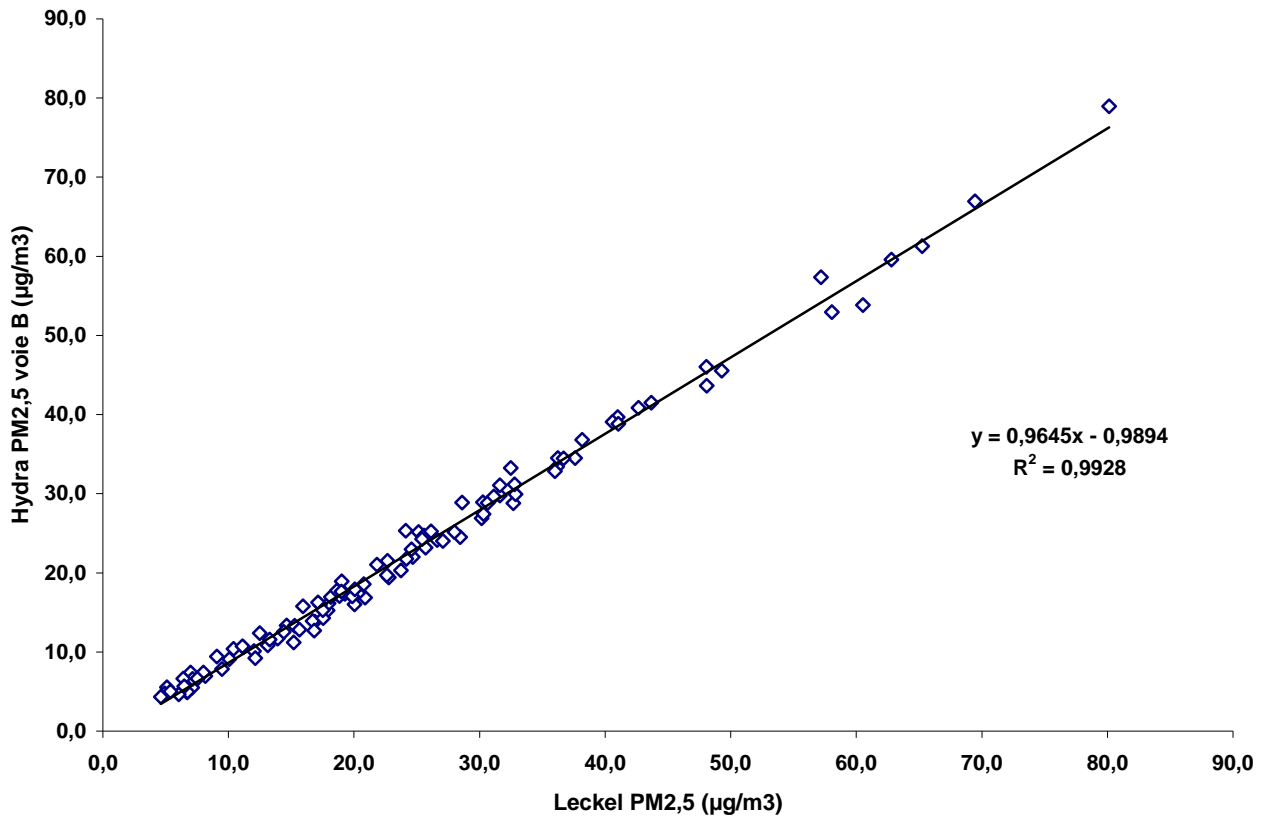


Figure 9 : Corrélation entre les valeurs journalières PM_{2.5} (Leckel SEQ 47/50, Hydra Dual Sampler)

En prenant le Leckel comme référence, la légère tendance de l'Hydra Dual Sampler à la sous estimation des concentrations massiques des PM_{2.5} est constatée à nouveau. La corrélation entre les préleveurs reste cependant excellente, avec un coefficient de corrélation supérieur à 0,995.

4.4 Comparaison entre les deux voies du préleveur Hydra Dual Sampler

La caractéristique principale du préleveur Hydra Dual Sampler est de disposer de 2 canaux de prélèvement, permettant ainsi de différencier les prélèvements.

Une comparaison entre les 2 voies a donc été effectuée en PM_{2.5}, sur une période de 94 jours entre décembre et mars.

Le tableau IV rassemble les résultats obtenus et la corrélation entre les séries de mesures est décrite par les figures 10 et 11 :

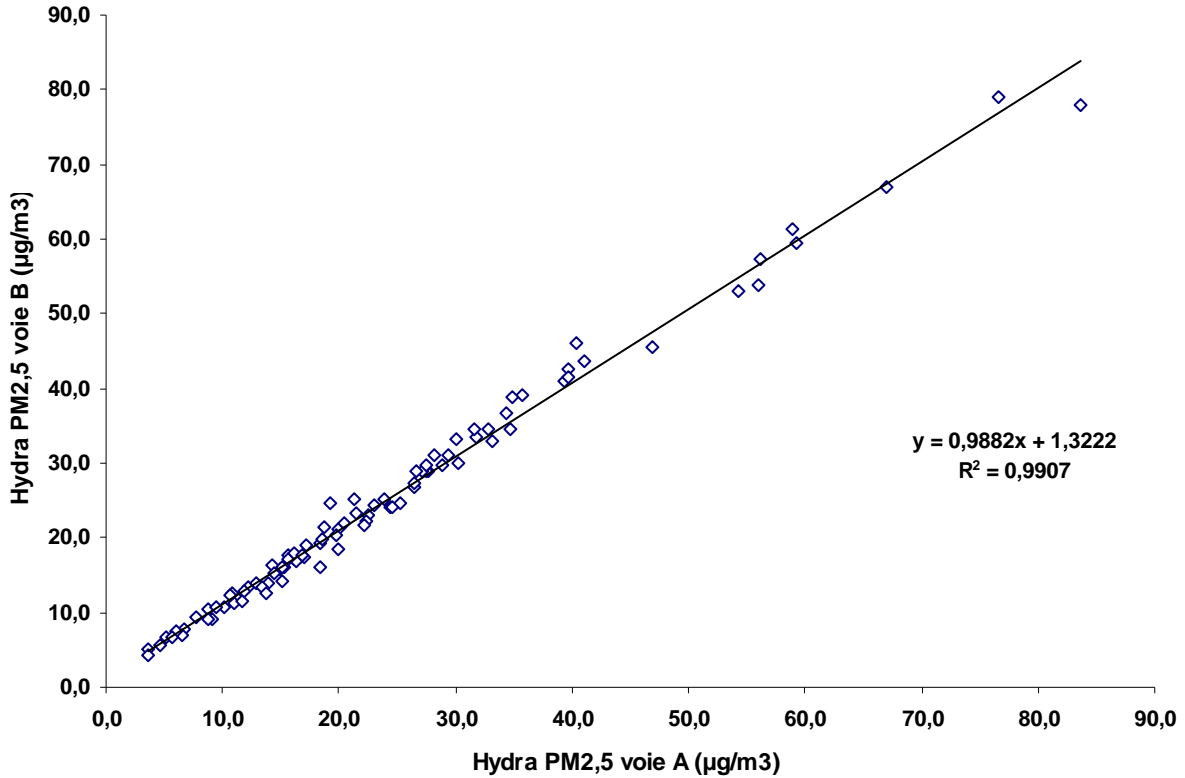


Figure 10 : Corrélation entre les 2 voies du préleveur Hydra Dual Sampler (valeurs journalières $\text{PM}_{2,5}$ – Voie A prise comme référence)

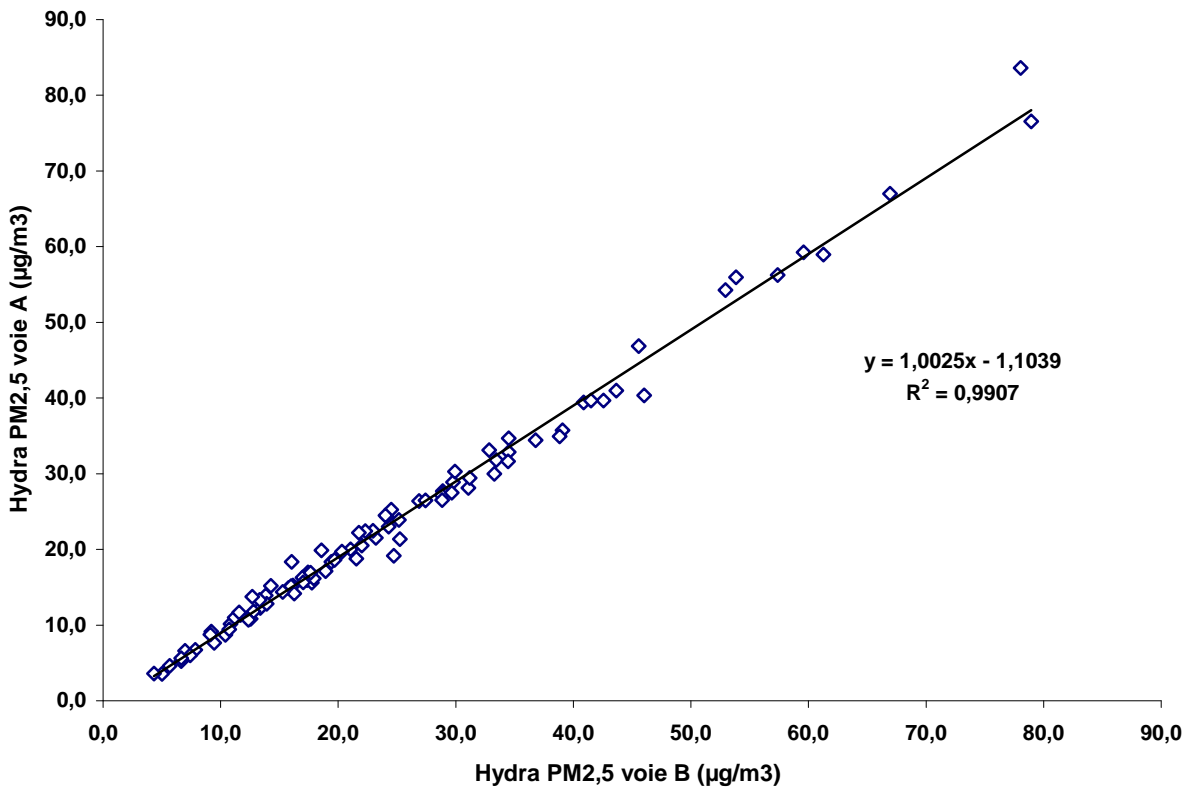


Figure 11: Corrélation entre les 2 voies du préleveur Hydra Dual Sampler (valeurs journalières $\text{PM}_{2,5}$ – Voie B prise comme référence)

Tableau IV : récapitulatif des mesures en parallèle sur les 2 voies de l'Hydra Dual Sampler

Appareil	Hydra Voie A	Hydra Voie B
Nombre de paires de données validées	94	
Minimum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	3,5	4,3
Maximum ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	83,6	79,0
Moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	23,9	25,0
IC ₉₅ sur la moyenne ($\mu\text{g.m}^{-3}$)	3,2	3,2
Nbre de dépassements de la VC ($25 \mu\text{g.m}^{-3}$)	35	36
Droite de corrélation obtenue	Hydra A = 1,003 x Hydra B – 1,1 Hydra B = 0,988 x Hydra A + 1,3	
Coefficient de corrélation	0,995	

La dispersion des résultats entre les 2 voies a été calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$u_{bs} = \sqrt{\frac{\sum (y_{i,1} - y_{i,2})^2}{2n}}$$

où $y_{i,1}$ et $y_{i,2}$ sont les résultats de deux valeurs simultanées et n est le nombre total des mesures réalisées en parallèle. Le résultat en terme de répétabilité est de l'ordre de $1,3 \mu\text{g.m}^{-3}$, respectant le critère de performance donné dans la révision (en cours) des normes EN 12341 et EN 14907 sur la mesure gravimétrique des PM_{10} & $\text{PM}_{2.5}$.

5 CONCLUSION

Ces nouveaux préleveurs séquentiels à bas ou moyen volume de particules dans l'air ambiant sont équipés de têtes de prélèvement échantillonnant sur filtre de diamètre 47 mm à un débit de prélèvement de $2,3 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$. Ce débit de prélèvement plus important que celui des appareils actuellement utilisés en AASQA ($1 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$) a donc l'avantage de prélever une quantité de matière plus importante en vue d'une analyse chimique. Ces têtes sont conformes aux normes EN 12341 et 14907 largement utilisées par certains pays comme l'Allemagne.

Concernant le LECKEL SEQ 47/50, cet appareil est considéré comme le préleveur de référence dans de nombreux Etats Membres mais il n'est pas distribué en France, ce qui peut être problématique sur le plan du Service Après Vente. Cet appareil se distingue par sa robustesse et sa simplicité d'installation et d'exploitation. L'éventuel point délicat concerne les outils de vérification de la conformité de débit car les gammes de débitmètres usuels ne couvrent forcément pas la valeur de $38,3 \text{ L.min}^{-1}$. Les résultats obtenus en comparaison avec le préleveur à bas volume usuellement utilisé en AASQA (Partisol Plus) sont satisfaisants.

S'agissant du FAI Hydra Dual Sampler, cet appareil a un fort potentiel (double canal permettant un prélèvement différencié). Les résultats de comparaison ont également donné des résultats tout à fait corrects. Cependant son fort encombrement semble plus le cantonner au rôle de préleveur de référence pour des campagnes longue durée que pour une utilisation cyclique lors de campagnes de durée plus courtes amenant un déplacement fréquent.

6 ANNEXES

ANNEXE n°1

DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE

THEME 2 : Métrologie / Etude des performances des appareils de mesure

ETUDE N° 2/3 : EXPERTISE TECHNIQUE DE PRELEVEURS SEQUENTIELS A BAS DEBIT POUR LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

Responsable de l'étude : EMD

Objectif

L'objectif de cette étude est de donner un avis technique sur des préleveurs séquentiels à bas débit (2,3 m³/h) pour les particules en suspension dans l'air ambiant.

2 appareils de ce type susceptibles d'intéresser les AASQA ont été identifiés: Le SEQ 47/50 de la marque allemande LECKEL et l'Hydra Dual Sampler de la marque italienne FAI Instruments.

L'appareil allemand est reconnu comme préleveur de référence et a été utilisé dans la majorité des études menées par les organismes européens sur la thématique des particules en suspension dans l'air ambiant¹⁻².

De par sa conception originale, l'appareil italien possède un potentiel intéressant, notamment en ce qui concerne la caractérisation chimique des particules (double prélèvement simultané et sur ligne indépendante).

A ce jour, il n'existe pas pour le moment de distributeur de ces appareils sur le sol français, ce qui explique leur absence dans le parc instrumental français.

Cependant ce type de préleveurs intéresse de plus en plus les AASQA dans le cadre de leurs études, compte tenu des caractéristiques sur le papier: débit de prélèvement à 2,3 m³/h permettant la collecte d'une quantité de matière intéressante sur le plan de la pesée et de l'analyse, autonomie de fonctionnement, facilité de mise en œuvre, possibilité d'utiliser des supports filtrants de type membrane sans risque de colmatage, coût moindre par rapport à des appareils concurrents tels que le Partisol Plus.... Une expertise technique apparaît donc nécessaire.

Contexte

A l'heure actuelle, le Partisol Plus de Thermo R&P est le préleveur à bas débit majoritairement utilisé en AASQA, notamment dans le cadre de la mesure des métaux lourds dans les PM₁₀. Il utilise la tête de prélèvement US PM₁₀ nécessitant un débit de 1m³/h.

La révision en cours des normes (EN 12341 pour les PM₁₀ puis EN 14907 pour les PM_{2.5}) va privilégier le prélèvement à 2,3 m³/h avec la tête normalisée européenne.

A un prélèvement sur filtre est souvent associé une mesure de sa composition chimique (par exemple, la teneur en 7 anions et cations ainsi qu'en EC/OC des PM_{2.5}, tel que demandé dans la Directive 2008/50/CE). Ces préleveurs à bas débit vont donc susciter un intérêt auprès des AASQA.

¹ " UK Equivalence Programme for Monitoring of Particulate Matter " - Ref: BV/AQ/AD202209/DH/2396 (05/06/06)

² " Field test experiments to validate the CEN standard measurement method for PM_{2.5} " - Institute for Environment and Sustainability – Joint Research Center - report n° EU 22341 EN (2006)

2 appareils de ce type ont été identifiés sur le marché :

- Le LECKEL SEQ 47/50 a le statut de référence gravimétrique dans de nombreuses études. Il est ainsi utilisé comme tel par le JRC-IES dans le cadre des exercices d'intercomparaison européen, que ce soit en PM_{10} ou en $PM_{2.5}$.
- Le FAI Hydra Dual Sampler est un préleveur à double canal distinct, lui permettant ainsi de répondre à plusieurs objectifs: prélèvement simultané en PM_{10} qu'en $PM_{2.5}$ sur média filtrant spécifique, prélèvement d'une même fraction granulométrique sur média filtrants distincts adapté aux composés chimiques recherchés, tests de têtes de prélèvements...

Bien que ces appareils d'origine étrangère n'aient pas pour le moment de distributeur en France, ils sont susceptibles d'entrer dans le parc instrumental français. Les acheteurs potentiels ont donc besoin d'un avis technique avant décision. L'étude proposée vise à répondre à ce besoin. Les informations pourront également être utilisées dans le cadre de la révision des normes, notamment si la certification de produits couvre les préleveurs séquentiels sur filtres.

Travaux proposés pour 2009

- **Constitution d'un dossier technique en vue d'un bilan comparatif des caractéristiques par rapport aux appareils déjà en utilisation en AASQA**

Ce dossier portera notamment sur la conception, les caractéristiques techniques (principe de régulation du débit, gammes de débit d'utilisation, facilité de mise en œuvre...) et les coûts associés (investissement, fonctionnement). Un comparatif avec les appareils actuellement utilisés en AASQA (Thermo R&P Partisol Plus, Digital DA80) sera effectué.

Le cas échéant, le retour d'expériences d'utilisateurs (français ou étrangers) sera effectué. Ces informations permettront d'aider les AASQA dans leurs achats futurs de préleveurs et d'élaborer des caractéristiques de conception et de performance, nécessaires si les préleveurs séquentiels sur filtres sont concernés par la certification de produits dans le cadre de la révision des normes entreprise par le WG15 du CEN.

- **Tests sur le terrain et campagne de comparaison avec le Partisol Plus**

Une mise en œuvre sur le terrain des appareils sera effectuée, permettant d'appréhender leur comportement et leurs potentialités: facilité de manipulation, maîtrise des paramètres de fonctionnement (débit, températures, pression, volume prélevé), types de supports filtrants utilisables par l'appareil.

Le Partisol Plus de Thermo R&P étant actuellement le préleveur à bas débit majoritairement utilisé en AASQA, une campagne de prélèvement mettant en parallèle 1 Partisol Plus et les préleveurs sera effectuée, permettant de comparer les appareils sur le plan de la concentration massique de particules PM_{10} et $PM_{2.5}$.

Sous réserve de faisabilité technique, en lien avec le programme EMEP, une intégration d'au moins un de ces appareils dans la campagne de mesure de particules à l'échelle européenne au printemps 2009 sera envisagée (cf. étude n° 35 « Missions diverses & travaux de synthèse »)

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude	Expertise technique de préleveurs séquentiels à bas débit pour les particules en suspension dans l'air ambiant		
Personne responsable de l'étude	F. MATHE		
Travaux	Annuel		
Durée des travaux pluriannuels	2009		
Collaboration AASQA			
Heures d'ingénieur	EMD : 200	INERIS :	LNE :
Heures de technicien	EMD : 545	INERIS :	LNE :
Document de sortie attendu	Rapport		
Lien avec le tableau de suivi CPT	Thème 2 : Métrologie – travaux sur les appareils		
Lien avec un groupe de travail	Non		
Matériel acquis pour l'étude	Préleveur FAI Hydra Dual Sampler		