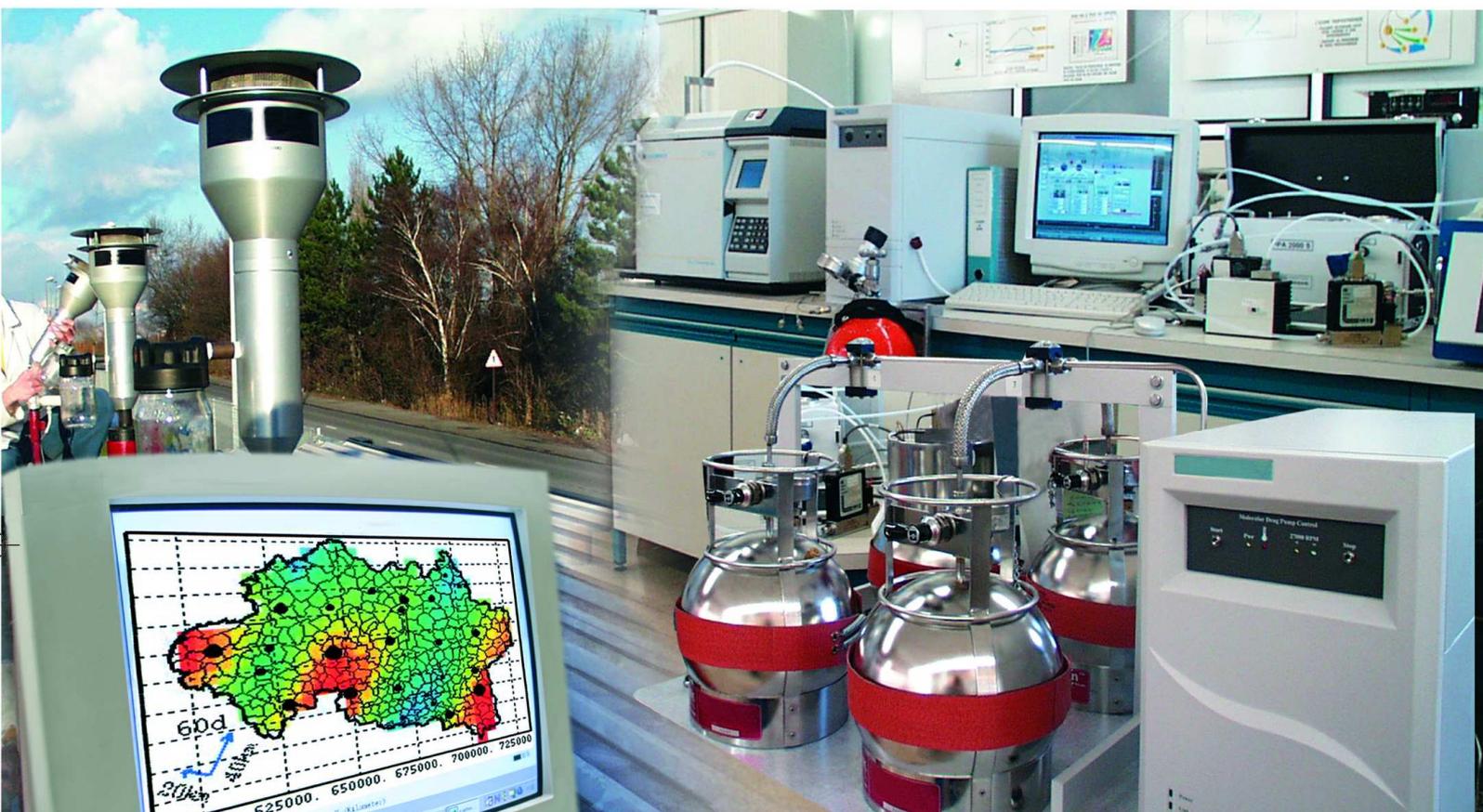




Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



INTERCOMPARAISON DES STATIONS DE MESURE

**PHASE 2 DE L'EVOLUTION DU SYSTEME DE
GENERATION DE PARTICULES**

Programme 2011

ROBIN AUJAY





PREAMBULE

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

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



INTERCOMPARAISON DES STATIONS DE MESURE

Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

PHASE 2 DE L'ÉVOLUTION DU SYSTÈME DE GENERATION DE PARTICULES

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

2011

FABRICE MARLIERE – ROBIN AUJAY

Ce document comporte 25 pages (hors couverture et annexes)

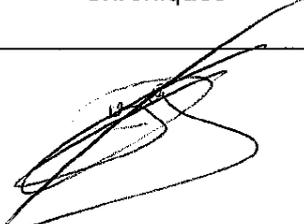
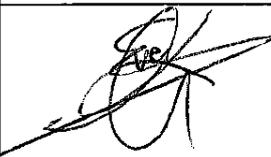
| | Rédaction | Vérification | Approbation |
|----------------|---|---|---|
| NOM | Robin AUJAY | Eva LEOZ | Nicolas ALSAC |
| Qualité | Technicien Direction des Risques Chroniques | Responsable unité CIME Direction des Risques Chroniques | Responsable pôle CARA Direction des Risques Chroniques |
| Visa |  |  |  |

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|-----------|
| REMERCIEMENTS | 8 |
| 1. INTRODUCTION..... | 9 |
| 2. DESCRIPTION DE LA CAMPAGNE D’ESSAIS | 10 |
| 2.1 Site | 10 |
| 2.2 materiel..... | 11 |
| 2.2.1 generateurs..... | 11 |
| 2.2.1.1 GENERATEUR LNIndustries..... | 11 |
| 2.2.1.2 GENERATEUR MINI-CAST | 11 |
| 2.2.1.3 NEBULISEUR TSI | 11 |
| 2.2.2 ANALYSEURS DE PM | 11 |
| 2.2.3 GRANULOMETRE APS | 13 |
| 2.3 calendrier previsionnel des essais..... | 14 |
| 2.4 validation des essais | 14 |
| 2.4.1.1 MINI-CAST | 14 |
| 2.4.1.2 TSI..... | 14 |
| 2.4.1.3 LNIndustries | 14 |
| 3. RESULTATS DES ESSAIS | 15 |
| 3.1 MINI-CAST | 15 |
| 3.2 NEBULISEUR TSI | 17 |
| 4. DISCUSSION DES RESULTATS | 24 |
| 4.1 MINI-CAST | 24 |
| 4.2 NEBULISEUR TSI | 24 |
| 5. PERSPECTIVES..... | 25 |

RESUME

Depuis plusieurs années, le LCSQA réalise des exercices d'intercomparaison PM à l'aide d'un générateur de combustion. Suite à l'expérience acquise, le LCSQA a souhaité que le constructeur apporte des modifications pour en améliorer sa fiabilité de fonctionnement d'un point de vue mécanique ainsi que d'obtenir des caractéristiques stables, répétables au niveau des générations de particules.

En parallèle, le LCSQA a procédé également aux tests de générateurs autres que celui historiquement utilisé, disponibles sur le marché, afin d'évaluer leur éventuelle utilisation dans ce type d'exercice.

Enfin, une partie prospective est menée pour trouver des méthodes alternatives à celle de la génération par combustion, ayant les mêmes caractéristiques finales de stabilité et de répétabilité.

Cela avec comme objectif de pouvoir mener des exercices d'intercomparaison multi instruments, quelque soit leur principe de mesure.

En 2011, l'étude a été réduite à jauger l'alternative proposée par un générateur par combustion du commerce et explorer une méthode prospective de génération de particules par nébulisation.

Le générateur par combustion proposé ne peut être utilisé en l'état comme alternative crédible à notre générateur actuel par manque de fiabilité. Cependant, une veille technique devra être assurée concernant d'éventuels nouveaux générateurs, afin de les tester si nécessaire.

La génération par nébulisation présente des caractéristiques pouvant répondre aux critères exigés pour effectuer le dopage PM et constitue une piste intéressante. Cependant des essais complémentaires devront être menés pour valider complètement cette méthode.

REMERCIEMENTS

Le LCSQA/INERIS remercie ATMO Picardie pour leur accueil lors de la campagne d'essais présentée dans ce rapport. Nos remerciements s'adressent tout particulièrement à Benoît ROCQ (ATMO-PICARDIE) pour la mise à disposition d'un emplacement au sein de la station AASQA de Creil pour mener les essais.

1. INTRODUCTION

Dans le cadre des travaux antérieurs, il a été mis au point un système de dopage dédié aux particules permettant de comparer jusqu'à 6 TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance) en parallèle.

Ce système a déjà été mis en application en 2008 et 2009, lors d'exercices d'intercomparaison :

- le premier était conçu comme une phase de validation organisé en collaboration avec ATMO-PICARDIE et portant sur le mesurage des particules à différents niveaux de concentration sur un domaine de concentration allant au-delà de la valeur limite (cf : *rapport DRC-09-103324-10890A Intercomparaisons des stations de mesures : Intercomparaison PM10 (1/4) – Décembre 2009*)¹,
- le second comme un exercice inter-laboratoire à part entière intégrant des participants européens équipés de TEOM 50°C (cf : *rapport DRC-09-103324-15655A - Intercomparaisons des stations de mesures (4/4) : Première intercomparaison européenne PM₁₀ – décembre 2009*)¹.

En 2010, d'autres exercices ont été réalisés :

- l'organisation en septembre/octobre d'une campagne européenne d'intercomparaison TEOM FDMS PM10. L'INERIS a assuré le rapatriement la centralisation ainsi que le traitement statistique des données.
- un exercice d'intercomparaison TEOM 1405F en partenariat avec les AASQA, organisé en collaboration avec ATMO-PICARDIE sur la station dédiée de Creil.

Il est apparu, en parallèle des exercices d'intercomparaison, nécessaire de faire évoluer le système de génération de particules PM (Matières particulaires en suspension), en collaboration avec le constructeur LNI. En effet, le fonctionnement du système actuel n'est pas pleinement satisfaisant, notamment en termes de stabilité et de répétabilité. Un cahier des charges a ainsi été défini afin d'aboutir à terme à un outil dédié, au coût de fonctionnement et d'entretien réduits, susceptible de fonctionner 24h/24 et in fine programmable.

En 2011, il était prévu de :

- tester le générateur modifié par le constructeur,
- tester, en parallèle, des systèmes de générations alternatifs, de particules calibrées et d'aérosols, en condition d'intercomparaison, afin de vérifier la faisabilité d'essais sur des indicateurs optiques ou sur jauge béta en sus des TEOM jusque lors utilisés.

A terme, l'objectif visé était de disposer d'une palette de dispositifs de génération permettant de moduler la concentration (dopage de 10 à 150 µg/m₃), la durée de génération (environ huit heures) et les caractéristiques du mélange généré, couvrant l'ensemble des instruments de mesure utilisables pour la mesure des PM.

¹ Rapports disponibles sur le site web du LCSQA : www.lcsqa.org

2. DESCRIPTION DE LA CAMPAGNE D'ESSAIS

La campagne d'essais s'est déroulée de mars à mai 2011 sur la station de la Faïencerie de Creil, station AASQA d'ATMO-PICARDIE.

2.1 SITE

La station d'ATMO-PICARDIE dite La Faïencerie de Creil dispose de 6 passages de toiture pour ligne de prélèvement avec tête PM10. Chaque tête est coiffée par un élément cylindrique translucide (voir figure 1) raccordé au dispositif d'enrichissement de la matrice ambiante développé par le LCSQA/INERIS. L'alimentation de ces coiffes est effectuée de manière symétrique grâce à un élément central disposant de 6 tubulures de sortie reliées aux raccords d'entrée des coiffes. La figure 2 présente une vue générale intérieure de la station fixe, des microbalances et unités centrales.

Figure 1 : Tête PM₁₀ sous coiffe de dopage et système de distribution



Figure 2 : Vue intérieure de la station



2.2 MATERIEL

2.2.1 GENERATEURS

2.2.1.1 GENERATEUR LNINDUSTRIES

La génération de particules est assurée par une combustion incomplète de propane.

Les débits de propane et d'oxygène nécessaire à sa combustion sont réglés par des régulateurs de débit massique.

2.2.1.2 GENERATEUR MINI-CAST

Le MINI-CAST produit des particules de suies par combustion en utilisant une flamme qui simule la combustion interne d'un moteur.

2.2.1.3 NEBULISEUR TSI

Le générateur TSI3076 génère des aérosols submicroniques mono dispersés. Ces aérosols sont générés par atomisation. Il est associé à un dessiccateur en ligne, le TSI 3062. Celui-ci est un accessoire utilisé fréquemment pour sécher et éliminer les vapeurs d'eau des aérosols générés par l'atomiseur.

2.2.2 ANALYSEURS DE PM

Il n'a pas été possible d'obtenir la mise à disposition d'une jauge Béta ni d'indicateurs optiques.

En conséquence, les préleveurs utilisés pour cette campagne sont :

- Deux TEOM 1400 50°C,
- Un TEOM FDMS (TEOM 1400+ module FDMS 8500).

Remarque : pour le dernier essai réalisé du 18 au 20 mars, un des deux TEOM 50°C a été démonté et mobilisé pour une autre campagne de mesures du LCSQA.

Les TEOM 50°C permettent de mesurer les concentrations massiques de PM₁₀ durant les différents essais. Le TEOM FDMS permet de mesurer les concentrations massiques de PM₁₀ aussi bien volatiles que non volatiles.

On peut observer un profil similaire des TEOM lors des essais (voir figure 3). Il est à noter la très bonne corrélation des deux TEOM 50°C (voir figure 4). On pourra alors indifféremment utiliser l'un ou l'autre de ces TEOM lors des comparaisons, voire la moyenne de leurs mesures respectives.

Avant le 30 mars on remarque l'impact des composés semi-volatils générés lors de la génération sur les concentrations mesurées par les TEOM 50°C et le TEOM FDMS entraînant un fort écart entre eux. Cet écart est fortement réduit lorsqu'il n'y a plus de génération (après le 31 mars). Ces composés semi-volatils se rencontrent notamment lors de conditions hivernales (e.g. chauffage urbain). La technique de génération de particules carbonées par combustion permet une représentativité de ces composés.

Figure 3 : Suivi temporel des TEOM

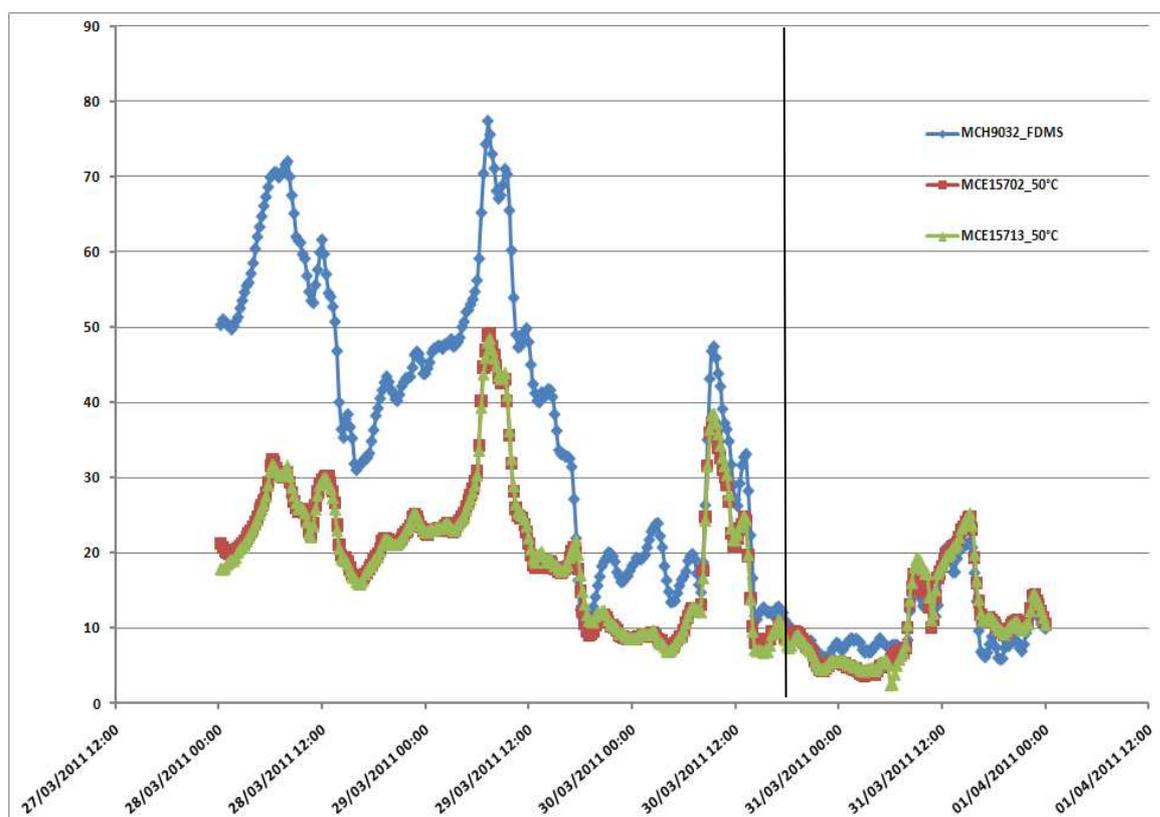
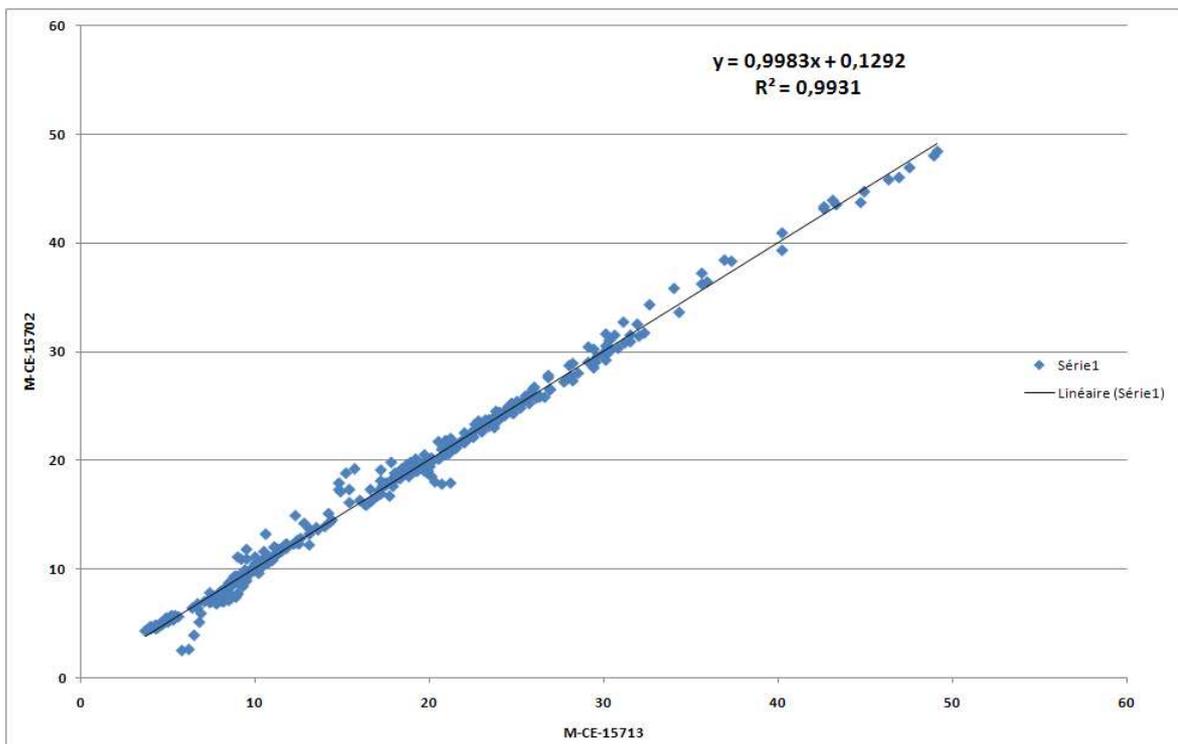


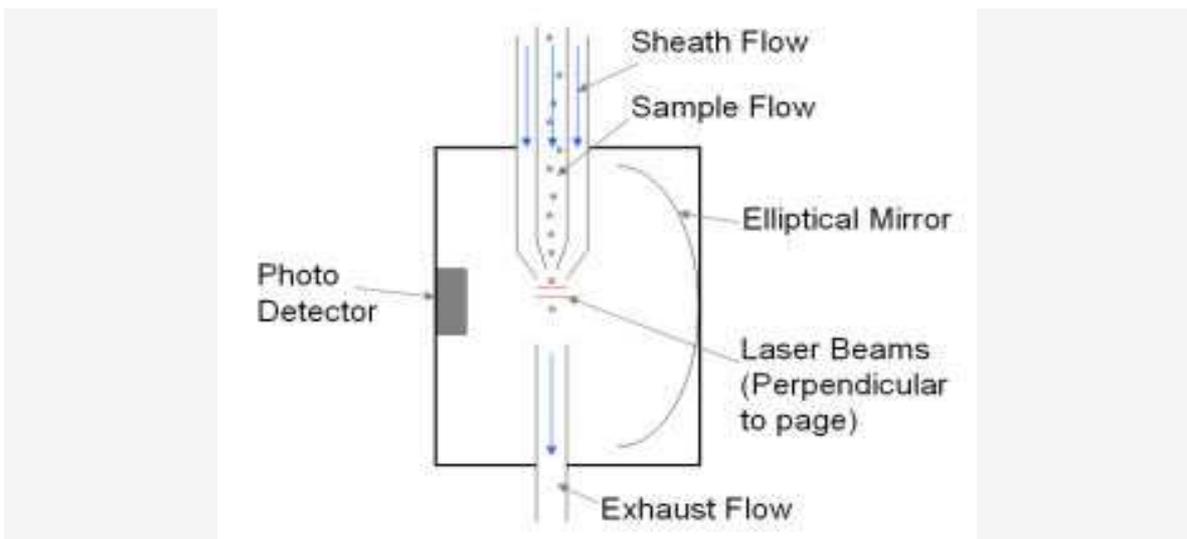
Figure 4 : corrélation entre les deux TEOM 50°C



2.2.3 GRANULOMETRE APS

Le modèle Aerodynamic Particle Sizer (APS 3321), fabriqué par TSI, utilise le principe de l'inertie pour mesurer la taille des particules. La figure 5 présente le schéma de principe de l'APS :

Figure 5 : schéma de principe de l'APS



L'aérosol collecté est accéléré à travers une buse, la vitesse des particules le constituant dépend de leur diamètre aérodynamique. L'APS mesure la vitesse des particules par le passage des particules à travers deux faisceaux laser séparés par environ 200microns. Un miroir elliptique recueille la lumière diffusée couplé à un photo détecteur. Une particule traversant les deux faisceaux produit deux impulsions de lumière diffusée, le retard de temps entre les impulsions dû à la vitesse et au diamètre aérodynamique de la particule. L'APS enregistre également la hauteur des pics permettant un autre calcul de la taille des particules, sur la base de la diffusion optique. La gamme de mesure en taille de l'APS est 0,5-20 microns aérodynamiques, avec classification en 32 canaux de taille.

L'APS a été utilisé en appui pour obtenir des informations sur la taille des particules générées ainsi que les profils de distribution granulométrique des différentes générations.

2.3 CALENDRIER PREVISIONNEL DES ESSAIS

24 mars : installation ;

Du 28 mars au 11 avril : MINI-CAST ;

DU 20 avril au 20 mai : TSI ;

Du 20 au 27 mai : LNIndustries.

2.4 VALIDATION DES ESSAIS

2.4.1.1 MINI-CAST

Ce matériel a été loué sur la période indiquée.

Des problèmes divers, notamment d'étanchéité sur les lignes fluidiques (raccords inadéquats) et génération sur des pas de temps bien inférieurs aux huit heures souhaitées, ont réduit la plage exploitable des données aux : 28, 29 et 30 mars.

2.4.1.2 TSI

Toute la période est validée.

2.4.1.3 LNINDUSTRIES

Ce générateur avait été modifié avant ces nouveaux essais, comprenant le conditionnement du système dans un rack 19 pouces ainsi que la fourniture de nouvelles buses d'alimentation pour le propane, modifiant la plage de débits disponible.

Une fuite et un problème d'allumage (piézo-électrique défectueux) n'ont pas permis de mener les essais. Ces essais seront à mener en 2012 dès le retour du générateur.

3. RESULTATS DES ESSAIS

La diversité limitée des appareils de mesure utilisés ainsi que les écueils rencontrés ont amené à recentrer cette étude sur une étude de faisabilité :

- d'utiliser un générateur du commerce permettant de remplacer le modèle LNIndustries, en cas de défaillance de celui-ci,
- d'utiliser une méthode de génération reposant sur un autre principe, alternative, répondant aux critères de performance requis pour le dopage PM.

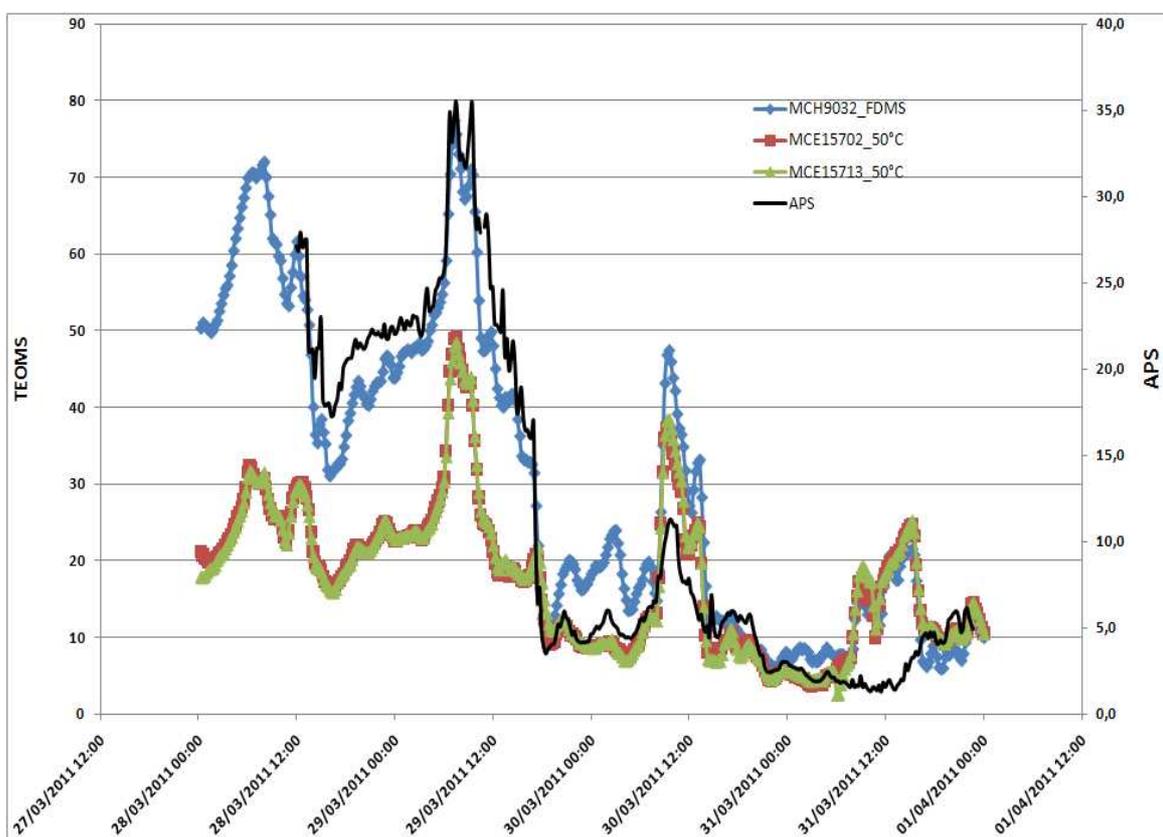
Dans les deux cas, les générateurs doivent pouvoir émettre des particules dans des concentrations suffisantes pour le dopage PM (plage de l'ordre de 10 à 150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ environ), sur des pas de temps suffisamment longs (idéalement 8 heures), pouvant permettre ultérieurement un traitement statistique des résultats.

3.1 MINI-CAST

Les essais validés ont porté sur deux réglages différents de régime de combustion. La durée (trois heures maximum) et le nombre de tests (trois) ne permettent qu'une approche qualitative.

Les réglages utilisés sont des réglages pré enregistrés dans le logiciel d'utilisation du générateur. La différence notable entre ces deux points de réglage est une injection double en propane le 29 mars par rapport au 28 mars. Les concentrations massiques TEOM et APS sont représentées sur la figure 6.

Figure 6 : Suivi temporel des essais MINI-CAST



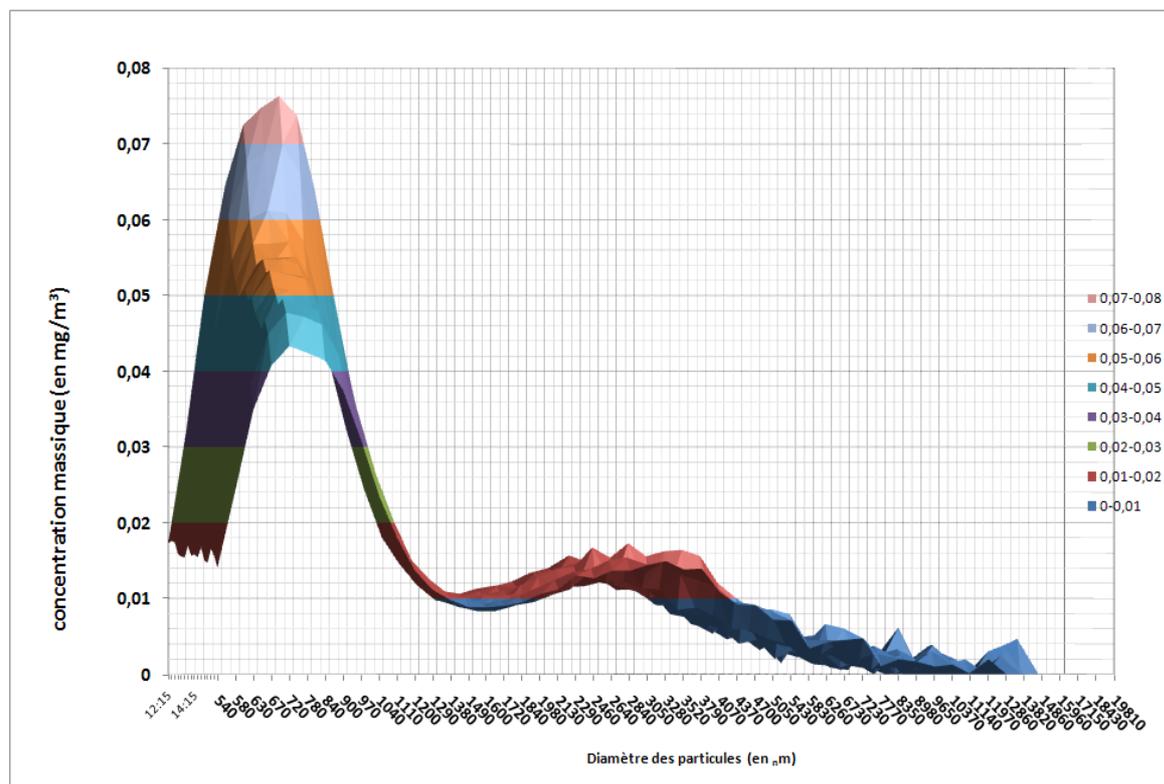
Les TEOM et l'APS présentent des profils similaires. Cependant, l'APS mesure en général deux fois moins de particules que les TEOM lors de générations comportant une forte concentration en composés volatils (essais des 28 et 29 mars). La cause de cette sous-estimation est liée au principe de mesure même de l'appareil (méthode optique) classant des particules en nombre et en taille. La concentration massique en est déduite via le logiciel avec le nombre en particules et la masse volumique moyenne de l'aérosol ($1,05 \text{ kg/m}^3$ par défaut). Celle-ci est paramétrable pour être la plus proche possible de la masse volumique réelle de l'aérosol mesuré, si connue. Le réglage par défaut a été maintenu.

Le 30 mars correspond au même réglage que le 29. Il permet de noter l'influence majeure que la concentration en air ambiant peut avoir durant le dopage PM. Dans le cas présent, il a été noté une forte concentration dans l'air ambiant le 29 mars, de l'ordre de 50 à $60 \mu\text{g/m}^3$ contre 30 à $40 \mu\text{g/m}^3$ le 30 mars. L'air ambiant a donc une contribution non négligeable. Cet aspect n'a pas d'incidence dans l'interprétation des résultats lors des exercices d'intercomparaison entre analyseurs (soumis à la même matrice air ambiant + dopage). Cependant, lors de la recherche de points de réglage du générateur, il faudra alors déduire de la valeur de concentration mesurée celle de l'air ambiant pour pouvoir connaître la concentration générée (dopage) pour ce point.

Les ordres de grandeur des mesures du 29 et 30 mars sont similaires, une fois la contribution de l'air ambiant soustraite (environ $30 \mu\text{g/m}^3$, imputables au dopage)

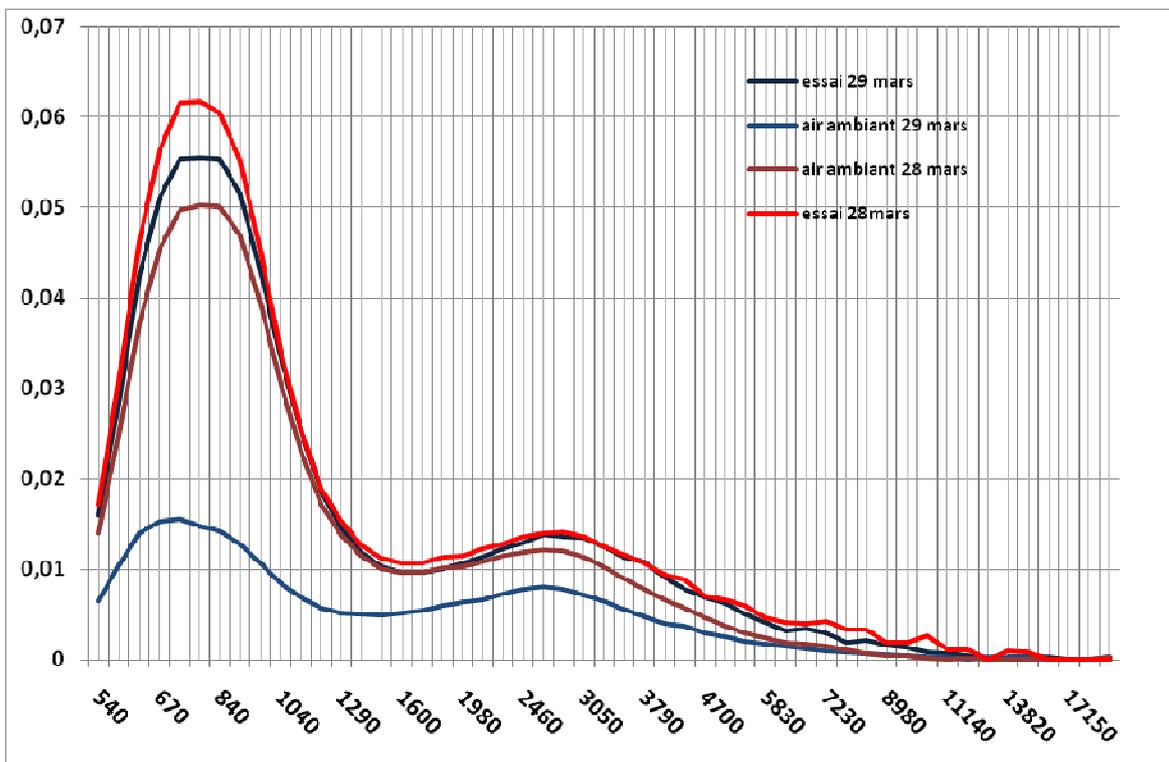
L'APS permet d'apporter une information complémentaire sur la distribution en taille des particules. Lors de l'essai du 29 mars, on constate une forte présence de particules générées de l'ordre de $0,8 \mu\text{m}$, modérée à $2,5 \mu\text{m}$ et minoritaire vers $10 \mu\text{m}$ et plus (voir figure 7).

Figure 7 : distribution en taille de l'essai du 29 mars



Il est à noter que les profils de génération par combustion ressemblent à ceux de l'air ambiant en conditions hivernales incluant les sources anthropiques telles que le chauffage urbain (fraction carbonée de l'aérosol), la génération permettant d'en augmenter la concentration dans le système de dopage PM (voir figure 8).

Figure 8 : distribution en taille des essais MINI-CAST



3.2 NEBULISEUR TSI

Une méthode de génération d'aérosols par nébulisation de solutions salines et/ou de billes calibrées a été utilisée de manière prospective afin de pouvoir disposer d'une solution alternative permettant d'avoir des caractéristiques de dopage PM proches du générateur par combustion actuel, en cas de défaillance de celui-ci.

Différents essais ont été menés pour tenter de qualifier cette nouvelle méthode notamment pour en connaître :

- les limites en gamme de concentration pouvant être générées,
- la stabilité de la génération,
- l'influence de certains paramètres : la teneur en sel dans la solution de génération, de la pression d'air du nébuliseur, de la dilution (ventilation plus ou moins importante du système de distribution).

Le tableau 1 résume les essais menés, leurs conditions et les concentrations moyennes mesurées lors de ces essais. La figure 9 en représente le suivi temporel. La figure 10 résume les concentrations moyennes mesurées par chaque appareil pour chaque essai. Dans ce cas, l'APS minore aussi les concentrations massiques mesurées (cf paragraphe 3.2).

Dans la littérature, la masse volumique moyenne d'un aérosol constitué par nébulisation d'une solution saline (sel + eau déminéralisée et purifiée de ses substances organiques via un charbon actif) est de l'ordre de 1,50 kg/m³. La colonne APS corrigé est le résultat de la colonne APS multiplié par ce facteur (voir tableau 1 et figure 10).

Ce facteur améliore sensiblement les valeurs APS (voir figure10) même s'il ne semble pas pouvoir être appliqué de façon systématique.

A noter que certains types d'essais n'ont pas pu être reproduits en nombre suffisant d'un point de vue statistique, leurs résultats ne pourront donc qu'être interprétés de façon indicative.

Tableau 1 : essais nébuliseur avec concentrations moyennes mesurées²

| date | essais | sel | concentration g/l | var | p | MCH9032_FDMS | MCE15702_50°C | MCE15713_50°C | aps | aps corrigé |
|--------------|--------|-----------------|-------------------|-----|---|--------------|---------------|---------------|-----|-------------|
| 20/04/2012_ | 1 | sulfate | 20 | 1 | 2 | 146 | 147 | 146 | 65 | 97 |
| 20/04/2012_ | 2 | sulfate | 20 | 1 | 1 | 181 | 186 | 185 | 120 | 180 |
| 20 au 21 avr | 3 | sulfate | 5 | 1 | 1 | 56 | 62 | 62 | 18 | 27 |
| 21 avr_1 | 4 | sulfate | 5 | 1 | 2 | 54 | 57 | 56 | 15 | 22 |
| 21avr_22avr | 5 | sulfate | 5 | 5 | 1 | 49 | 56 | 57 | 12 | 18 |
| 22-avr | 6 | sulfate | 20 | 10 | 2 | 155 | 157 | 155 | 73 | 110 |
| 3 mai_1 | 7 | sulfate | 50 | 1 | 1 | 364 | 350 | 347 | 417 | 626 |
| 3au4mai | 8 | sulfate | 20 | 1 | 1 | 216 | 230 | 229 | 189 | 283 |
| 04-mai | 9 | nitrate | 20 | 10 | 1 | 91 | 98 | 98 | 82 | 123 |
| 4au5mai | 10 | nitrate | 10 | 1 | 1 | 77 | 77 | 77 | 54 | 82 |
| 5mai_1 | 11 | nitrate | 10 | 1 | 1 | 77 | 77 | 77 | 54 | 82 |
| 5au6mai | 12 | nitrate | 5 | 1 | 1 | 50 | 56 | 55 | 24 | 36 |
| 07-mai | 13 | nitrate | 5 | 10 | 1 | 27 | 32 | 32 | 14 | 21 |
| 7au 10mai | 14 | sulfate | 5 | 10 | 1 | 21 | 31 | 31 | 10 | 15 |
| 11-mai | 17 | sulfate | 20 | 1 | 1 | 98 | 109 | 108 | 69 | 103 |
| 11au12mai | | sulfate | 10 | 1 | 1 | 49 | 62 | 62 | 27 | 40 |
| 12-mai | | sulfate | 10 | 10 | 1 | 26 | 38 | 37 | 18 | 26 |
| 12au13mai | 18 | sulfate | 10 | 1 | 1 | 53 | 66 | 65 | 31 | 46 |
| 13au15mai | 19 | sulfate+latex | 10 | 10 | 1 | 25 | 36 | 36 | 16 | 23 |
| 17au18mai | 20 | 50/50 sulf/late | 20 | 10 | 1 | 56 | 56 | 56 | 25 | 37 |
| 18-mai | 21 | 50/50 sulf/late | 20 | 1 | 1 | 95 | 94 | 95 | 51 | 76 |
| 18au19mai | 22 | 50/50 sulf/late | 20 | 10 | 1 | 46 | 49 | 98 | 19 | 28 |

² Nature du sel employé : nitrate ou sulfate de sodium

Figure 9 : suivi temporel des essais avec nébuliseur

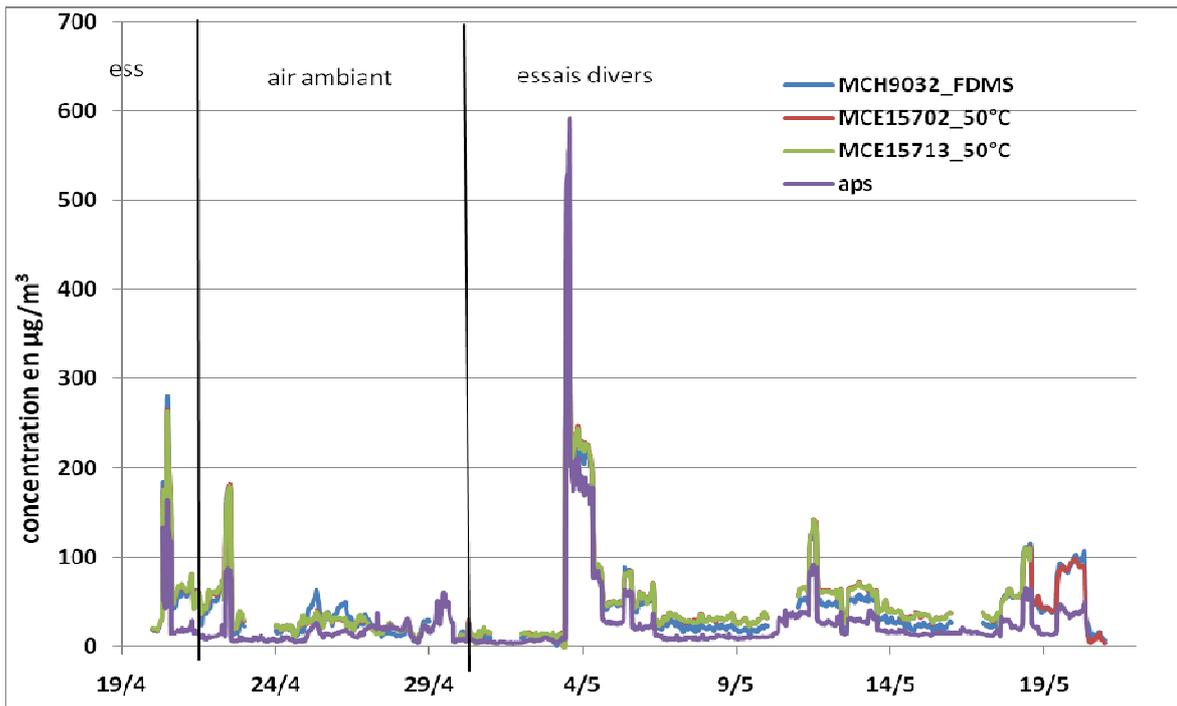
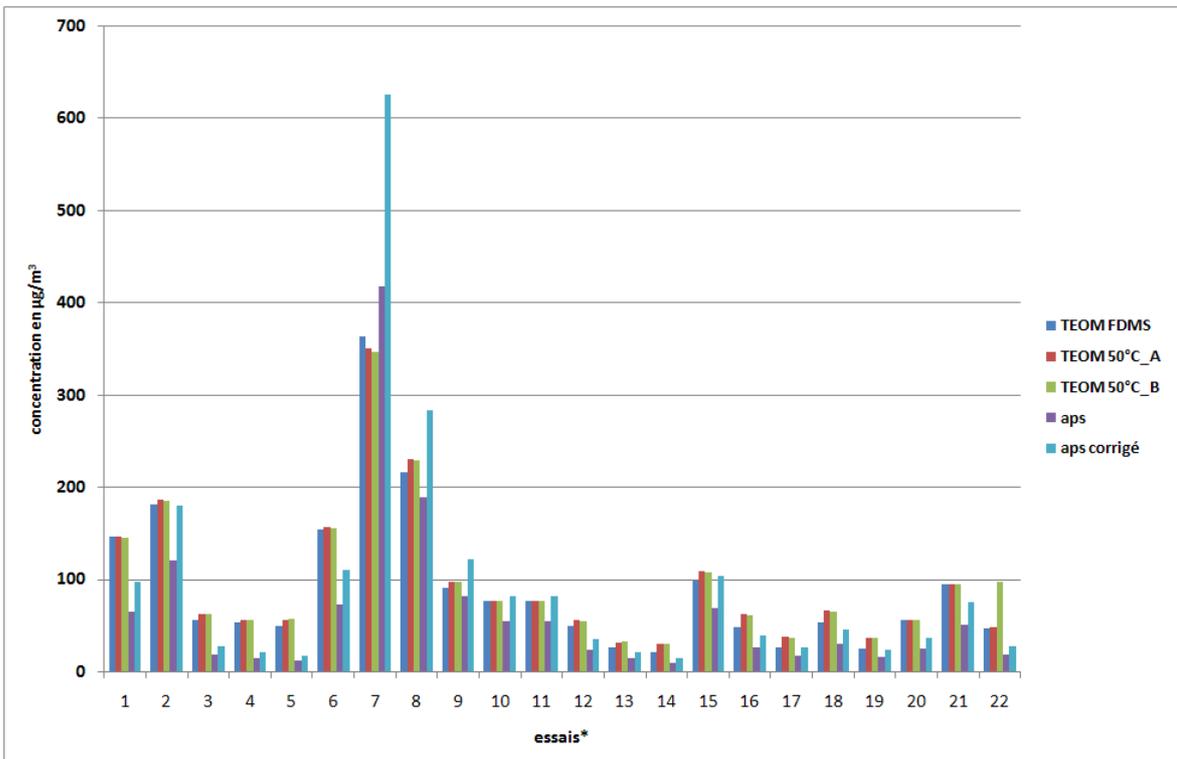


Figure 10 : concentrations moyennes essai par essai du tableau 13



Sur les essais réalisés, on constate que l'on peut obtenir une amplitude bien supérieure à la gamme souhaitée de concentrations en particules générées, de 10 à 150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (voir tableau 2).

³ Voir détails des essais dans le tableau 1

La moyenne des essais se situe aux alentours de 2 fois le seuil journalier en PM10 ($50\mu\text{g}/\text{m}^3$). La génération par nébulisation peut donc être une alternative sur le critère gamme de concentration disponible.

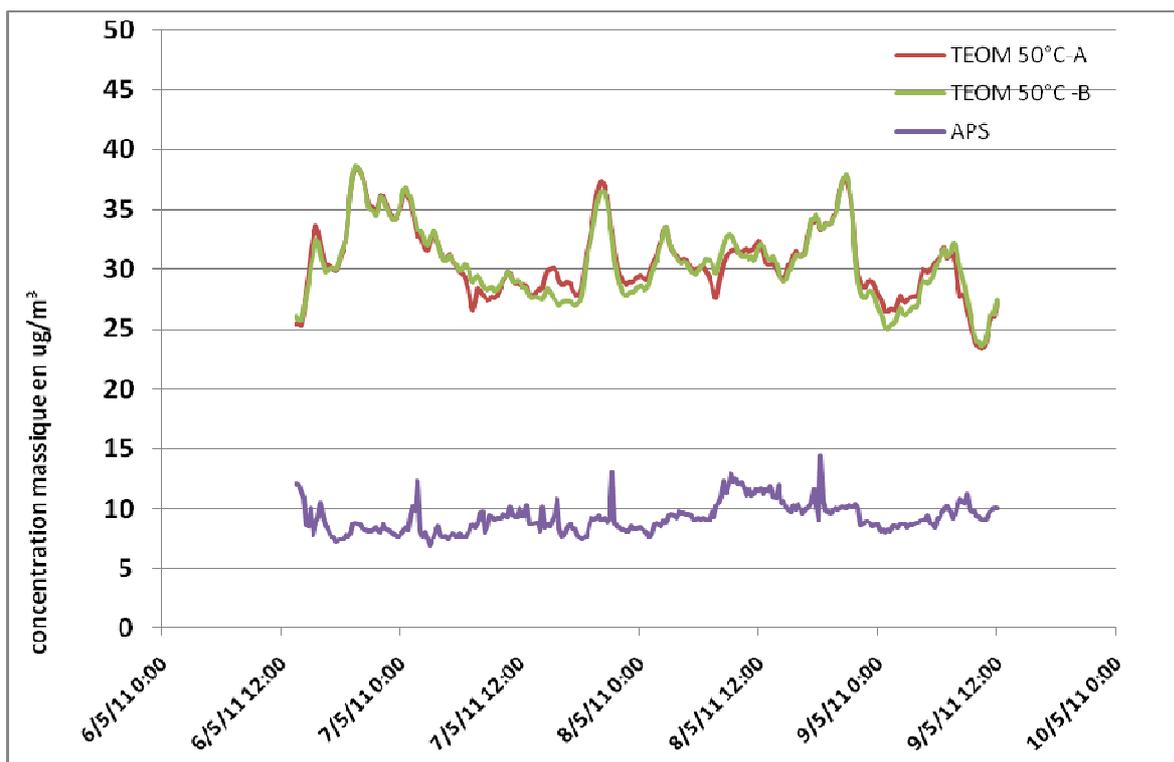
Tableau 2 : récapitulatif des essais

| | | | | | |
|----------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Minimum | 21 | 31 | 31 | 10 | 15 |
| Moyenne | 91 | 97 | 98 | 64 | 95 |
| Maximum | 364 | 350 | 347 | 417 | 626 |

(concentrations en $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Un autre point concerne la possibilité de faire des essais de longue durée. Une solution de sulfate (essai 14 du tableau 1) a été nébulisée pendant plusieurs jours (cf figure 11). On constate que la durée de génération dépasse largement les 8 huit heures minimales requises, avec une assez bonne stabilité des concentrations mesurées.

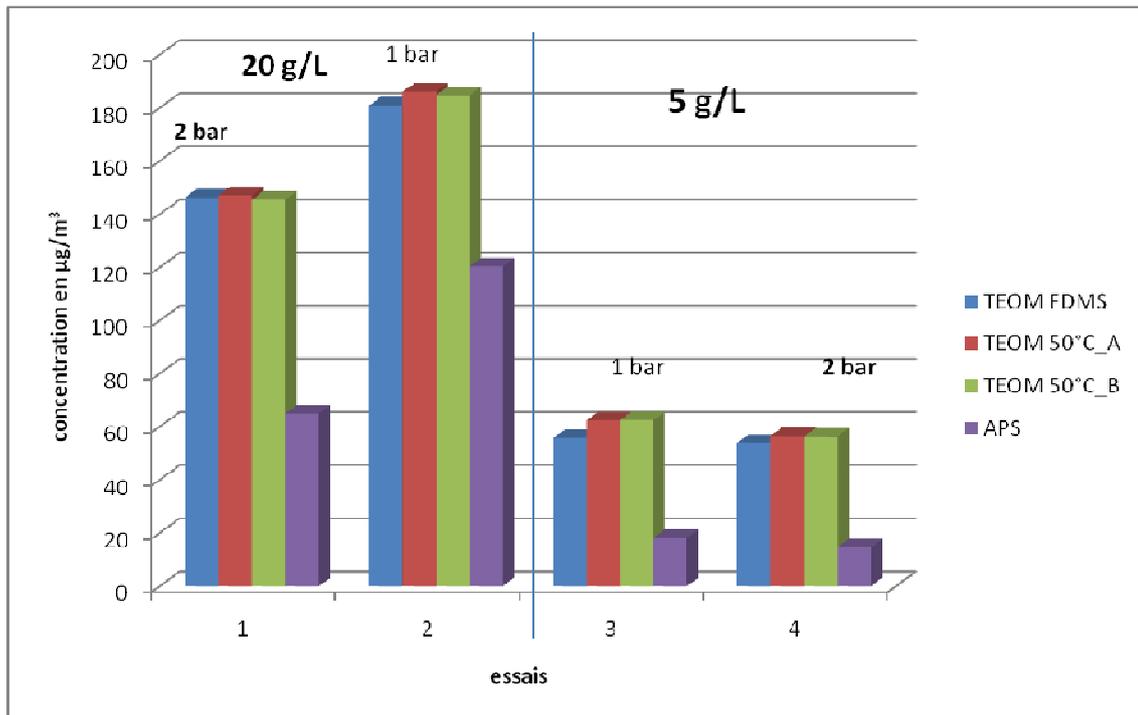
Figure 11 : suivi temporel de l'essai « longue durée »



Parmi les interférences supposées étudiées, l'influence de la pression d'alimentation en air comprimé du nébuliseur à deux concentrations différentes a été testée (voir figure 12).

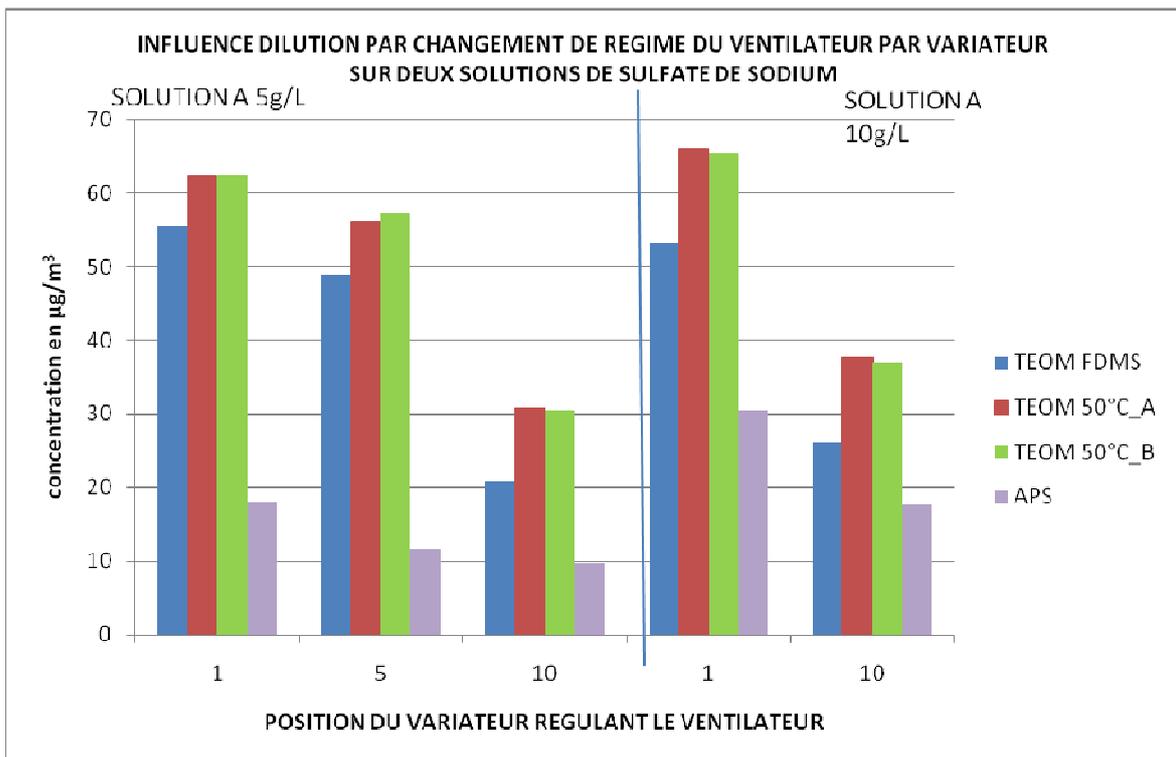
Dans les deux cas, une sous-estimation est constatée lorsque la pression de l'air comprimé augmente. Par défaut, celle-ci sera fixée à un bar.

Figure 12 : influence de la pression d'alimentation en air comprimé du nébuliseur à deux concentrations différentes.



La dilution est également source d'interférence. L'acheminement des particules émises par le nébuliseur se fait grâce à un ventilateur associé à un variateur. Celui-ci peut varier entre une position 1 à 10. La figure 13 illustre cet essai sur deux solutions de concentration différentes.

Figure 13 : influence de la dilution



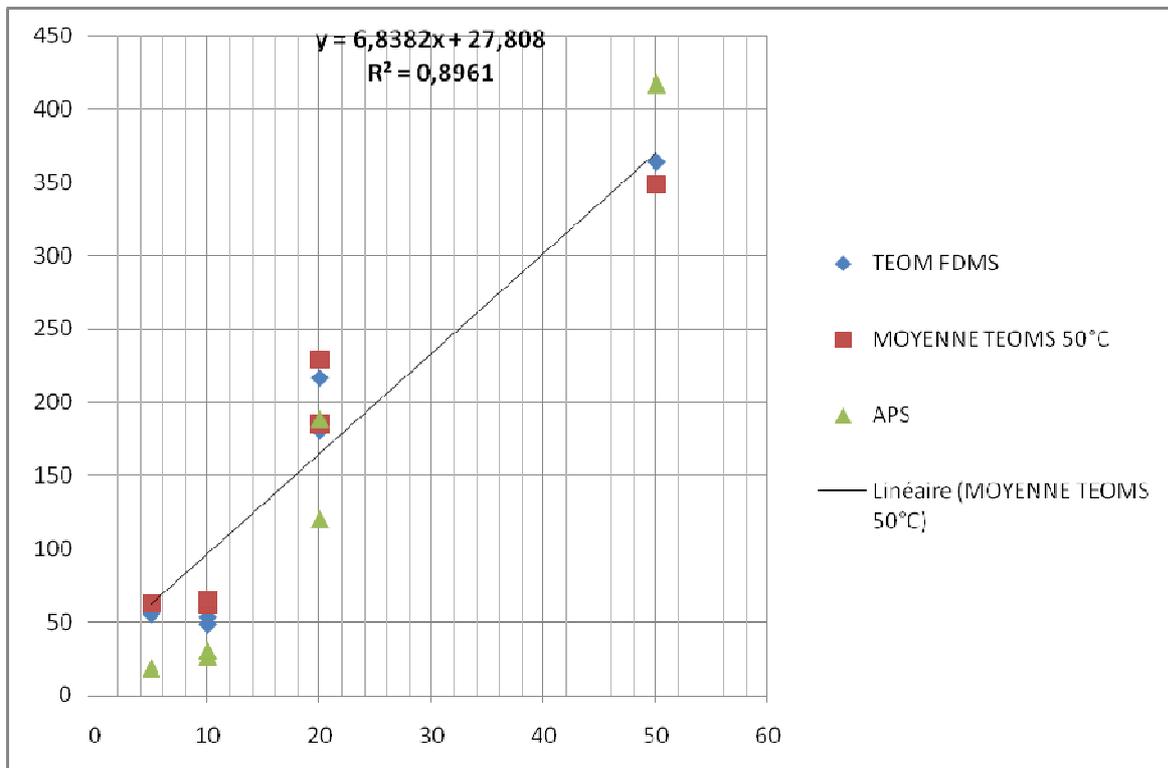
Plus on augmente la dilution par augmentation du débit du ventilateur, plus les concentrations diminuent.

On a noté une sous-estimation de la part du TEOM FDMS qui s'explique en partie par le fait qu'en l'absence d'une fraction semi-volatile, un TEOM FDMS mesure $3 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de moins qu'un TEOM 50°C . Celui-ci corrige systématiquement ses mesures. Cette correction fixée par le constructeur s'applique sous une forme $y = Ax + B$, avec $A = 3$ et $B = 1,03$.

Cependant cela ne justifie pas complètement l'écart constaté. Ce point sera à étudier lors de prochains essais.

Une étude des concentrations mesurées en fonction des conditions de génération, à pression d'alimentation en air et variateur du ventilateur fixés à 1 a été observée pour voir s'il se dégage une corrélation entre teneurs en sel et concentration mesurée (voir figure 14). Il apparaît effectivement un lien assez fort entre ces termes.

Figure 14 : relation entre teneur en sel et concentration mesurée.



Les figures 15 et 16 donnent la distribution en taille selon différentes conditions, pour 5 et 20 g/l de sel.

Figure 15 : distribution en taille pour une teneur de 5 g/l

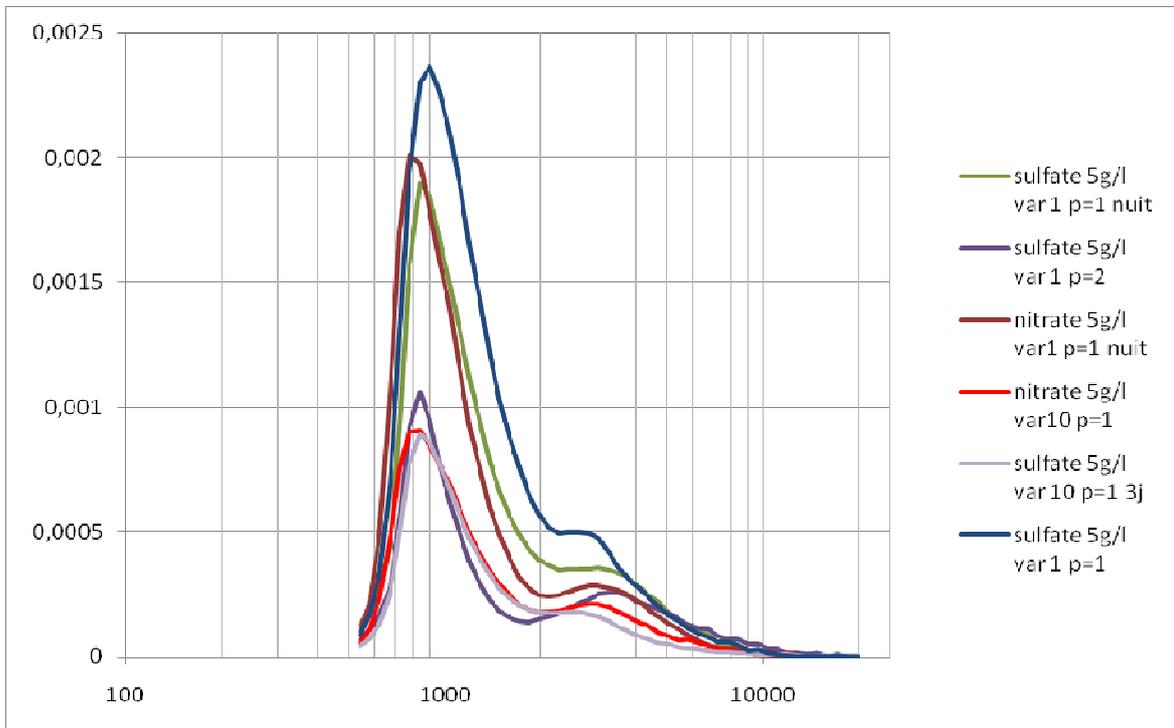
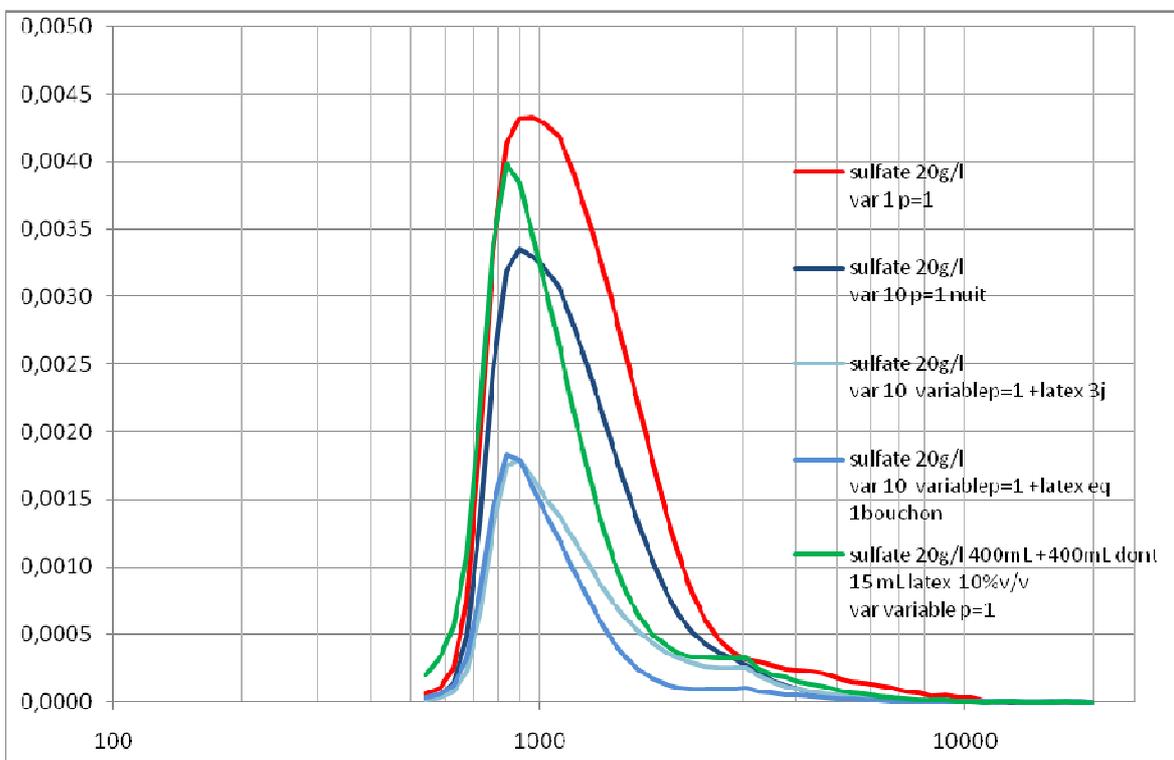


Figure 16 : distribution en taille pour une teneur de 20 g/l



Les deux distributions semblent bimodales, fortement marqué à 800 nanomètres et dans une moindre mesure à 2500 nanomètres (soit 2,5 μ m), les différentes conditions d'essais influençant la concentration générée.

La génération avec des billes de latex (10 μ m 10% v/v) n'apporte ni gain particulier en terme de concentration (voir tableau 1) ni en distribution en taille lié probablement au fait que la solution de billes de latex soit fortement diluée (10% en volume/volume).

L'essai en fonction de la nature du sel employée (sulfate ou nitrate de sodium) n'a pas donné de résultats probants.

4. DISCUSSION DES RESULTATS

4.1 MINI-CAST

La durée de chaque essai n'a pas excédé 3 heures. Aucune explication de l'arrêt brutal du brûleur n'a pu être trouvée à ce jour. Deux essais ont pu être exploités sur 10 jours d'utilisation. En tout état de cause, cette durée ne permet pas, dans un contexte d'intercomparaison, de pouvoir fournir des résultats exploitables statistiquement. Les exercices d'intercomparaison précédents ont établi qu'une durée maximale autour des huit heures doit être visée, incluant le lancement de la génération et sa stabilisation. Un régime stabilisé autour d'une concentration donnée d'au moins 3 heures est nécessaire afin d'obtenir 8 à 9 mesures quart-horaire, exploitables d'un point de vue statistique. La mesure quart-horaire étant la mesure sur le plus petit pas de temps utilisée par les AASQA.

De plus, la concentration maximale mesurée de l'ordre de 80 μ g/m³, majorée par la contribution de l'air ambiant, n'est pas suffisante par rapport à l'exigence d'avoir une plage utilisable de génération de 10 à 150 μ g/m³, le seuil journalier réglementaire étant de 50 μ g/m³.

En l'état, il n'apparaît possible d'utiliser un générateur du commerce tel que le MINI-CAST pour les essais de dopage PM.

4.2 NEBULISEUR TSI

Cette génération apporte des réponses satisfaisantes en termes de gamme de concentrations pouvant être générées, de durée et stabilité de la génération. Cependant, il reste à étudier plus finement la relation entre la teneur du sel employé et la concentration mesurée ainsi que la dilution utilisée. Cette cartographie nécessitera de nombreux essais dans les mêmes conditions pour attester de la répétabilité de ceux-ci. Le but étant d'obtenir un résultat équivalent systématiquement à une condition donnée.

De plus, la génération d'un aérosol mono dispersé à une taille donnée (2,5 et 10 μ m) va nécessiter l'emploi d'autres formes de particules calibrées. La mise en solution d'une poudre de particules calibrées peut être une technique répondant à ce besoin.

Sous réserve de mener plus d'essais pour conclure sur la répétabilité de la génération par nébulisation, ce système paraît être une alternative intéressante au générateur actuel par combustion.

Le facteur limitant pouvant être que cette nouvelle technique n'est pas représentative des émissions anthropiques primaires mais plus des espèces inorganiques secondaires. L'emploi d'un sel de nitrate d'ammonium, précurseur dans la pollution atmosphérique, pourrait être également intéressant.

5. PERSPECTIVES

En 2012, Il est convenu de mener les essais de réception technique du générateur par combustion LNIndustries, une fois celui-ci revenu de maintenance, puis de le valider en termes de gamme de concentrations obtenues, de répétabilité et de stabilité.

De même, il serait intéressant de compléter la connaissance de la génération par nébulisation en menant des essais complémentaires de caractérisation. Ceux-ci comprendraient une étude plus poussée des interférents possibles afin de les qualifier. Une fois les interférences quantifiées, on pourrait à l'instar du générateur par combustion valider ce type de génération en termes de gamme de concentrations obtenues, de répétabilité et de stabilité en lien avec les travaux du LCSQA/LNE sur le développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules. Cet exercice pourra être mené sur des sels de nature la plus proche possible de précurseurs existants tel un sel de nitrate d'ammonium (cible : nitrates particuliers d'origine naturelle ou anthropique).

Une autre piste de réflexion est la génération d'un aérosol mono-dispersée à une taille donnée (1, 2,5 ou 10 μ m au choix). La solution utilisée était trop diluée pour impacter la génération (10% v/v). Il faudra sous doute passer par la mise en solution d'une poudre de particules calibrées.

Il conviendra de mettre en place une vigilance technique pour éventuellement repérer et tester à l'avenir d'autres générateurs par combustion du commerce, le générateur LNIndustries étant notre seul exemplaire utilisant cette technique, représentative des aérosols à fraction carbonée.

Lors des exercices d'intercomparaison, les appareils de mesure sont tous soumis au même aérosol (air ambiant + dopage). La concentration de l'air ambiant impacte alors de la même façon tous les appareils qui sont comparés entre eux. Lors des essais de qualification des générateurs, il faudra connaître précisément la contribution de l'air ambiant, facteur non maîtrisable, lors de chaque essai afin de déterminer, pour chaque configuration testée (point de réglage), la concentration réelle de particules générées correspondant au dopage. Sur un même point de réglage, un nombre suffisant d'essais devront être réalisés pour pouvoir statuer sur la répétabilité de celui-ci d'un point de vue statistique et pouvoir ainsi le valider ou non.

Selon les résultats obtenus lors des campagnes de qualification des générateurs, il faudra mener de nouvelles campagnes d'intercomparaison en lien avec les travaux du LCSQA/LNE sur la fiche « mise au point d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules » mais aussi avec d'autres types analyseurs PM (e.g: jauge Béta, indicateurs optiques).