



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'énergie et du climat du Ministère de l'Écologie, du Développement Durable, des Transports et du Logement (MEDDTL) 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.

RESUME

Le TEOM (Tapered Element Oscillating Microbalance) est un appareil de mesure très répandu au sein des réseaux de surveillance de la qualité de l'air. Il est capable de mesurer en continu la concentration massique des particules en suspension dans l'air (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$), ce qui le rend préférable à la méthode gravimétrique qui nécessite des analyses postérieures au prélèvement.

A l'heure actuelle, cet appareil est étalonné à l'aide de cales étalons raccordées au système international. Ces cales, de masses connues, permettent de vérifier aisément la constante d'étalonnage de l'appareil. Néanmoins, elles présentent deux inconvénients majeurs :

- ü Leur masse est de l'ordre de 80 mg alors que les concentrations massiques de particules dans l'air ambiant sont plutôt de l'ordre de quelques μg .
- ü Un tel étalonnage ne permet pas de prendre en compte tout le système de prélèvement en amont de la mesure de la masse.

Par conséquent, le LNE a proposé de **développer une méthode d'étalonnage en masse du TEOM qui tienne compte des particularités décrites ci-dessus** et qui consiste à :

- ü Injecter des particules ayant des concentrations connues et stables dans le temps d'une part, sur le filtre du TEOM en passant par le système de prélèvement (hors tête de prélèvement) et d'autre part, sur un filtre externe,
- ü Comparer les concentrations massiques mesurées par le TEOM avec les concentrations massiques « vraies » mesurées par la méthode de référence (méthode gravimétrique) sur le filtre.

De plus, cette méthode doit tenir compte des spécificités des AASQA, puisqu'elle doit pouvoir être facilement mise en œuvre directement par les AASQA dans les stations de mesure pour l'étalonnage de leurs TEOM.

L'étude menée en 2005 a consisté à réaliser une bibliographie afin de faire un choix entre différents générateurs de particules proposés en fonction de leurs performances métrologiques et des conseils des fabricants.

Ce choix s'est porté sur le générateur CFG-1000 de la société PALAS distribué par la société ECOMESURE. Ce générateur comporte deux électrodes de graphite : l'une d'elle est reliée à la masse tandis que l'autre est reliée à un condensateur haute tension, lui-même alimenté par un dispositif haute tension réglable. Pour générer des particules, le condensateur est chargé jusqu'à sa tension de claquage. Une fois atteinte, le condensateur se décharge en formant une étincelle entre les électrodes. Celle-ci est suffisamment énergétique pour vaporiser le carbone à l'extrémité des électrodes. Le carbone sous forme vapeur est alors entraîné par un flux d'argon où il se condense en de très fines particules primaires qui coagulent entre elles pour former de plus ou moins gros agglomérats (leur taille est fonction de la concentration en particules). Ces agglomérats sont ensuite évacués vers la sortie du générateur. Ce générateur a été réceptionné au LNE en février 2006.

Les essais réalisés en 2006 ont porté sur la caractérisation par la méthode gravimétrique de référence du générateur de particules GFG-1000, ce qui a permis de déterminer les valeurs des concentrations massiques de particules générées par le générateur de particules et de démontrer sa répétabilité, sa linéarité en fonction du temps et de la fréquence d'étincelles, ainsi que sa stabilité dans le temps. Cependant, ce générateur n'a pas pu être couplé avec le TEOM 50°C du LNE à cause d'un problème de colmatage trop rapide du filtre du TEOM 50°C.

L'étude 2007 a consisté à poursuivre les investigations pour résoudre le problème de colmatage : des essais réalisés avec la société ECOMESURE ont conduit à modifier certains paramètres du TEOM 50°C, à savoir le débit du TEOM 50°C et le temps de moyennage pour le calcul de la moyenne

glissante et de la masse totale, ce qui a permis de ralentir considérablement le colmatage du filtre du TEOM 50°C et de rendre possible le dépôt d'une masse conséquente de particules sur le filtre du TEOM 50°C pendant un laps de temps correct, sans que le phénomène de colmatage ne se produise. Les essais de couplage du générateur de particules avec le TEOM 50°C ont donc été repris afin de continuer à optimiser la procédure. Toutefois, les essais montraient que certaines précautions devaient être prises pour obtenir un résultat fiable : de plus, un régulateur de débit massique (RDM) adéquat devait être utilisé, afin de réduire les incertitudes de mesure et notamment la répétabilité.

Suite à la mise en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50°C.

L'étude 2008 avait donc pour objectif de reprendre la procédure d'étalonnage développée pour le TEOM 50°C et basée sur l'utilisation du générateur de particules GFG-1000 (PALAS) afin de l'adapter au TEOM-FDMS. Cependant, en reprenant les essais avec le TEOM-FDMS, toutes les avancées des deux dernières années sur le TEOM 50°C ont dû être remises en question. En effet, cet appareil a des paramètres fixes pour son fonctionnement, et qui ne peuvent pas être modifiés pour pouvoir le coupler avec le générateur GFG-1000 (PALAS). De ce fait, le filtre du TEOM-FDMS se colmatait rapidement avec une très petite quantité de particules.

Pour essayer de résoudre le problème, plusieurs hypothèses de génération de particules ont été émises et des essais ont été effectués pour chacune d'elles. Les résultats de ces essais montraient que le seul générateur compatible avec le TEOM-FDMS était le nébuliseur de brouillard salin AGK 2000 (PALAS) qui permet de générer des masses de particules compatibles avec la gamme d'étalonnage (0 à 1000 µg), sans colmatage prématuré du filtre du TEOM-FDMS. Son principe repose sur le barbotage d'air comprimé dans une solution saline de concentration connue : l'aérosol produit est ensuite séché pour obtenir des particules de NaCl. Des essais effectués sur deux exemplaires de ce modèle montraient que ces appareils étaient linéaires et répétables, mais leurs points faibles étaient leur répétabilité et leur reproductibilité dans le temps.

L'étude menée en 2009 a donc porté sur l'optimisation de la méthode d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) et sur la réalisation de premiers essais de couplage entre ce générateur de particules et le TEOM-FDMS. Cette étude a permis de diminuer la répétabilité et la reproductibilité du protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en utilisant un porte-filtre, un régulateur de débit massique (RDM) et des filtres de protection. Toutefois, il restait à apporter des améliorations pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre. De premiers essais de couplage de ce générateur avec un TEOM-FDMS montraient des écarts significatifs entre les masses délivrées par le générateur et celles mesurées par le TEOM-FDMS (de l'ordre de 10 %).

En début 2010, la procédure d'étalonnage a dû être repensée à la suite des résultats obtenus en 2009 et des échanges techniques avec l'INERIS notamment sur le taux d'humidité trop élevé de l'aérosol circulant dans le TEOM-FDMS et susceptible de l'endommager, ce qui a impliqué de nombreux essais et a retardé les essais initialement prévus à l'INERIS pour 2010 en 2011.

Les essais réalisés en 2010 ont essentiellement porté sur l'optimisation de la méthode de caractérisation du générateur de particules par impaction des particules délivrées par le générateur sur un filtre externe pesé sur une balance de précision (méthode gravimétrique).

Les essais d'amélioration ont porté sur :

- ü l'utilisation d'un nouveau porte-filtre permettant de limiter les fuites,
- ü la faisabilité d'utiliser du sulfate d'ammonium à la place du chlorure de potassium pour diminuer l'agressivité du sel vis-à-vis du filtre,
- ü l'optimisation de la mise en œuvre du générateur (arrêt ou non du générateur entre les essais...),
- ü le test de différents systèmes de séchage de l'aérosol,
 - Utilisation d'un sécheur type FDMS,
 - Utilisation d'une chambre de sédimentation,
 - Utilisation de filtres contenant du silicagel...
- ü différentes façons de combiner les éléments cités ci-dessus.

Ces différents essais ont permis d'affiner le montage et d'améliorer la procédure d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS).

Des essais de reproductibilité ont été ensuite effectués. Ils ont consisté à générer des particules avec le générateur et à les impacter sur le filtre sur différents jours : les derniers essais montrent toutefois une reproductibilité sur les masses de particules impactées sur le filtre relativement élevée de l'ordre de 10%.

Néanmoins, il conviendra de tester cette procédure en tenant compte du temps de fonctionnement du générateur, ce qui devrait permettre de réduire cette incertitude.

De nouveaux essais de couplage du générateur avec le TEOM-FDMS du LNE montrent des écarts compris entre 4% et 8% entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et la masse moyenne lue sur l'analyseur TEOM-FDMS, ce qui semble mettre en évidence un mauvais réglage de l'analyseur.

L'écart entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et celle du filtre du porte-filtre est de l'ordre de 3 % : cet écart étant plus faible que celui entre la masse moyenne de pesée du filtre du TEOM-FDMS et la masse moyenne lue, ceci tendrait à confirmer l'hypothèse d'un dysfonctionnement de l'analyseur TEOM-FDMS.

Les perspectives pour 2011 sont résumées dans le tableau ci-après.

	TESTS	OBJECTIFS
1	Refaire les étalonnages du générateur avec le porte-filtre en mesurant le temps de fonctionnement du générateur	Réduire les écarts de reproductibilité
2	Refaire les étalonnages du TEOM-FDMS avec le générateur en prenant en compte le temps de fonctionnement du générateur et avec un temps de rotation de vanne de 15 min	
3	Déterminer l'évolution de la masse de KCl au cours du temps avec plus de précision	Connaître l'évolution de la masse de KCl déposée sur le filtre en fonction du temps d'utilisation du générateur
4	Etalonnage du TEOM-FDMS et du générateur en même temps	Connaître la différence entre la masse de particules de KCl déposée sur le filtre du porte-filtre et celle sur le filtre du TEOM-FDMS en simultané et avec des conditions de fonctionnement du générateur identiques
5	Suivre la formation sur la maintenance du TEOM-FDMS (ECOMESURE)	Accroître les connaissances sur le fonctionnement du TEOM-FDMS
6	Mise en œuvre de la procédure pour étalonner les TEOM-FDMS du LCSQA-INERIS sur le site de Verneuil-en-Halatte	Faisabilité du transfert de la méthode dans les stations de mesure et apport de modifications ou d'améliorations si nécessaire
7	Tester un autre générateur (TSI) disponible au LNE	Trouver un générateur plus stable dans le temps

SOMMAIRE

1. CONTEXTE.....	1
2. RAPPEL DES PRINCIPALES CONCLUSIONS DE L'ETUDE MENEES DEPUIS 2006 ..	1
3. OBJECTIF	3
4. ETAPES DE DEVELOPPEMENT DE LA METHODE D'ETALONNAGE EN MASSE DU TEOM-FDMS	3
5. MATERIELS UTILISES.....	4
5.1. ANALYSEUR TEOM-FDMS	4
5.2. GENERATEUR AGK 2000 (PALAS)	5
6. AMELIORATION DU SYSTEME D'ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE	6
7. ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE	7
7.1. MODE OPERATOIRE	7
7.2. EXEMPLE DE RESULTATS OBTENUS LORS D'UN ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE	8
7.3. SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS EN FONCTION DES EVOLUTIONS APPORTEES	9
7.4. COMMENTAIRES SUR LES RESULTATS OBTENUS	19
8. INFLUENCE DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR.....	21
8.1. ESTIMATION DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR	21
8.2. ETUDE DE L'EVOLUTION DES MASSES MOYENNES DE CHLORURE DE POTASSIUM EN FONCTION DES NUMEROS DES FILTRES ET DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR	21
8.3. CONCLUSION	23
9. ETALONNAGE DE L'ANALYSEUR TEOM-FDMS AVEC LE GENERATEUR	23
9.1. MODE OPERATOIRE	23
9.2. RESULTATS OBTENUS AVEC L'ANALYSEUR TEOM-FDMS	24
9.3. COMPARAISON DES MASSES OBTENUES AVEC L'ANALYSEUR TEOM-FDMS ET CELLES OBTENUES LORS DE L'ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE	25
9.4. CONCLUSION	25

10. ESTIMATION DE L'EVOLUTION DE LA MASSE DE CHLORURE DE POTASSIUM DEPOSEE SUR LE FILTRE.....	26
10.1. RAPPEL ET CLASSEMENT DES RESULTATS DES ETALONNAGES DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE	26
10.2. DETERMINATION DE L'EVOLUTION DE LA MASSE DE CHLORURE DE POTASSIUM PAR RAPPORT AU FILTRE N°1.....	26
10.3. CONCLUSION.....	27
11. CONCLUSION GENERALE.....	28
12. PERSPECTIVES POUR 2011.....	29
13. ANNEXE : PROGRAMME DE TRAVAIL 2010	30

1. CONTEXTE

Les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA) ont pour mission de mesurer les concentrations des polluants dans l'air ambiant.

Parmi ces polluants, se trouvent les particules dont il convient de mesurer les concentrations massiques.

Ces mesures peuvent être effectuées en utilisant un analyseur automatique appelé TEOM, qui est constitué d'une microbalance à variation de fréquence.

Au sein du LCSQA, le LNE a pour mission d'assurer la traçabilité des mesures réalisées par les AASQA.

Pour cette raison, le LNE s'est intéressé à l'étalonnage actuel du TEOM qui est réalisé à l'aide d'une cale étalon raccordée au système international.

Cet étalonnage présente deux inconvénients majeurs :

- ü Le premier concerne la masse de la cale étalon : elle est de l'ordre de 80 mg, alors que les concentrations massiques en particules mesurées dans l'air ambiant sont plutôt de l'ordre d'une dizaine de microgrammes ;
- ü Le second concerne l'étalonnage : il ne permet pas de prendre en compte le système de prélèvement en amont de la microbalance (tube de prélèvement).

2. RAPPEL DES PRINCIPALES CONCLUSIONS DE L'ETUDE MENEES DEPUIS 2006

En 2005, une bibliographie approfondie [1] a permis de faire un choix entre différents générateurs de particules proposés en fonction de leurs performances métrologiques et des conseils des fabricants.

Ce choix s'est porté sur le générateur GFG 1000 de la société PALAS qui est distribué en France par la société ECOMESURE : ce générateur a été réceptionné en février 2006.

Les principales conclusions de l'étude menée en 2006 étaient les suivantes :

- ü Les essais avaient permis de montrer que le générateur de particules GFG 1000 (PALAS) avaient de bonnes performances métrologiques en termes de répétabilité, de linéarité et de stabilité dans le temps.
- ü Par contre, les essais effectués pour coupler le générateur de particules au TEOM 50°C n'avaient pas été concluants. En effet, très vite, des difficultés sont apparues, car le TEOM 50 °C indiquait un colmatage du filtre de 100 % en très peu de temps (5 min à 37 Hz), malgré une masse déposée très faible : environ 70 µg. Or, le TEOM 50°C est conçu pour collecter de 3 à 5 mg.

Après différents essais (changement des électrodes, variation de la fréquence, changement de type de filtre) et contacts avec la société ECOMESURE, distributeur du TEOM 50°C, des générateurs GFG 1000 (PALAS) et AGK 2000 (PALAS), une hypothèse avait été émise à savoir que les charges des particules de graphite étaient susceptibles d'altérer le bon fonctionnement de l'appareil. Par conséquent, pour confirmer ou non cette hypothèse, la société ECOMESURE avait mené une série d'essais avec notre générateur et leur TEOM 50°C en mettant en œuvre un neutraliseur et une unité de décharge : toutefois, ces essais n'avaient pas permis de résoudre le problème.

Ensuite, la société ECOMESURE avait réalisé des essais en diminuant d'un tiers le débit de pompage du TEOM 50 °C (1 l/min au lieu des 3 l/min à l'origine) : dans ces conditions, les résultats montraient que le colmatage était moins vite atteint.

Enfin, après s'être renseignée auprès du fabricant du générateur de particules, la société ECOMESURE avait émis une autre hypothèse basée sur l'influence de la granulométrie des particules sur le colmatage. En effet, les très fines particules en forte concentration, diminueraient très fortement la durée d'utilisation du filtre.

Sur la base des essais effectués par la société ECOMESURE, de nouvelles conditions opératoires avaient pu être définies :

- ü Le débit de pompage du TEOM 50 °C avait été abaissé à 1 l/min et son temps d'intégration diminué de 600 à 6 s.
- ü La fréquence du générateur GFG 1000 (PALAS) avait été ajustée de façon à être proche de son maximum pour pouvoir générer les plus grosses particules possibles.

La méthode ainsi adaptée, les essais avaient repris mi-janvier 2007, après avoir récupéré le matériel.

En optimisant la méthode, le principal problème de colmatage mis en évidence lors du couplage du TEOM 50 °C et du générateur GFG 1000 (PALAS) en 2006 avait pu être résolu, puisqu'il était possible de déposer une masse conséquente sur le filtre du TEOM 50 °C pendant un laps de temps correct, sans que le phénomène de colmatage ne se produisit : les résultats obtenus en 2007 lors du couplage entre le générateur GFG 1000 (PALAS) et le TEOM 50 °C conduisaient alors à des incertitudes de l'ordre de grandeur de celles données par le constructeur (10 %).

Toutefois, depuis 2006, il a été décidé de mettre en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure : cette procédure consiste à mettre en parallèle un TEOM 50°C et un TEOM-FDMS dans les stations de référence et à ajuster ensuite les données PM des autres stations en utilisant les écarts constatés entre le TEOM 50°C et le TEOM-FDMS. Dans cette procédure, le TEOM-FDMS peut donc être considéré comme une référence.

Au vu de ces nouveaux choix techniques, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50°C dès 2008.

Cependant, en reprenant les essais avec le TEOM-FDMS en 2008, toutes les avancées des deux années précédentes (2006 et 2007) sur le TEOM 50°C ont dû être remises en question. En effet, cet appareil a des paramètres fixes pour son fonctionnement, et qui ne peuvent pas être modifiés pour pouvoir le coupler avec le générateur GFG 1000 (Palas). De ce fait, le filtre du TEOM-FDMS se colmatait rapidement avec une très petite quantité de particules.

Pour essayer de résoudre le problème, plusieurs hypothèses de génération de particules ont été émises et des essais ont été effectués pour chacune d'elles.

Les résultats de ces essais menés en 2008 ont montré que le seul générateur compatible avec le TEOM-FDMS est le nébuliseur de brouillard salin AGK 2000 (PALAS) : il permet de générer des masses de particules compatibles avec la gamme d'étalonnage (0 à 1000 µg), sans colmatage prématuré du filtre du TEOM-FDMS.

L'étude menée en 2009 a permis d'optimiser le protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en utilisant un porte-filtre, un régulateur de débit massique (RDM) et des filtres de protection. Toutefois, il avait été mis en évidence que des améliorations devaient être apportées pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre, afin d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité du protocole d'étalonnage.

De premiers essais de couplage de ce générateur avec un TEOM-FDMS montraient qu'il n'y avait plus de problème de colmatage du filtre du TEOM-FDMS

Par contre, il était observé des écarts significatifs entre les masses délivrées par le générateur et celles mesurées par le TEOM-FDMS (de l'ordre de 10 %).

3. OBJECTIF

L'objectif de cette étude est de développer une méthode d'étalonnage en masse des appareils de mesure des concentrations massiques particulières dans l'air ambiant type TEOM-FDMS qui tienne compte des particularités décrites dans le paragraphe 2 et qui consiste à :

- ü Injecter des particules ayant des concentrations connues et stables dans le temps d'une part, sur le filtre du TEOM-FDMS en passant par le système de prélèvement (hors tête de prélèvement) et d'autre part, sur un filtre externe,
- ü Comparer les concentrations massiques mesurées par le TEOM-FDMS avec les concentrations massiques « vraies » mesurées par la méthode de référence (méthode gravimétrique) sur le filtre.

De plus, cette méthode doit tenir compte des spécificités des AASQA, puisqu'elle doit pouvoir être facilement mise en œuvre directement par les AASQA dans les stations de mesure pour l'étalonnage de leurs TEOM-FDMS.

Par conséquent, l'étude menée en 2010 a porté sur l'amélioration de la répétabilité et de la reproductibilité du protocole d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS) en mettant en place des solutions techniques pour diminuer le taux d'humidité sur les filtres placés sur le porte-filtre.

NOTE : Le programme de travail défini initialement pour l'année 2010 est fourni en annexe 1.

4. ETAPES DE DEVELOPPEMENT DE LA METHODE D'ETALONNAGE EN MASSE DU TEOM-FDMS

La première étape consiste à qualifier le générateur en termes de justesse, de répétabilité, de reproductibilité dans le temps et de linéarité en mettant en œuvre une méthode de référence qui, dans le cas des mesures de particules, est la méthode gravimétrique (cf. figure 1 ci-après).

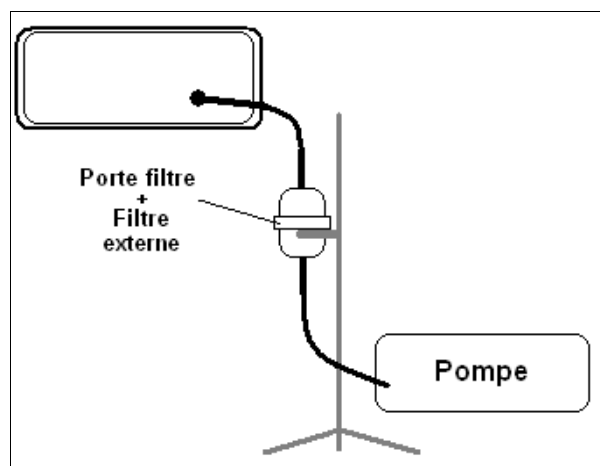


Figure 1 : Schéma du montage de qualification du générateur de particules

Cette méthode conduit à impacter les particules générées par le générateur de particules sur un filtre placé dans un porte-filtre et à peser ce filtre sur une balance de précision.

Elle permet :

- ü de déterminer les valeurs des masses de particules générées pour différents réglages du générateur de particules ;
- ü d'estimer les incertitudes de répétabilité, de reproductibilité dans le temps et de linéarité du générateur de particules.

Après qualification du générateur, la seconde étape consiste à le coupler avec le TEOM-FDMS (cf. figure 2 ci-après).

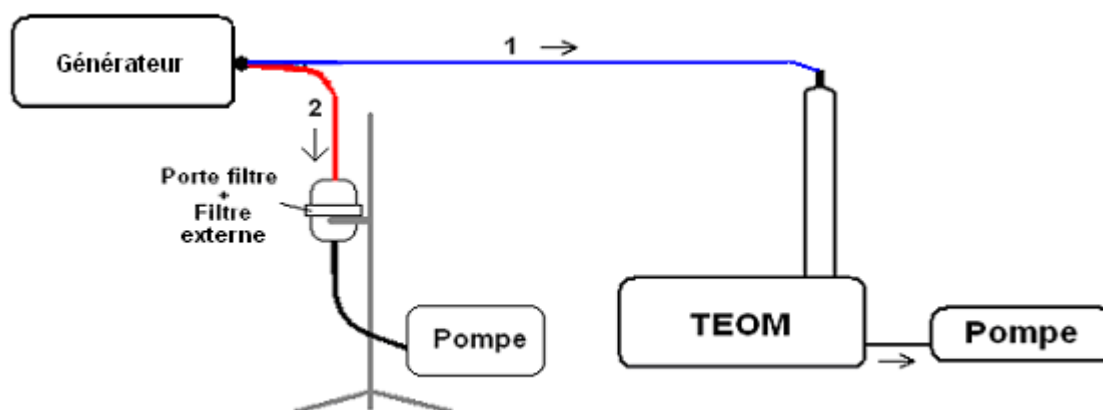


Figure 2 : Couplage du TEOM-FDMS et du générateur de particules

La validation de la méthode d'étalonnage proposée pour le TEOM-FDMS consiste à :

- ü Générer des particules sur le filtre externe avec le générateur, puis à le peser sur une balance de précision pour déterminer la masse de particules impactées sur le filtre, soit m_2 (voie 2) ;
- ü Générer des particules en conservant les mêmes paramètres de réglage que précédemment dans le TEOM-FDMS et à relever la masse de particules indiquée sur l'affichage du TEOM-FDMS, soit m_1 (voie 1) ;
- ü Comparer les masses obtenues par les 2 méthodes, soit m_1 et m_2 .

Si les masses ne sont pas significativement différentes au vu des incertitudes, on considérera que l'étalonnage du TEOM-FDMS est correct et ne doit pas être modifié. Dans le cas contraire, il conviendra de rechercher les causes de l'anomalie.

5. MATÉRIELS UTILISÉS

5.1. ANALYSEUR TEOM-FDMS

L'analyseur TEOM-FDMS est représenté sur la figure ci-après.



Figure 3 : Photo du TEOM-FDMS

5.2. GENERATEUR AGK 2000 (PALAS)

Le générateur AGK 2000 est représenté sur la figure ci-après.



Figure 4 : Photo du générateur AGK 2000 (PALAS)

Le générateur AGK 2000 (PALAS) est un générateur de brouillard salin.

Son fonctionnement demande une alimentation en air comprimé fourni par le laboratoire. La pression est régulée en entrée. Le gaz barbote dans une solution saline de concentration connue.

Pour une meilleure homogénéisation, le mélange gazeux passe dans un cyclone, avant de sortir par un tuyau de large diamètre.

6. AMELIORATION DU SYSTEME D'ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE

27 étalonnages du générateur avec le porte-filtre ont été réalisés. Les résultats montrent que les valeurs des coefficients directeurs des droites ne sont pas reproductibles au cours du temps.

Les problèmes rencontrés sont les suivants :

- ü La consigne du régulateur de débit massique (RDM) du porte filtre doit être augmentée jusqu'à 5l/min (débit maximum du régulateur) pour pouvoir maintenir un débit à l'entrée du porte-filtre de 3l/min ;
- ü Un dépôt marron est observé sur certains filtres ;
- ü Il est observé de l'humidité sur les filtres et une présence d'eau dans les tuyaux au niveau du sécheur FDMS en amont du porte-filtre.

L'efficacité du sécheur FDMS utilisé pour l'étalonnage du générateur est remise en cause ; par conséquent, il est décidé de le renvoyer à la société Ecomesure pour expertise.

Le sécheur FDMS est alors démonté pour contrôler l'état de la membrane et un trou dans la membrane est constaté.

Le trou dans la membrane peut expliquer :

- ü Le dépôt marron sur les filtres qui provient de la dégradation de la membrane du sécheur FDMS ;
- ü La présence de particules de chlorure de potassium dans le RDM en fin d'année 2009.

Après la maintenance réalisée sur le sécheur FDMS, de nouveaux étalonnages du générateur sont réalisés.

Il est alors constaté une décroissance des valeurs des coefficients directeurs des droites au cours du temps. L'odeur de solvant et la présence de particules de marron vont peu à peu diminuer jusqu'à disparaître au fur et à mesure que sont effectués des essais.

Cependant, les filtres dans le porte-filtre sont beaucoup plus humides, ce qui accroît le temps de séchage des filtres dans le dessiccateur.

Le thermostat de chauffage du ruban autour du porte filtre est donc augmenté de 5 à 7 afin de limiter le temps de présence des filtres dans le dessiccateur.

Peu à peu, il a été observé que lorsque le porte-filtre était démonté, des particules de chlorure de potassium s'aggloméraient dans le tuyau : il pouvait être alors imaginé que les particules puissent tomber d'un coup sur les filtres du porte-filtre.

Des modifications techniques ont donc été apportées au montage pour améliorer l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre, à savoir :

- ü Elimination du ruban de chauffage ;
- ü Remplacement de l'ancien porte-filtre avec un système vissage par un nouveau porte-filtre avec un système de serrage à double joint ;
- ü Ajout de deux filtres contenant du gel de silice et d'une chambre de sédimentation après le générateur ;
- ü Elimination du filtre de protection du RDM contre les particules ;
- ü Remplacement du filtre de protection du RDM contre l'humidité par un filtre plus étanche ;
- ü Elimination du sécheur TFDMS.

7. ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE

7.1. MODE OPERATOIRE

Etape 0 : Conditionnement des filtres

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour qu'ils soient conditionnés à température et humidité ambiantes.

Etape 1 : Conditionnement du générateur et du porte filtre

- Mettre en fonctionnement le régulateur de débit et changer le gel de silice du filtre de protection du RDM (12 h avant l'utilisation) ;
- Changer le gel de silice des deux filtres (Gel de silice à température ambiante) ;
- Nettoyer la chambre de sédimentation à l'air comprimé ;
- Enlever le flacon du générateur et mettre à 1,8 bars pour purger le système ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes de la solution de KCl ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre 250 ml de la solution de KCl à 2,0 g/l dans le flacon du générateur ;
- Arrêter le générateur ;
- Remettre le flacon contenant 250 ml de solution KCl à 2,0 g/l ;
- Brancher le tuyau du générateur avec le système de filtration contre l'humidité (le système de déshumidification est constitué de 2 filtres contenant du gel de silice et de la chambre de sédimentation) ;
- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression à 1,8 bars pour conditionner le générateur pendant 15 min ;
- Mesurer et régler le débit traversant le porte filtre à 3 NI/min avec le débitmètre gazeux BIOS.

Etape 2 : Pesée des filtres

- Peser les filtres avec la méthode Borda suivante :
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin

Etape 3 : Etalonnage du générateur avec le porte-filtre et détermination de la répétabilité du générateur

- Brancher les tuyaux entre la sortie du système de déshumidification et le porte-filtre et lancer le chronomètre pour une durée de 15 min ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et le porte-filtre quand le chronomètre sonne ;
- Changer le filtre ;
- Refaire l'étape 3 pour un temps de génération de 12 min et de 6 min.
- Peser le filtre.

Réitérer les étapes 2 et 3 deux fois

Etape 4 : Nettoyage du générateur et de l'ensemble des filtres

- Récupérer l'ensemble du gel de silice utilisé pendant l'étalonnage ;
- Mettre le gel de silice à l'étuve pour régénération ;
- Mettre le gel de silice dans le filtre de protection du RDM ;
- Nettoyer la chambre de sédimentation à l'eau déminéralisée et à l'air comprimé ;
- Nettoyer le tuyau du générateur avec de l'eau déminéralisée ;
- Laisser sécher le tuyau du générateur ;
- Remplacer la solution de chlorure de potassium contenue dans le générateur par de l'eau déminéralisée ;
- Faire fonctionner le générateur contenant l'eau déminéralisée pendant 12h au minimum.

7.2. EXEMPLE DE RESULTATS OBTENUS LORS D'UN ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE

Un exemple de résultats obtenus au cours d'un étalonnage est reporté dans les tableaux et figure ci-après.

OPERATEUR: TV
CLIENT: LNE
DATE : 29/09/2010
N°BALANCE
N°RDM

TYPE
APPAREIL: AGK2000
N°APPAREIL: SN0161
N°LOT FILTRE: T12140CW

ETALON: Filtre B
N°LOT KCL
[Con]KCL
date 27/09/2010

Temps (min)	N°Filtre	Etat du filtre	Masse T1	Masse E1	Masse E2	Masse T2	Delta X	Md en µg	Moyenne (µg)	Ecart-type (%)
0	15	sans dépôt	0,099373	0,099512	0,099512	0,099372	0,00014		414,6	2,8
6		avec dépôt	0,099365	0,099915	0,099918	0,099364	0,00055	412,5		
0	18	sans dépôt	0,099372	0,099665	0,099665	0,09937	0,00029			
6		avec dépôt	0,099364	0,100078	0,100078	0,099364	0,00071	420,0		
0	21	sans dépôt	0,099371	0,099666	0,099665	0,099369	0,00030			
6		avec dépôt	0,099364	0,100057	0,100058	0,099361	0,00069	399,5		
0	24	sans dépôt	0,099367	0,098846	0,098846	0,099368	-0,00052			
6		avec dépôt	0,099366	0,09927	0,099271	0,099365	-0,00009	426,5		
0	14	sans dépôt	0,099369	0,098863	0,098862	0,099373	-0,00051		841,6	2,9
12		avec dépôt	0,099365	0,099664	0,099667	0,099368	0,00030	807,5		
0	17	sans dépôt	0,09937	0,098498	0,098501	0,09937	-0,00087			
12		avec dépôt	0,09936	0,099331	0,099331	0,099364	-0,00003	839,5		
0	20	sans dépôt	0,099373	0,100852	0,10085	0,099369	0,00148			
12		avec dépôt	0,099362	0,101701	0,1017	0,099362	0,00234	858,5		
0	23	sans dépôt	0,099368	0,099623	0,099624	0,09937	0,00025			
12		avec dépôt	0,099362	0,100476	0,100478	0,099361	0,00112	861,0		
0	13	sans dépôt	0,099371	0,09873	0,098729	0,099371	-0,00064		1032,0	3,5
15		avec dépôt	0,099368	0,099712	0,099712	0,09937	0,00034	984,5		
0	16	sans dépôt	0,099372	0,098702	0,098702	0,099369	-0,00067			
15		avec dépôt	0,099363	0,09972	0,099721	0,099364	0,00036	1025,5		
0	19	sans dépôt	0,099373	0,100179	0,10018	0,099374	0,00081			
15		avec dépôt	0,099362	0,101218	0,101218	0,09936	0,00186	1051,0		
0	22	sans dépôt	0,099369	0,098379	0,098379	0,099372	-0,00099			
15		avec dépôt	0,099363	0,09944	0,099439	0,099365	0,00008	1067,0		

Tableau 1 : Récapitulatif des résultats obtenus et linéarité du générateur

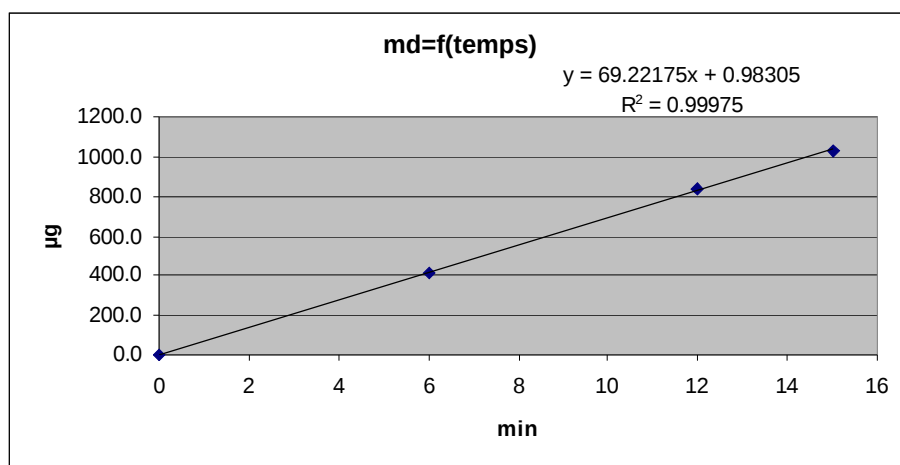


Figure 5 : Représentation de la linéarité du générateur (porte-filtre)

Temps (min)	N°Filtre	Md (µg)	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)
6	15	412,5	68,8
6	18	420,0	70,0
6	21	399,5	66,6
6	24	426,5	71,1
12	14	807,5	67,3
12	17	839,5	70,0
12	20	858,5	71,5
12	23	861,0	71,7
15	13	984,5	65,6
15	16	1025,5	68,4
15	19	1051,0	70,1
15	22	1067,0	71,1

Moyenne	69,3 µg/min
Ecart-type	2,0 µg/min

Tableau 2 : Récapitulatif des valeurs des masses de chlorure de potassium en fonction du temps de chargement du filtre

7.3. SYNTHÈSE DES RESULTATS OBTENUS EN FONCTION DES EVOLUTIONS APPORTEES

Le tableau ci-après résume les essais effectués en fonction de l'évolution du protocole et/ou du montage.

Série	Essais	Evolution du protocole et/ou du montage
1	1 à 12	Générateur + Sécheur FDMS + 2*filtres+ Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 2 filtres de protection + RDM + [KCl]=2g/l
2	13 à 19	Générateur + Sécheur FDMS + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 2 filtres de protection + RDM + [(NH ₄) ₂ SO ₄]=2g/l
3	20 à 31	Générateur + 2*filtres+ Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l
4	32 à 41	Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l
5	42 à 45	Générateur + Chambre de sédimentation + 2*filtres + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l
6	46 à 51	Générateur + 2*filtres+ Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l - pas de chambre sédimentation
7	52 à 58	Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=4g/l

Tableau 3 : Récapitulatif résumant l'évolution du protocole et/ou du montage durant les essais

Les résultats obtenus pour chaque série sont reportés dans les paragraphes ci-après.

Suite du rapport page suivante

7.3.1. Résultats obtenus pour la série 1

SÉRIE N° 1												
ESSAI N°	12	11	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1
DATE	11/08/2010	10/08/2010	10/08/2010	09/08/2010	09/08/2010	06/08/2010	05/08/2010	05/08/2010	04/08/2010	03/08/2010	03/08/2010	02/08/2010
	1	2	1	2	1	1	2	1	1	2	1	1
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)											
3	432,5	488	459	478,5	448,5	417,5	426,5	393,5	388	423	401,5	482
6	417,5	496,5	427,5	455	458,5	417,5	430	386	439,5	419	442,5	477
9	367	499	422,5	453	452	371,5	421,5	347	412,5	428,5	419,5	500
12	421	492	446,5	437,5	425,5	378,5	405,5	362	378	437,5	414,5	507,5
2	860	993,5	930	954	937,75	824	870,5	777	791,5	830,5	881,5	990,5
5	839,5	1020	881,5	870	911	795	892	818,5	815	812,5	849,5	964,5
8	745	968	840,5	887,5	879,5	794,5	857,5	719,95	801	834,5	893,5	939,5
11	823,5	951,5	863,5	906,5	878	769,5	841,5	742	752	836,5	851,5	973
1	1126	1167,5	1105	1153,5	1109	988	1082	995,5	1024,5	1061	1088,5	1230
4	1074	1230	1128,5	1141,5	1165	1044,5	1107,5	924,5	1033,5	1066,5	1017,5	1164
7	997,5	1224	1057	1130,5	1114,5	1011,5	1055	940	995,5	1036,5	1122,5	1197
10	1040,5	1210,5	1096	1127,5	1107	940,5		904,5	965	1017	1059,5	1182,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)											
3	72,08	81,33	76,50	79,75	74,75	69,58	71,08	65,58	64,67	70,50	66,92	80,33
6	69,58	82,75	71,25	75,83	76,42	69,58	71,67	64,33	73,25	69,83	73,75	79,50
9	61,17	83,17	70,42	75,50	75,33	61,92	70,25	57,83	68,75	71,42	69,92	83,33
12	70,17	82,00	74,42	72,92	70,92	63,08	67,58	60,33	63,00	72,92	69,08	84,58
2	71,67	82,79	77,50	79,50	78,15	68,67	72,54	64,75	65,96	69,21	73,46	82,54
5	69,96	85,00	73,46	72,50	75,92	66,25	74,33	68,21	67,92	67,71	70,79	80,38
8	62,08	80,67	70,04	73,96	73,29	66,21	71,46	60,00	66,75	69,54	74,46	78,29
11	68,62	79,29	71,96	75,54	73,17	64,13	70,13	61,83	62,67	69,71	70,96	81,08
1	75,07	77,83	73,67	76,90	73,93	65,87	72,13	66,37	68,30	70,73	72,57	82,00
4	71,60	82,00	75,23	76,10	77,67	69,63	73,83	61,63	68,90	71,10	67,83	77,60
7	66,50	81,60	70,47	75,37	74,30	67,43	70,33	62,67	66,37	69,10	74,83	79,80
10	69,37	80,70	73,07	75,17	73,80	62,70		60,30	64,33	67,80	70,63	78,83

Tableau 4 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 1 (Générateur + Sécheur FDMS + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 2 filtres de protection + RDM + [KCL]=2g/l)

Suite du rapport page suivante

7.3.2. Résultats obtenus pour la série 2

SÉRIE N° 2							
ESSAI N°	19	18	17	16	15	14	13
DATE	20/08/2010	19/08/2010	19/08/2010	18/08/2010	18/08/2010	17/08/2010	12/08/2010
	1	2	1	2	1	1	2
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)						
3	501	519,5	495,5	469	453	472	632
6	528,5	554	533	484	487	529	632,5
9	553	571,5	540	494,5	538	512,5	650
12	596	594,5	566,5	500	543,5	600,5	678,5
2	969	970	929,5	906,5	898	921	1115
5	1013,5	1025,5	971,5	936	931,5	984	1189
8	1059	1099,5	1037,5	970	948,5	1014,5	1187,5
11	1105	1065	1049	1010,5	980	1050,5	1219
1	1204	1156,5	1122	1098,5	1112,5	1126	1316,5
4	1212	1248,5	1178	1168,5	1137,5	1181	1440,5
7	1264,5	1260	1227,5	1183	1160	1247,5	1458,5
10	1332,5	1365	1260,5	1245,5	1242,5	1324	1477,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)						
3	83,50	86,58	82,58	78,17	75,50	78,67	105,33
6	88,08	92,33	88,83	80,67	81,17	88,17	105,42
9	92,17	95,25	90,00	82,42	89,67	85,42	108,33
12	99,33	99,08	94,42	83,33	90,58	100,08	113,08
2	80,75	80,83	77,46	75,54	74,83	76,75	92,92
5	84,46	85,46	80,96	78,00	77,63	82,00	99,08
8	88,25	91,63	86,46	80,83	79,04	84,54	98,96
11	92,08	88,75	87,42	84,21	81,67	87,54	101,58
1	80,27	77,10	74,80	73,23	74,17	75,07	87,77
4	80,80	83,23	78,53	77,90	75,83	78,73	96,03
7	84,30	84,00	81,83	78,87	77,33	83,17	97,23
10	88,83	91,00	84,03	83,03	82,83	88,27	98,50

Tableau 5 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 2 (Générateur + Sécheur FDMS+ 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 2 filtres de protection + RDM + $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]=2\text{g/l}$)

Suite du rapport page suivante

7.3.3. Résultats obtenus pour la série 3

SÉRIE N° 3												
ESSAI N°	31	30	29	28	27	26	25	24	23	22	21	20
DATE	03/09/2010	03/09/2010	02/09/2010	02/09/2010	01/09/2010	01/09/2010	31/08/2010	27/08/2010	26/08/2010	25/08/2010	25/08/2010	24/08/2010
	2	1	2	1	2	1	1	1	1	2	1	
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)											
3	398	422	420	383	410	405	421	407	417,5	464	445	441
6	409	413	404,5	431,5	425	392	398	433,5	416,5	434,5	438	453
9	423	400	387	420	381	394	394,5	381	414	434	420,5	430,5
12	376,5	388	398,5	394,5	400	378,5	381	382	410	424	401	408,5
2	765,5	827	811	828,5	809,5	806	789	847	855	858,5	896	859
5	838	825	829,5	849	818	776,5	799	855,5	841,5	879,5	861,5	893
8	781	805	831	767,5	795,5	786	789	833,5	832,5	851,5	834	843,5
11	797	767	803,5	752,5	804,5	771,5	753	762,5	809,5	853	814	824,5
1	1032,5	1018	1065	1060	949	1061	1024,5	1039	1042	1149,5	1131,5	1136
4	1062	1039	1017	1044,5	1011,5	997,5	999	1078	1040	1128	1090	1086
7	986	1007,5	1035,5	1030	998	990	974,5	1046,5	1057	1090,5	1074	1074,5
10	1009	955	982,5	1007	1019,5	981,5	985	977,5	1011,5	1051,5	1027,5	1035,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)											
3	66,33	70,33	70,00	63,83	68,33	67,50	70,17	67,83	69,58	77,33	74,17	73,50
6	68,17	68,83	67,42	71,92	70,83	65,33	66,33	72,25	69,42	72,42	73,00	75,50
9	70,50	66,67	64,50	70,00	63,50	65,67	65,75	63,50	69,00	72,33	70,08	71,75
12	62,75	64,67	66,42	65,75	66,67	63,08	63,50	63,67	68,33	70,67	66,83	68,08
2	63,79	68,92	67,58	69,04	67,46	67,17	65,75	70,58	71,25	71,54	74,67	71,58
5	69,83	68,75	69,12	70,75	68,17	64,71	66,58	71,29	70,12	73,29	71,79	74,42
8	65,08	67,08	69,25	63,96	66,29	65,50	65,75	69,46	69,38	70,96	69,50	70,29
11	66,42	63,92	66,96	62,71	67,04	64,29	62,75	63,54	67,46	71,08	67,83	68,71
1	68,83	67,87	71,00	70,67	63,27	70,73	68,30	69,27	69,47	76,63	75,43	75,73
4	70,80	69,27	67,80	69,63	67,43	66,50	66,60	71,87	69,33	75,20	72,67	72,40
7	65,73	67,17	69,03	68,67	66,53	66,00	64,97	69,77	70,47	72,70	71,60	71,63
10	67,27	63,67	65,50	67,13	67,97	65,43	65,67	65,17	67,43	70,10	68,50	69,03

**Tableau 6 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 3 (Générateur + 2*filtres+
Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l)**

Suite du rapport page suivante

7.3.4. Résultats obtenus pour la série 4

SÉRIE N° 4										
ESSAI N°	41	40	39	38	37	36	35	34	33	32
DATE	14/09/2010	14/09/2010	13/09/2010	13/09/2010	10/09/2010	09/09/2010	09/09/2010	08/09/2010	07/09/2010	07/09/2010
	2	1	2	1	1	2	1	1	2	1
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)									
3	478,5	446,5	481,5	481,5	422	398	420,5	303,5	389	353,5
6	468,5	472,5	485,5	480	471	437	423,5	324,5	375	327,5
9	470,5	484	496	446,5	496,5	467	414,5	320,5	392	334,5
12	485,5	486	504,5	502,5	491	476,5	425	320,5	381,5	319,5
2	932,5	867	922,5	926,5	892	856,5	846,5	654,5	758,5	678
5	950	930,5	965	949,5	949	901	800,5	660	738,5	709
8	959	918,5	977	925,5	955,5	935,5	845,5	664	737	702,5
11	965	969,5	994	951,5	972,5	943,5	867,5	643	764,5	808,9
1	1076,5	1052	1109	1172	1130	1103	1098,5	912,5	1018	916,5
4	1181	1125	1189,5	1151,5	1029,5	1132	1033,5	819,5	956	852,5
7	1186	1161	1225	1093,5	1197	1174	1030,1	830,5	955	859
10	1199	1216	1203	1167,5	1196	1190,5	995,5	776	979,5	808,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)									
3	79,75	74,42	80,25	80,25	70,33	66,33	70,08	50,58	64,83	58,92
6	78,08	78,75	80,92	80,00	78,50	72,83	70,58	54,08	62,50	54,58
9	78,42	80,67	82,67	74,42	82,75	77,83	69,08	53,42	65,33	55,75
12	80,92	81,00	84,08	83,75	81,83	79,42	70,83	53,42	63,58	53,25
2	77,71	72,25	76,87	77,21	74,33	71,38	70,54	54,54	63,21	56,50
5	79,17	77,54	80,42	79,12	79,08	75,08	66,71	55,00	61,54	59,08
8	79,92	76,54	81,42	77,13	79,62	77,96	70,46	55,33	61,42	58,54
11	80,42	80,79	82,83	79,29	81,04	78,62	72,29	53,58	63,71	67,41
1	71,77	70,13	73,93	78,13	75,33	73,53	73,23	60,83	67,87	61,10
4	78,73	75,00	79,30	76,77	68,63	75,47	68,90	54,63	63,73	56,83
7	79,07	77,40	81,67	72,90	79,80	78,27	68,67	55,37	63,67	57,27
10	79,93	81,07	80,20	77,83	79,73	79,37	66,37	51,73	65,30	53,90

**Tableau 7 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 4 (Générateur + 2*filtres +
Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l)**

Suite du rapport page suivante

7.3.5. Résultats obtenus pour la série 5

SÉRIE N° 5				
ESSAI N°	45	44	43	42
DATE	16/09/2010	16/09/2010	15/09/2010	15/09/2010
	2	1	2	1
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)			
3	221	223	237,5	229
6	222	225	252	218,5
9	242,5	237	242,5	239
12	247	238	251,5	248,5
2	461,5	424	470,5	462,5
5	454,5	455	475	437
8	480	468,5	492,5	463,5
11	491,5	461,5	494	481,5
1	541,5	518,5	566,5	555,5
4	573,5	561,5	580	561
7	584	567	622,5	569,5
10	604	582,5	619	591,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)			
3	36,83	37,17	39,58	38,17
6	37,00	37,50	42,00	36,42
9	40,42	39,50	40,42	39,83
12	41,17	39,67	41,92	41,42
2	38,46	35,33	39,21	38,54
5	37,87	37,92	39,58	36,42
8	40,00	39,04	41,04	38,63
11	40,96	38,46	41,17	40,12
1	36,10	34,57	37,77	37,03
4	38,23	37,43	38,67	37,40
7	38,93	37,80	41,50	37,97
10	40,27	38,83	41,27	39,43

Tableau 8 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 5 (Générateur + Chambre de sédimentation + 2*filtres + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l)

Suite du rapport page suivante

7.3.6. Résultats obtenus pour la série 6

SERIE N° 6						
ESSAI N°	51	50	49	48	47	46
DATE	22/09/2010	21/09/2010	21/09/2010	20/09/2010	20/09/2010	17/09/2010
	1	2	1	2	1	1
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)					
3	486,5	484	459	463	455,5	446
6	516	496,5	476,5	543,5	504,5	466,5
9	505	515,5	489,5	541	524	482,5
12	530,5	525	487,5	539	493	478,5
2	962	947,5	886,5	924,5	971,5	905,5
5	997,5	992	939	1063,5	955,5	930
8	1038	1046	948	1084	1003,5	976,5
11	1040	1027	980,5	1057,5	1058	962,5
1	1218,5	1135,5	1139,5	1200,5	1187	1115
4	1250	1217,5	1162,5	1155	1181	1137
7	1241,5	1281	1186,5	1332	1249,5	1198
10	1285	1300,5	1203,5	1309,5	1283	1202
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)					
3	81,08	80,67	76,50	77,17	75,92	74,33
6	86,00	82,75	79,42	90,58	84,08	77,75
9	84,17	85,92	81,58	90,17	87,33	80,42
12	88,42	87,50	81,25	89,83	82,17	79,75
2	80,17	78,96	73,87	77,04	80,96	75,46
5	83,13	82,67	78,25	88,63	79,62	77,50
8	86,50	87,17	79,00	90,33	83,62	81,37
11	86,67	85,58	81,71	88,13	88,17	80,21
1	81,23	75,70	75,97	80,03	79,13	74,33
4	83,33	81,17	77,50	77,00	78,73	75,80
7	82,77	85,40	79,10	88,80	83,30	79,87
10	85,67	86,70	80,23	87,30	85,53	80,13

Tableau 9 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 6 (Générateur + 2*filtres+ Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l - pas de chambre sédimentation)

Suite du rapport page suivante

7.3.7. Résultats obtenus pour la série 7

SÉRIE N° 7							
ESSAI N°	58	57	56	55	54	53	52
DATE	29/9/10	29/9/10	28/9/10	24/09/2010	23/09/2010	23/09/2010	22/09/2010
	2	1	1		2	1	2
FILTRE N°	Masse déposée de KCl (µg)						
3	429,5	412,5	409,5	422,5	421,5	413,5	453
6	446	420	412	426,5	456,5	447	462,5
9	457,5	399,5	422,5	450,5	484	463,5	482
12	462,5	426,5	434	454,5	496	487,5	485
2	859	807,5	778,5	830,5	832	782,5	868
5	875,5	839,5	809	853	905,5	898	930
8	915	858,5	843	870,5	919,5	939,5	942
11	928,5	861	852,5	890	961,5	950,5	969
1	1055	984,5	963,5	1022,5	1012	1000,5	1049,5
4	1086,5	1025,5	985	1065,5	1110	1102,5	1135
7	1110	1051	1036,5	1073	1151	1104,5	1173,5
10	1123,5	1067	1063,5	1096	1167,5	1168,5	1206,5
FILTRE N°	Masse en KCl déposée en fonction du temps de chargement du filtre (µg/min)						
3	71,58	68,75	68,25	70,42	70,25	68,92	75,50
6	74,33	70,00	68,67	71,08	76,08	74,50	77,08
9	76,25	66,58	70,42	75,08	80,67	77,25	80,33
12	77,08	71,08	72,33	75,75	82,67	81,25	80,83
2	71,58	67,29	64,88	69,21	69,33	65,21	72,33
5	72,96	69,96	67,42	71,08	75,46	74,83	77,50
8	76,25	71,54	70,25	72,54	76,63	78,29	78,50
11	77,38	71,75	71,04	74,17	80,12	79,21	80,75
1	70,33	65,63	64,23	68,17	67,47	66,70	69,97
4	72,43	68,37	65,67	71,03	74,00	73,50	75,67
7	74,00	70,07	69,10	71,53	76,73	73,63	78,23
10	74,90	71,13	70,90	73,07	77,83	77,90	80,43

Tableau 10 : Récapitulatif des résultats obtenus pour la série 7 (Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=4g/l)

7.3.8. Récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus

Le tableau ci-après résume l'ensemble des résultats des essais.

Essai N°	Date	Masse moyenne (µg/min)	Ecart-type (µg/min)	Equation de la droite	R2
1	02/08/2010	80,69	2,10	79,66031x + 5,77119	0,99979
2	03/08/2010	71,27	2,59	71,94633x - 3,43220	0,99973
3		69,96	1,49	69,31497x + 3,33898	0,99981
4	04/08/2010	66,74	2,96	66,53955x + 0,79873	0,99976
5	05/08/2010	62,82	3,06	63,13877x - 1,49174	0,99978
6		71,39	1,88	72,30367x - 4,56780	0,99986
7	06/08/2010	66,25	2,81	66,41314x - 0,87712	0,99999
8	09/08/2010	74,80	2,04	75,05261x - 1,29343	0,99998
9		75,75	2,21	75,69915x + 0,16949	0,99997
10	10/08/2010	73,16	2,45	73,14901x + 0,11441	1
11		81,59	1,87	80,82839x + 4,44703	0,99977
12	11/08/2010	68,99	4,03	70,01130x - 6,09322	0,9991

Tableau 11 : Récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus pour l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre

Essai N°	Date	Masse moyenne (µg/min)	Ecart-type (µg/min)	Equation de la droite	R2
13	12/08/2010	100,35	6,92	94,64760x + 31,43856	0,99642
14	17/08/2010	84,03	6,76	81,09393x + 16,13136	0,99874
15	18/08/2010	80,02	5,47	77,11582x + 15,79449	0,99865
16		79,68	3,34	8,43503x + 7,03602	0,99965
17	19/08/2010	83,94	5,71	79,97811x + 22,08686	0,99725
18		87,94	6,28	83,82980x + 22,74788	0,99751
19	20/08/2010	86,90	5,72	3,77684x + 17,46610	0,99836
20	24/08/2010	71,89	2,57	71,87712x - 0,17373	0,99988
21	25/08/2010	71,34	2,80	71,78107x - 2,63136	0,99984
22		72,85	2,36	73,04873x - 1,49576	0,99953
23	26/08/2010	69,27	1,12	69,31215x - 0,13771	0,99998
24	27/08/2010	68,18	3,36	69,13983x - 5,21610	0,99982
25	31/08/2010	66,01	1,95	65,97952x - 0,11229	0,99978
26	01/09/2010	65,99	1,92	66,75353x - 4,49788	0,99952
27		66,96	2,05	66,51342x + 2,60805	0,99986
28	02/09/2010	67,84	3,10	68,32486x - 3,18008	0,9992
29		67,88	1,89	68,42514x - 2,94492	0,99994
30	03/09/2010	67,26	2,18	66,98658x + 1,51695	0,99998
31		67,13	2,59	67,64619x - 3,23729	0,9995
32	07/09/2010	57,76	3,81	58,49647x - 3,22712	0,99758
33		63,89	1,78	64,34534x - 3,06780	0,99888
34	08/09/2010	54,38	2,49	55,57486x - 6,68008	0,99947
35	09/09/2010	69,81	2,02	69,44619x + 2,13771	0,99992
36		75,51	3,95	76,61370x - 6,15678	0,99977
37	10/09/2010	77,58	4,49	76,51977x + 6,33686	0,99919
38	13/09/2010	78,07	2,81	76,68644x + 7,83686	0,99948
39		80,38	2,75	78,99506x + 7,82203	0,99956
40	14/09/2010	77,13	3,62	75,91314x + 6,74788	0,99973
41		78,66	2,37	77,83333x + 4,87500	0,99958
42	15/09/2010	38,45	1,54	38,01554x + 2,43432	0,99983
43		40,34	1,36	39,83263x + 2,84958	0,99981
44	16/09/2010	37,77	1,55	37,20551x + 3,14831	0,99972
45		38,85	1,71	38,65395x + 1,29237	0,99962
46	17/09/2010	78,08	2,55	77,85311x + 1,46186	0,99987
47	20/09/2010	82,38	3,67	82,08475x + 1,92585	0,99981
48		85,42	5,75	83,84322x + 9,10593	0,99917
49	21/09/2010	78,70	2,42	78,05155x + 3,48093	0,99993
50		83,35	3,69	82,50000x + 4,87500	0,99978
51	22/09/2010	84,09	2,58	83,37359x + 4,07415	0,99989

Tableau 11 : Récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus pour l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre (suite)

Essai N°	Date	Masse moyenne (µg/min)	Ecart-type (µg/min)	Equation de la droite	R2
52	22/09/2010	77,26	3,44	$76,24011x + 5,76907$	0,99974
53	23/09/2010	74,27	5,05	$73,16667x + 6,25000$	0,99963
54		75,60	4,67	$74,12853x + 8,25212$	0,99952
55	24/09/2010	71,93	2,29	$71,00424x + 5,15254$	0,99981
56	28/09/2010	68,60	2,60	$67,53884x + 5,89831$	0,99972
57	29/09/2010	69,35	2,02	$69,22175x + 0,98305$	0,99975
58		74,09	2,35	$73,27472x + 4,76483$	0,99964

Tableau 11 : Récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus pour l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre (suite)

Les masses moyennes des particules obtenues sont reportées pour chaque série d'essais (cf. figure ci-après).

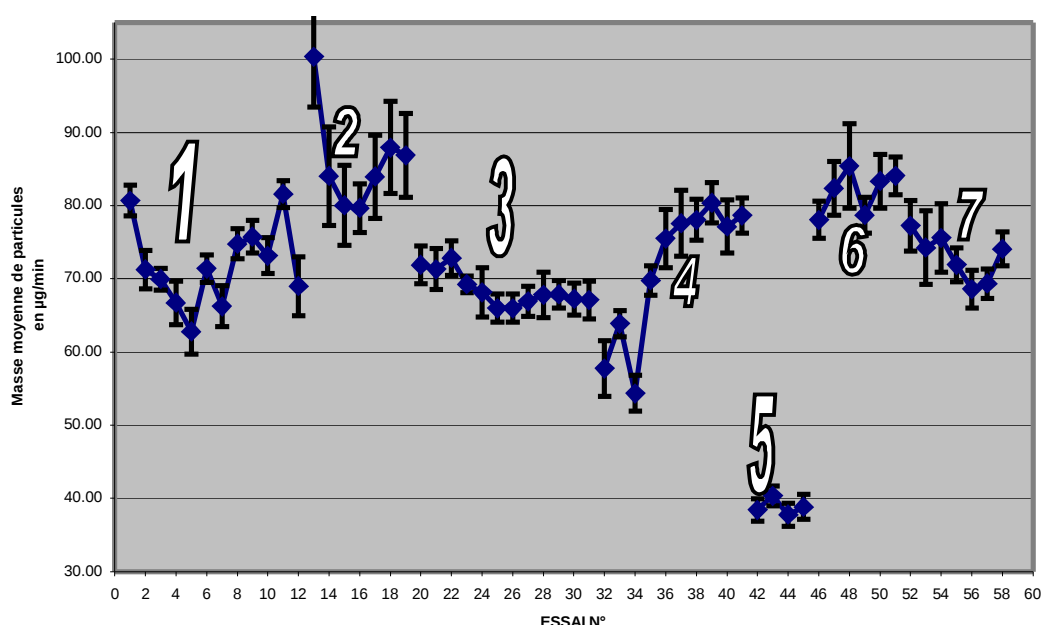


Figure 6 : Représentation de l'ensemble des résultats obtenus pour l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre

7.4. COMMENTAIRES SUR LES RESULTATS OBTENUS

Série 1 :

Les masses moyennes de particules de chlorure de potassium ne sont pas stables en fonction du temps de chargement du filtre. Cependant, on observe que les filtres du porte-filtre sont secs : l'ajout de deux filtres contenant du gel de silice et de la chambre de sédimentation a donc permis de déshumidifier le flux de particules.

Série 2 :

Le sulfate d'ammonium pose un problème de pesée pour obtenir une concentration proche de 2 g/l, car les grains du produit sont gros.

Les masses moyennes de particules en fonction du temps de chargement des filtres avec le sulfate d'ammonium sont plus élevées que celles avec le chlorure de potassium.

Pour le moment, le sulfate d'ammonium n'est pas retenu, car le problème de stabilité des masses moyennes des particules en fonction du temps de chargement des filtres n'est pas réglé.

Le sécheur FDMS et le filtre de protection du RDM contre les particules sont retirés du montage. Le filtre de protection du RDM contre l'humidité est remplacé par un filtre plus étanche.

Une expérience avec un classificateur électrostatique (SMPS de marque TSI) a montré que la présence du sécheur FDMS n'a pas d'influence sur les résultats.

Entre les séries 2 et 3 :

Le générateur a été prêté à une autre société. Un dépôt blanc a été constaté dans les tuyaux à son retour au LNE.

Le générateur a dû être complètement démonté pour être nettoyé à l'eau déminéralisée. Puis, il a été rempli avec de l'eau déminéralisée et a fonctionné pendant 12h pour terminer son nettoyage.

Série 3 :

Le fait de faire fonctionner le générateur pendant la nuit à l'eau déminéralisée semble permettre de stabiliser les masses moyennes de particules. Le nettoyage à l'eau déminéralisée avec un temps de fonctionnement du générateur d'une à deux heures était donc insuffisant (cf. série 1).

Un dépôt blanc (chlorure de potassium) est constaté à l'entrée de la chambre de sédimentation.

Série 4 :

La chambre de sédimentation est démontée et nettoyée à l'air comprimé avant chaque prélèvement sur filtre : ce nettoyage à l'air comprimé nous paraît efficace.

Le nettoyage de la chambre de sédimentation permet une augmentation de la valeur de la masse moyenne en chlorure de potassium par rapport à la série 3. Cependant, les valeurs des écarts-types sont comparables entre les séries 3 et 4.

La chambre de sédimentation a été déplacée dans le montage pour étudier son influence :

- La chambre de sédimentation est placée entre le générateur et les deux filtres contenant le gel de silice (cf. série 5).
- La chambre de sédimentation est retirée du montage (cf. série 6).

Série 5 :

Les valeurs des masses moyennes de chlorure de potassium sont divisées par deux par rapport aux valeurs de la série 3.

La concentration de la solution de chlorure de potassium a été modifiée (4g/l au lieu de 2g/l) pour garder des temps de chargement des filtres de 6, 12 et 15 min (cf. série 7) avec la chambre de sédimentation placée entre le générateur et les filtres contenant du gel de silice.

Il est à noter que la chambre sédimentation contenait de l'eau à la fin de l'étalonnage.

Série 6 :

Les masses moyennes de chlorure de potassium sans chambre de sédimentation dans le montage sont beaucoup plus élevées que celles obtenues en présence de la chambre de sédimentation dans le montage. Il est possible que la chambre de sédimentation piège une certaine quantité de particules de chlorure de potassium.

Cependant, il est constaté que le gel de silice est beaucoup trop humide sans la chambre de sédimentation.

Série 7 :

Les masses moyennes de chlorure de potassium sont multipliées par deux par rapport à celles obtenues au cours de la série 5.

8. INFLUENCE DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR

8.1. ESTIMATION DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR

Le temps de fonctionnement du générateur n'a pas été chronométré pendant les étalonnages : il a donc été estimé à partir du temps de chargement des filtres lors des essais.

Le temps de conditionnement du générateur est d'environ 15 min.

Le temps de changement des filtres sur le porte-filtre est d'environ une minute.

On obtient le tableau ci-après.

N°filtre	Temps estimé de fonctionnement du générateur (min)	Temps de chargement du filtre (min)
1	30	15
2	43	12
3	50	6
4	66	15
5	79	12
6	86	6
7	102	15
8	115	12
9	122	6
10	138	15
11	151	12
12	158	6

Tableau 12 : Estimation du temps de fonctionnement du générateur pendant son étalonnage

8.2. ETUDE DE L'EVOLUTION DES MASSES MOYENNES DE CHLORURE DE POTASSIUM EN FONCTION DES NUMEROS DES FILTRES ET DU TEMPS DE FONCTIONNEMENT DU GENERATEUR

Les courbes des masses moyennes de chlorure de potassium en fonction des numéros des filtres ont été tracées pour les séries 3, 4 et 7.

8.2.1. Courbes obtenues pour la série 3

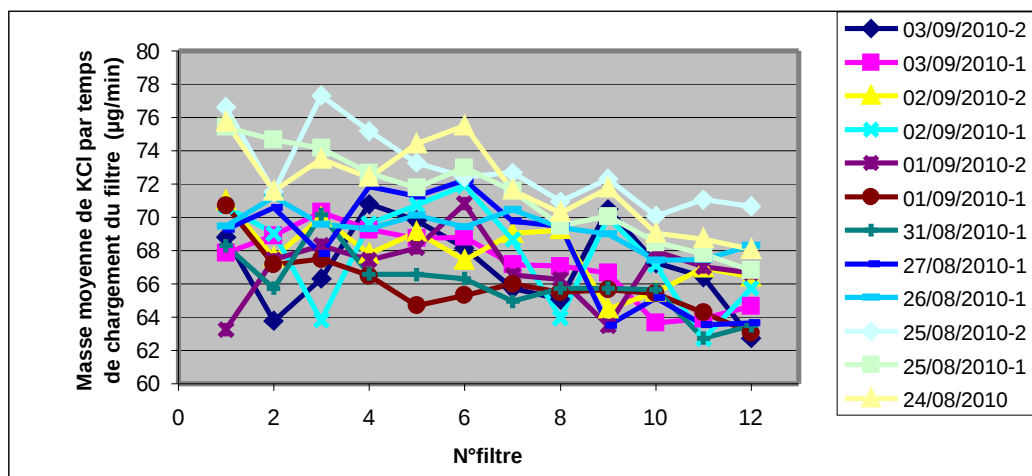


Figure 7 : Etude du fonctionnement du générateur pour la série 3 (Générateur + 2*filtres+ Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=2g/l)

La masse moyenne de chlorure de potassium diminue avec l'augmentation du temps de fonctionnement du générateur.

Ceci peut s'expliquer par une augmentation du dépôt de chlorure de potassium dans la chambre de sédimentation au cours du temps, ce qui va diminuer la valeur de la masse de chlorure de potassium pendant l'étalonnage du générateur.

8.2.2. Courbes obtenues pour la série 4

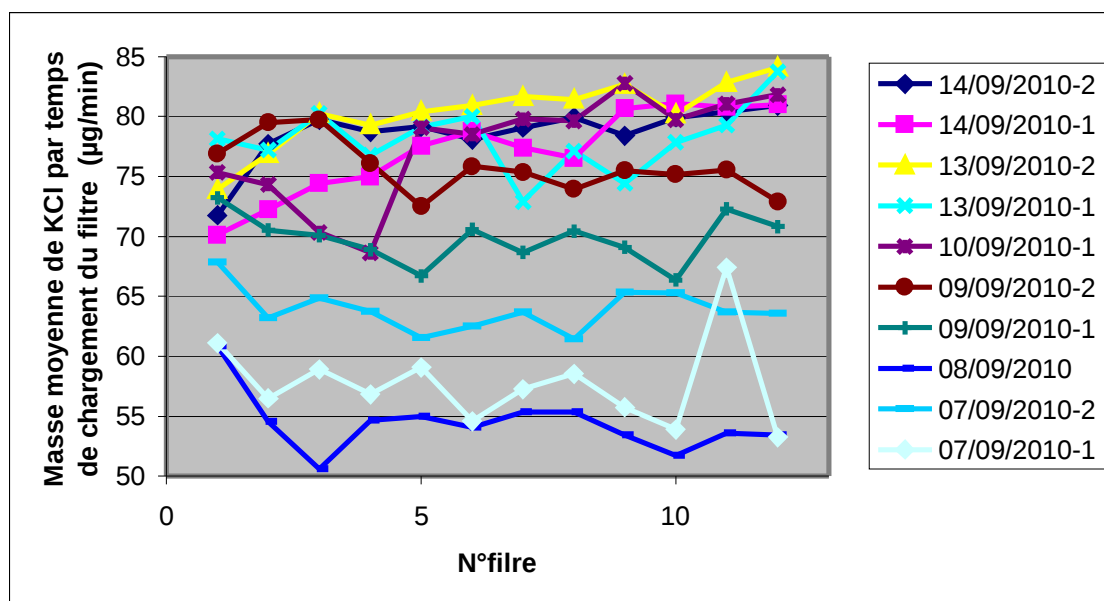


Figure 8 : Etude du fonctionnement du générateur pour la série 4 (Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + $[\text{KCl}]=2\text{g/l}$)

Le nettoyage de la chambre de sédimentation permet de pallier la diminution des masses moyennes de chlorure de potassium par rapport à la série 3.

Cependant, on observe une tendance inverse par rapport aux essais de la série 3, à savoir une légère augmentation des masses moyennes de chlorure de potassium avec l'augmentation du temps de fonctionnement du générateur.

8.2.3. Courbes obtenues pour la série 7

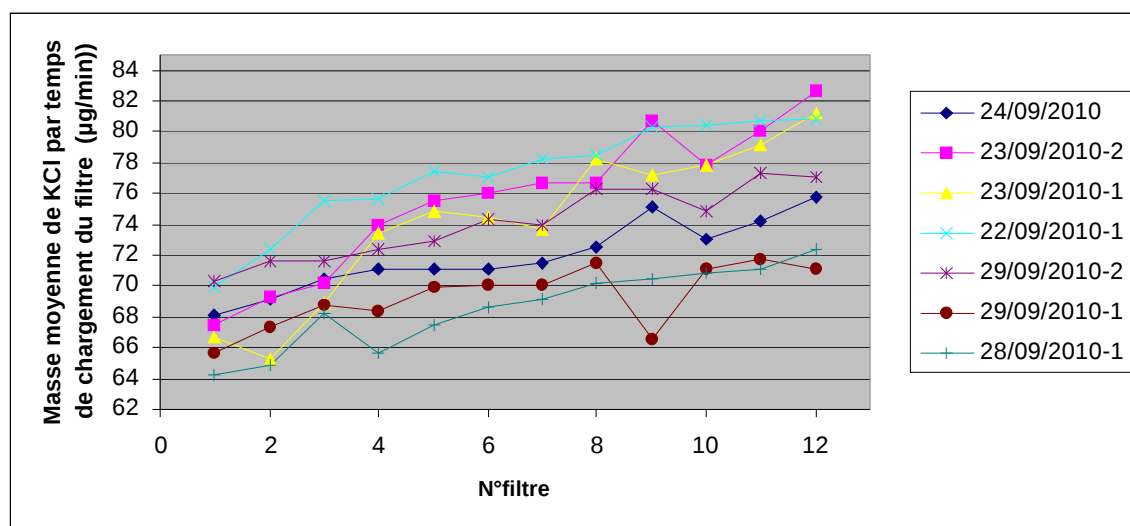


Figure 9 : Etude du fonctionnement du générateur pour la série 7 (Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + $[\text{KCl}]=4\text{g/l}$)

On constate une augmentation des masses moyennes de chlorure de potassium avec le temps de fonctionnement du générateur plus importante que celle observée pour la série 4.

8.3. CONCLUSION

L'influence du dépôt de chlorure de potassium à l'entrée de la chambre de sédimentation et du temps de fonctionnement du générateur permet d'expliquer les fluctuations des masses moyennes de chlorure de potassium déposé par unité de temps.

Ces essais ont permis d'affiner le montage : la chambre de sédimentation devra être placée entre le générateur et les deux filtres contenant du gel de silice et une concentration en chlorure de potassium à 4g/l devra être utilisée.

Il est important de prendre en compte de façon plus précise le temps de fonctionnement du générateur.

9. ETALONNAGE DE L'ANALYSEUR TEOM-FDMS AVEC LE GENERATEUR

9.1. MODE OPERATOIRE

Le générateur et le système de déshumidification sont placés à la même hauteur que le tuyau d'entrée de l'analyseur TEOM/FDMS

Etape 0 : Conditionnement des filtres

- Mettre les filtres dans les boîtes de culture la veille de l'étalonnage pour le conditionnement à température et hydrométrie ambiante.

Etape 1 : Conditionnement du générateur

- Arrêter le fonctionnement du générateur ;
- Enlever le flacon du générateur ;
- Essuyer le générateur pour enlever les gouttes d'eau ;
- Essuyer le flacon ;
- Mettre 250 ml de la solution de KCl à 4 g/l dans le flacon du générateur ;
- Remettre le flacon contenant les 250 ml de solution KCl à 4 g/l sur le générateur.

Etape 2 : Pesée du filtre

- Peser les filtres avec la méthode de Borda suivante :
Soit Pesée du filtre témoin ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre vierge ; Pesée du filtre témoin

Etape 3 : Conditionnement du TEOM-FDMS

- Vérifier que "OK" apparaît sur l'afficheur (pas de problème de Température, débit...) ;
- Appuyer sur « STOP DATA » (Afficheur :S) ;
- Placer le filtre pesé dans l'analyseur ;
- Appuyer sur « RUN » ou « F1 » pour que l'analyseur se conditionne (Afficheur 4 : système conditionné) ;
- Mesurer et régler le débit à 3Nl/min avec le débitmètre BIOS du TEOM-FDMS ;
- Régler le temps de rotation de la vanne à 1min 30s.

Etape 4 : Etalonnage de l'analyseur TEOM-FDMS

- Mettre en fonctionnement le générateur avec une pression de 1,8 bars quand l'afficheur est en conditionnement à l'étape 3 ;
- Brancher « le tuyau du générateur » avec le tuyau d'entrée de l'analyseur TEOM-FDMS en respectant les critères suivants :
 - § L'afficheur est en conditionnement à l'étape 4 ;
 - § Rotation de la vanne et augmentation du pourcentage de colmatation (indication sur l'afficheur) ;
- Lancer le chronomètre ;
- Noter le pourcentage de colmatation et la masse totale donnés par l'afficheur toutes les 1min 30s ;
- Vérifier la pression du générateur ;
- Débrancher les tuyaux entre le générateur et l'analyseur TEOM-FDMS au bout de 30 min ;
- Arrêter le chronomètre au bout 37,5 min ;
- Récupérer le filtre ;
- Peser le filtre.

Etape 5 : Nettoyage du générateur et de l'ensemble des filtres

- Récupérer l'ensemble de gel de silice utilisé pendant l'étalonnage ;
- Mettre le gel de silice à l'étuve pour régénération ;
- Mettre le gel de silice dans le filtre de protection du RDM ;
- Nettoyer la chambre de sédimentation à l'eau déminéralisée et à l'air comprimé ;
- Nettoyer le tuyau du générateur avec l'eau déminéralisée ;
- Laisser sécher le tuyau du générateur par suspension ;
- Remplacer la solution de KCl contenue dans le générateur par l'eau déminéralisée ;
- Faire fonctionner le générateur à l'eau déminéralisée pendant 12h au minimum.

9.2. RESULTATS OBTENUS AVEC L'ANALYSEUR TEOM-FDMS

Le tableau ci-après résume les masses de KCl lues par l'analyseur TEOM-FDMS.

Masse de KCl lue sur l'analyseur TEOM-FDMS (en µg)										
n° filtre	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
date	04/10/2010	05/10/2010	07/10/2010	07/10/2010	08/10/2010	08/10/2010	08/10/2010	11/10/2010	11/10/2010	11/10/2010
0 min	4,32	2,9	3,54	2,74	4,52	1,2	1,81	2	2,98	3,04
1,5 min	5,77	-2,71	2,52	3,56	4,81	0,16	1,89	0,6	2,71	-1,15
4,5 min	118,51	111,37	112,14	129,61	102,21	119,6	100,96	108,44	110,25	126,5
7,5 min	228,68	236,25	246,23	257,61	222,8	235,38	239,18	216,48	246,37	244,81
10,5 min	332,42	339,2	354,73	387,94	340,05	356,4	350,47	337,25	376,64	364,25
13,5 min	455,08	461,21	488,56	516,92	455,27	475,05	486,51	452,35	499,88	503,67
16,5 min	572,28	566,37	600,72	636,2	561,67	597,69	620,69	571,95	615,44	631,16
19,5 min	680,31	691,17	734,74	764,3	682,69	717,54	744,61	678,81	752,,90	776,75
22,5 min	799,45	798,41	851,25	881,06	793,08	845,13	876,39	789,19	874,55	911,91
25,5 min	909,45	924,58	988,58	1022,3	992,39	966,42	1000,17	915,72	1015,12	1039,97
28,5 min	1018,88	1035,18	1102,89	1137,25	1032	1081,71	1131,21	1029,25	1130,91	1162,99
31,5 min	1147	1163,13	1239,74	1274,66	1168,1	1216,03	1252,04	1162,88	1259,24	1309,48
NOTE			solution 3	solution 3		recharge	recharge		solution 9	solution 9

Tableau 13 : Masses de KCl lues sur l'analyseur TEOM-FDMS pendant les essais d'étalonnage avec le générateur

Il est également procédé à la pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et il est calculé l'écart relatif entre la valeur pesée du filtre et la valeur lue par l'analyseur TEOM-FDMS.

N°filtre	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
Masse lue sur le TEOM-FDMS	1147	1163,13	1239,74	1274,66	1168,1	1216,03	1252,04	1162,88	1259,24	1309,48
Masse pesée du filtre TEOM-FDMS	1100	1133,1	1170	1207,5	1091	1151	1178	1110,5	1192,5	1256
Ecart (%)	4,3	2,7	6,0	5,6	7,1	5,6	6,3	4,7	5,6	4,3

Tableau 14 : Ecart entre la masse de KCl lue sur l'analyseur TEOM-FDMS et la masse pesée du filtre TEOM-FDMS pour un temps de chargement du filtre de 15 min

Pour une même solution dans le flacon du générateur, la masse pesée sur le filtre du TEOM-FDMS et la masse lue par le TEOM-FDMS en chlorure de potassium augmentent avec le temps de fonctionnement du générateur (filtres n° 9,10,12).

La même tendance est constatée pour une solution différente dans le flacon du générateur (filtres n° 6,7,8 ou n° 2,3,5).

Le générateur ne peut donc être utilisé qu'une fois par jour maximum pour faire un étalonnage TEOM-FDMS.

9.3. COMPARAISON DES MASSES OBTENUES AVEC L'ANALYSEUR TEOM-FDMS ET CELLES OBTENUES LORS DE L'ETALONNAGE DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE

Les premiers essais de la journée effectués avec l'analyseur TEOM-FDMS sont retenus pour faire les comparaisons entre les valeurs obtenues avec l'analyseur TEOM-FDMS et celles obtenues avec le générateur lors de son étalonnage avec le porte-filtre.

	Masse (en µg)	Masse moyenne de KCl (en µg)	Ecart-type (en µg)
Lecture TEOM-FDMS	1147,0	1159,3	11,0
	1168,1		
	1162,9		
Masse du filtre TEOM-FDMS (env 47 min)	1100,0	1100,5	9,8
	1091,0		
	1110,5		
Masse du filtre du porte-filtre (série 4) (env 66 min)	1102,5	1064,5	38,5
	1065,5		
	1025,5		
Masse du filtre du porte-filtre (série 7) (env 102 min)	1104,5	1076,2	26,9
	1073,0		
	1051,0		

Tableau 15 : Comparaison des masses obtenues avec l'analyseur TEOM-FDMS et celles obtenues lors de l'étalonnage du générateur avec le porte-filtre

9.4. CONCLUSION

Les écarts compris entre 4% et 8% entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et la masse moyenne lue sur l'analyseur TEOM-FDMS met en évidence un mauvais réglage de l'analyseur.

L'écart entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et celle du filtre du porte-filtre est de l'ordre de 3 % : cet écart étant plus faible que celui entre la masse moyenne de pesée du filtre du TEOM-FDMS et la masse moyenne lue, il semblerait qu'il y ait en effet un dysfonctionnement de l'analyseur TEOM-FDMS.

Néanmoins, le temps de fonctionnement du générateur n'a pas été pris en compte pour faire les étalonnages.

10. ESTIMATION DE L'EVOLUTION DE LA MASSE DE CHLORURE DE POTASSIUM DEPOSEE SUR LE FILTRE

10.1. RAPPEL ET CLASSEMENT DES RESULTATS DES ETALONNAGES DU GENERATEUR AVEC LE PORTE-FILTRE

Les quatre deniers essais de la série 7 sont retenus pour estimer l'évolution de la masse de chlorure de potassium déposée sur le filtre.

Essai N°	58	57	56	55
N°filtre	Masse de KCl déposée (µg/min)			
1	70,33	65,63	64,23	68,17
2	71,58	67,29	64,88	69,21
3	71,58	68,75	68,25	70,42
4	72,43	68,37	65,67	71,03
5	72,96	69,96	67,42	71,08
6	74,33	70,00	68,67	71,08
7	74,00	70,07	69,10	71,53
8	76,25	71,54	70,25	72,54
9	76,25	66,58	70,42	75,08
10	74,90	71,13	70,90	73,07
11	77,38	71,75	71,04	74,17
12	77,08	71,08	72,33	75,75

Tableau 16 : Récapitulatif des résultats obtenus par ordre croissant des numéros des filtres (Générateur + 2*filtres + Chambre de sédimentation + Porte-filtre + 1 filtre de protection + RDM + [KCl]=4g/l)

10.2. DETERMINATION DE L'EVOLUTION DE LA MASSE DE CHLORURE DE POTASSIUM PAR RAPPORT AU FILTRE N°1

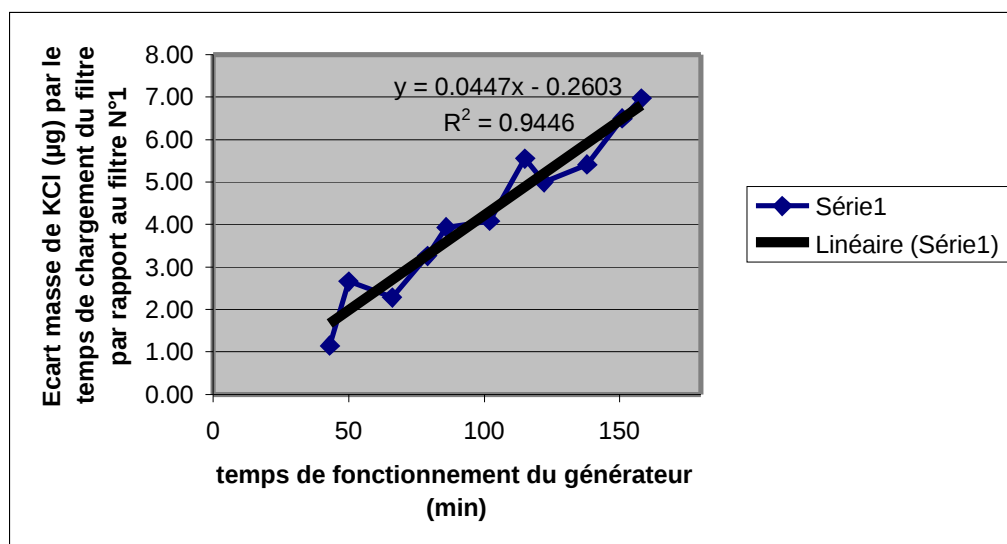
Les écarts de masse de chlorure de potassium ont été calculés en soustrayant la masse obtenue pour le filtre n° 1 à tous les autres filtres.

Les résultats sont reportés dans le tableau ci-après.

N°filtre	Ecart de masse de KCl déposée (µg/min)				Moyenne des écarts (µg/min)	Temps de fonctionnement du générateur (min)
ESSAI N°	58	57	56	55		
1						30
2	1,25	1,66	0,64	1,04	1,15	43
3	1,25	3,12	4,02	2,25	2,66	50
4	2,10	2,73	1,43	2,87	2,28	66
5	2,63	4,33	3,18	2,92	3,26	79
6	4,00	4,37	4,43	2,92	3,93	86
7	3,67	4,43	4,87	3,37	4,08	102
8	5,92	5,91	6,02	4,38	5,55	115
9	5,92	0,95	6,18	6,92	4,99	122
10	4,57	5,50	6,67	4,90	5,41	138
11	7,04	6,12	6,81	6,00	6,49	151
12	6,75	5,45	8,10	7,58	6,97	158

Tableau 17 : Ecart de masse de KCl déposée

Ces écarts moyens de masse de KCl déposée ont été ensuite représentés en fonction du temps de fonctionnement du générateur (cf. figure ci-après).

**Figure 10 : Représentation des écarts moyens de masse de KCl (µg) déposée en fonction du temps de fonctionnement du générateur**

10.3. CONCLUSION

Les écarts de la masse de chlorure de potassium par rapport au filtre n°1 augmentent avec le temps de fonctionnement du générateur, car la solution a tendance à se concentrer.

L'équation de la droite de régression linéaire des écarts de masses de KCl en fonction du temps de fonctionnement du générateur a été calculée ($y=0.0447x-0.2603$), ce qui permettra de :

- Corriger par calcul les résultats des masses pesées sur le filtre en fonction du temps de fonctionnement du générateur : ceci réduira les écarts-types d'étalonnage du générateur avec le porte-filtre ;
- Comparer avec une meilleure précision les résultats obtenus avec l'analyseur TEOM-FDMS (masses lues et masses pesées du filtre) et les masses vraies générées avec le générateur ;
- Définir des critères de surveillance concernant l'évolution et le bon fonctionnement du générateur dans le temps.

11. CONCLUSION GENERALE

En début 2010, la procédure d'étalonnage a dû être repensée à la suite des résultats obtenus en 2009 et des échanges techniques avec l'INERIS notamment sur le taux d'humidité trop élevé de l'aérosol circulant dans le TEOM-FDMS et susceptible de l'endommager, ce qui a impliqué de nombreux essais et a retardé les essais initialement prévus à l'INERIS pour 2010 en 2011.

Les essais réalisés en 2010 ont essentiellement porté sur l'optimisation de la méthode de caractérisation du générateur de particules par impaction des particules délivrées par le générateur sur un filtre externe pesé sur une balance de précision (méthode gravimétrique).

Les essais d'amélioration ont porté sur :

- ü l'utilisation d'un nouveau porte-filtre permettant de limiter les fuites,
- ü la faisabilité d'utiliser du sulfate d'ammonium à la place du chlorure de potassium pour diminuer l'agressivité du sel vis-à-vis du filtre,
- ü l'optimisation de la mise en œuvre du générateur (arrêt ou non du générateur entre les essais...),
- ü le test de différents systèmes de séchage de l'aérosol,
 - Utilisation d'un sécheur type FDMS,
 - Utilisation d'une chambre de sédimentation,
 - Utilisation de filtres contenant du silicagel...
- ü différentes façons de combiner les éléments cités ci-dessus.

Ces différents essais ont permis d'affiner le montage et d'améliorer la procédure d'étalonnage du générateur AGK 2000 (PALAS).

Des essais de reproductibilité ont été ensuite effectués. Ils ont consisté à générer des particules avec le générateur et à les impacter sur le filtre sur différents jours : les derniers essais montrent toutefois une reproductibilité sur les masses de particules impactées sur le filtre relativement élevée de l'ordre de 10 %.

Néanmoins, il conviendra de tester cette procédure en tenant compte du temps de fonctionnement du générateur, ce qui devrait permettre de réduire cette incertitude.

De nouveaux essais de couplage du générateur avec le TEOM-FDMS du LNE montrent des écarts compris entre 4 % et 8 % entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et la masse moyenne lue sur l'analyseur TEOM-FDMS, ce qui semble mettre en évidence un mauvais réglage de l'analyseur.

L'écart entre la masse moyenne de pesée du filtre de l'analyseur TEOM-FDMS et celle du filtre du porte-filtre est de l'ordre de 3 % : cet écart étant plus faible que celui entre la masse moyenne de pesée du filtre du TEOM-FDMS et la masse moyenne lue, ceci tendrait à confirmer l'hypothèse d'un dysfonctionnement de l'analyseur TEOM-FDMS.

12. PERSPECTIVES POUR 2011

Les perspectives pour 2011 sont résumées dans le tableau ci-après.

	TESTS	OBJECTIFS
1	Refaire les étalonnages du générateur avec le porte-filtre en mesurant le temps de fonctionnement du générateur	Réduire les écarts de reproductibilité
2	Refaire les étalonnages du TEOM-FDMS avec le générateur en prenant en compte le temps de fonctionnement du générateur et avec un temps de rotation de vanne de 15 min	
3	Déterminer l'évolution de la masse de KCl au cours du temps avec plus de précision	Connaître l'évolution de la masse de KCl déposée sur le filtre en fonction du temps d'utilisation du générateur
4	Etalonnage du TEOM-FDMS et du générateur en même temps	Connaître la différence entre la masse de particules de KCl déposée sur le filtre du porte-filtre et celle sur le filtre du TEOM-FDMS en simultané et avec des conditions de fonctionnement du générateur identiques
5	Suivre la formation sur la maintenance du TEOM-FDMS (ECOMESURE)	Accroître les connaissances sur le fonctionnement du TEOM-FDMS
6	Mise en œuvre de la procédure pour étalonner les TEOM-FDMS du LCSQA-INERIS sur le site de Verneuil-en-Halatte	Faisabilité du transfert de la méthode dans les stations de mesure et apport de modifications ou d'améliorations si nécessaire
7	Tester un autre générateur (TSI) disponible au LNE	Trouver un générateur plus stable dans le temps

Suite du rapport page suivante

13. ANNEXE : PROGRAMME DE TRAVAIL 2010

ETUDE N° 1/7 : DEVELOPPEMENT D'UN DISPOSITIF D'ETALONNAGE DES APPAREILS MESURANT LES CONCENTRATIONS MASSIQUES DE PARTICULES

Responsable de l'étude : LNE
en collaboration avec : INERIS

Objectif

L'objectif est de développer un dispositif d'étalonnage mettant en œuvre un générateur de particules pour pouvoir étalonner les appareils de mesure des concentrations massiques particulières dans l'air ambiant (TEOM-FDMS) : cette méthode permet de prendre en compte le système de pesée et la ligne de prélèvement lors de l'étalonnage.

Ce dispositif d'étalonnage pourra ensuite être directement utilisé par les AASQA dans leurs stations de mesure pour étalonner leurs analyseurs automatiques de particules type TEOM-FDMS.

Contexte et travaux antérieurs

Une première étude a tout d'abord été menée sur l'étalonnage du TEOM 50 °C.

Le principe de la méthode d'étalonnage développée pour le TEOM 50°C est basé sur l'introduction d'un aérosol directement par la canne d'aspiration sans considérer la tête de prélèvement.

Cette méthode consiste donc à injecter les particules délivrées par un générateur d'aérosol :

- Tout d'abord, sur un filtre externe placé sur un porte-filtre classique; le filtre externe est ensuite pesé sur une balance de précision afin de mesurer la masse de particules déposées sur le filtre et d'en déduire ensuite la concentration massique (soit $C_{\text{filtre externe}}$),
- Puis, sur le filtre du TEOM 50 °C et de relever la concentration massique indiquée par le TEOM 50 °C (soit C_{TEOM}).

Les deux concentrations massiques ($C_{\text{filtre externe}}$ et C_{TEOM}) sont ensuite comparées entre elles et la concentration massique indiquée par le TEOM 50 °C doit être si nécessaire corrigée.

Une recherche bibliographique approfondie a permis de s'équiper du générateur d'aérosol dont les caractéristiques convenaient le mieux en termes de caractéristiques métrologiques à savoir le PALAS Aerosol Generator GFG-1000 : cet appareil génère des particules de carbone dont les tailles sont comprises entre 200 et 300 nm.

Les études menées en 2006 et en 2007 ont conduit à optimiser les paramètres expérimentaux du générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 par le biais d'essais sur un filtre externe et à montrer que le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 génère un aérosol ayant une concentration en particules répétable et reproductible dans le temps. Concernant le couplage du TEOM 50°C avec le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000, les résultats obtenus en 2007 ont conduit à des incertitudes de l'ordre de grandeur de celles données par le constructeur (10 %).

En parallèle, le MEEDDM et l'ADEME ont décidé de mettre en place des stations de référence pour les PM dans chaque AASQA pour pouvoir ajuster les données PM des autres stations de mesure : cette méthode consiste à mettre en parallèle un TEOM 50°C et un TEOM-FDMS dans les stations de référence et à ajuster ensuite les données PM des autres stations en utilisant les écarts constatés entre le TEOM 50 °C et le TEOM-FDMS de la station de référence. Dans cette méthode, le TEOM-FDMS peut donc être considéré comme une référence. Au vu de ces nouveaux choix techniques, il a été demandé au LNE de réorienter l'étude sur l'étalonnage des analyseurs automatiques de particules en étudiant le TEOM-FDMS à la place du TEOM 50 °C.

Par conséquent, le LNE s'est équipé d'un TEOM-FDMS en 2008 et a appliqué la méthode d'étalonnage proposée pour le TEOM 50 °C au TEOM-FDMS. Malheureusement, un problème de colmatage trop rapide du filtre du TEOM-FDMS n'a pas permis d'aboutir à une méthode finalisée d'étalonnage en masse du TEOM-FDMS avec le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000, malgré de nombreux essais effectués pour optimiser les conditions opératoires.

En 2009, des essais ont été réalisés d'une part, en modifiant le générateur d'aérosol PALAS GFG-1000 et d'autre part, en utilisant d'autres types de générateurs d'aérosols et d'autres types de particules (billes de latex, chlorure de sodium..).

Les nombreux essais effectués ont permis de trouver un autre générateur susceptible de répondre à notre cahier des charges, à savoir le générateur AGK 2000 (PALAS) qui génère un aérosol contenant des particules de NaCl. Cet appareil nous a été prêté par le fabricant.

Les premiers essais de caractérisation de ce générateur montrent que cet appareil devrait pouvoir générer un aérosol contenant des concentrations de NaCl stables dans le temps.

En parallèle, des essais ont été réalisés pour coupler le générateur au TEOM-FDMS. Les résultats montrent que le problème de colmatage est résolu, puisqu'une masse conséquente de particules (1200 µg) peut être déposée sur le filtre du TEOM pendant un laps de temps correct, sans que le phénomène de colmatage ne se produise.

Travaux proposés pour 2010

Contrairement aux chaînes d'étalonnage classiques mises en œuvre pour les polluants gazeux, la méthode d'étalonnage développée pour les TEOM-FDMS comporte un élément critique qui est le générateur AGK 2000 (PALAS) : cet appareil étant peu coûteux, il faudrait s'équiper d'un second générateur pour pouvoir comparer les performances de 2 appareils.

Comme cette méthode d'étalonnage n'a été testée qu'en laboratoire, il convient maintenant d'étudier sa mise en œuvre sur site afin de déterminer la faisabilité du transfert de la méthode dans les stations de mesure et d'apporter des modifications ou des améliorations si nécessaire.

Ces essais de validation de la méthode sur site permettront également de tester par exemple les points suivants :

- Influence du transport sur les concentrations de particules délivrées par le générateur AGK 2000 (PALAS),
- Acquisition de premiers éléments sur les écarts pouvant être observés entre les concentrations vraies et les concentrations affichées par les TEOM-FDMS sur site dans les conditions habituelles de fonctionnement de ces appareils dans les stations de mesures.

L'INERIS s'est équipé de plusieurs TEOM-FDMS qui sont installés sur leur site de Verneuil en Halatte, ce qui leur a permis d'acquérir une grande expérience sur le fonctionnement et la maintenance de ce type d'appareils depuis quelques années.

Par conséquent, pour 2010, le LNE propose de tester la méthode d'étalonnage avec les appareils TEOM-FDMS du site de Verneuil en Halatte en collaboration avec l'INERIS.
Après validation de la méthode d'étalonnage sur le terrain, le LNE finalisera le mode opératoire de la méthode, rédigera les documents associés (procédure, fonds de calcul...) et estimera les incertitudes associées à l'étalonnage des TEOM avec le générateur AGK 2000 (PALAS).

Renseignements synthétiques

Titre de l'étude	Développement d'un dispositif d'étalonnage des appareils mesurant les concentrations massiques de particules	
Personne responsable de l'étude	Tatiana Macé	
Travaux	Pluri-annuels	
Durée des travaux pluriannuels	6 ans (2005-2010) à cause des problèmes techniques rencontrés et du changement de matériel (TEOM 50°C/TEOM-FDMS)	
Collaboration AASQA	-	
Heures d'ingénieur	LNE : 200	INERIS : 150
Heures de technicien	LNE : 500	INERIS : 200
Document de sortie attendu	Rapport d'étude	
Lien avec le tableau de suivi CPT	-	
Lien avec un groupe de travail LCSQA	-	
Matériel acquis pour l'étude	Petit matériel	