



HAL
open science

Faisabilité d'un protocole pour évaluation en laboratoire de microcapteurs pour la mesure des concentrations massiques particulières

Nathalie Redon, Sabine Crunaire, Benoît Herbin, Edwige Morelle, Francois
Gaie-Levrel, Tanguy Amodeo

► To cite this version:

Nathalie Redon, Sabine Crunaire, Benoît Herbin, Edwige Morelle, Francois Gaie-Levrel, et al.. Faisabilité d'un protocole pour évaluation en laboratoire de microcapteurs pour la mesure des concentrations massiques particulières. LCSQA. 2018. hal-04250883

HAL Id: hal-04250883

<https://imt-nord-europe.hal.science/hal-04250883>

Submitted on 23 Oct 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Note technique

Travaux financés par le ministère chargé de l'environnement

FAISABILITE DE LA MISE EN ŒUVRE D'UN PROTOCOLE POUR L'EVALUATION EN LABORATOIRE DE MICRO-CAPTEURS POUR LA MESURE DES CONCENTRATIONS MASSIQUES PARTICULAIRES

N. Redon, S. Crunaire, B. Herbin, E. Morelle (IMT Lille
Douai)

F. Gaie-Levrel (LNE)

T. Amodéo (INERIS)

Les micro-capteurs constituent, depuis quelques années, des outils émergents qui pourraient par exemple être utilisés pour obtenir des mesures indicatives des polluants gazeux et particulaires réglementés au titre de la Directive européenne 2008/50/CE sur la qualité de l'air [1]. Ces données sont particulièrement intéressantes pour le dispositif national car, en complément des méthodes de référence, ces instruments permettraient une surveillance continue et spatialisée à coût modéré. La Directive 2008/50/CE définit le nombre de points de mesure et le type de méthode à mettre en œuvre par chaque Etat Membre pour la détermination des teneurs en polluants gazeux et particulaires et leurs adéquation vis-à-vis des valeurs cibles et limites définies. Pour les particules, si ces niveaux sont inférieurs au seuil d'évaluation supérieur (SES), des mesures indicatives ou par estimation objective peuvent être mises en place. Pour ce type de mesure, il doit être démontré que l'objectif de qualité des mesures présente une incertitude relative élargie inférieure à deux fois celle imposée pour les méthodes de référence. Le guide de démonstration d'équivalence (2010) [2] apporte des précisions sur la méthode à utiliser pour effectuer cette démonstration mais n'indique pas de protocole particulier destiné aux capteurs utilisés pour les mesures de qualité de l'air. Devant ces manques en matière de protocole de caractérisation, un groupe de travail au niveau du Comité Européen de Normalisation (CEN, WG 42 « Gas sensors ») s'est constitué pour travailler sur l'élaboration d'une spécification technique sur la caractérisation des performances des capteurs pour la détermination de la concentration des polluants réglementés dans l'air ambiant (gaz dans un premier temps). Les réflexions de ce groupe de travail s'inspirent des études menées par le JRC [3] depuis 2013, et sont également alimentées par la démarche simplifiée de caractérisation en laboratoire des capteurs de gaz adaptée pour le suivi de la pollution de l'air aux polluants gazeux et particulaires réglementés, sur laquelle le LCSQA travaille depuis 2015 [4].

Cette note technique rend compte de l'opportunité d'établir un protocole pour la caractérisation métrologique en laboratoire de micro-capteurs pour la mesure indicative des particules. Ce travail sera complété en 2018 pour aboutir le cas échéant à un protocole opérationnel qui prendra en compte les remarques et propositions des utilisateurs et des membres du groupe de travail « Micro-capteurs pour l'évaluation de la qualité de l'air ».

1. CONTEXTE

En France, depuis quelques années, de fortes concentrations en particules fines sont régulièrement observées. L'hiver 2017 en est un parfait exemple avec des teneurs journalières pouvant atteindre par endroit les $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et une situation stagnante sur plusieurs jours en raison de conditions anticycloniques et froides qui ont limité la dispersion des polluants [1].

Les particules fines sont caractérisées par quatre principaux paramètres : leur **taille**, leur **nature**, leur **concentration massique** et leur **nombre**.

Pour améliorer l'identification et la quantification des sources et disposer d'une meilleure appréhension de leur variabilité spatiale et temporelle, les informations apportées par les micro-capteurs de mesure des concentrations particulières en complément des stations fixes de référence constituent une voie d'intérêt pour les pouvoirs publics, les AASQA et de manière plus générale la communauté scientifique.

Quels sont les moyens de mesure de référence actuels?

La méthode de référence utilisée pour le prélèvement et la mesure des PM₁₀ et PM_{2,5} est celle décrite dans la norme NF EN 12341 (2014): « Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage gravimétrique pour la détermination de la concentration massique PM₁₀ et PM_{2,5} de matière particulaire en suspension ». Cette méthode repose sur le principe de la gravimétrie après prélèvement sur filtre (prélèvement sur filtre pendant 24h suivi d'une pesée a posteriori en laboratoire). Outre le fait que la disponibilité des résultats est différée, les équipements de prélèvement sont coûteux et cette méthode est complexe à mettre en œuvre (main d'œuvre, conditions de pesées à respecter, etc.).

Il existe des méthodes dites « équivalentes » à cette méthode de référence. Elles permettent d'obtenir des données en quasi temps réel avec de meilleures résolutions temporelles (15 minutes à 2h) et fonctionnent selon différents principes :

- microbalance à quartz (ex. : TEOM 1405F, Thermo Scientific) ;
- jauge radiométrique (ex. : MP101M-RST, Environnement SA ; BAM1020, MetOne) ;
- optique (ex. : FIDAS 200, PALAS).

Enfin, en dehors des méthodes de mesure de concentration massiques, il est possible d'effectuer d'autres types de mesures en temps réel sur la fraction particulaire, avec des outils comme par exemple l'aethalomètre multi-longueurs d'onde AE33 (coût : 32k€, résolution temporelle <1min), qui permet la surveillance du Black Carbon (BC) en tant qu'indicateur des émissions primaires de combustion, ou l'Aerosol Chemical Speciation Monitor (ACSM) (coût : 150k€, résolution temporelle <30min), basé sur la spectrométrie de masse et la quantification des espèces non-réfractaires. Même si ces systèmes permettent d'obtenir les variations temporelles horaires des espèces chimiques des particules fines à l'échelle de villes, étant donné leur coût et leur niveau de sophistication, le nombre de sites équipés de tels outils est limité en France. Toutefois, grâce aux outils de modélisation numérique, l'analyse des moyennes journalières permet d'établir des cartes de prévision à l'échelle de mailles d'environ 5 km² comme celles proposées dans le dispositif PREV'AIR.

Quoiqu'il en soit, l'ensemble de ces moyens de mesure ne permet pas d'établir une cartographie temps réel à des échelles spatio-temporelles fines, de l'ordre du km² et de la minute. C'est pourquoi, les AASQA et la communauté scientifique se tournent vers de nouveaux outils innovants, légers, autonomes, bon marché : les micro-capteurs de mesure de concentrations particulières.

2. PERIMETRE DU PROTOCOLE

2.1 Les micro-capteurs de mesure de concentrations particulières : principe physique

Plusieurs constructeurs se disputent actuellement le marché des micro-capteurs de mesure de concentrations particulières : Alphasense, Shinyei, Honeywell, Sharp, ...

Tous les dispositifs développés par ces constructeurs ont en commun la même méthode de mesure : **la détection optique de la lumière (issue d'une LED ou d'une diode laser) diffusée par les particules.**

Le principe physique est le suivant : dans un milieu homogène et transparent, la lumière se propage en ligne droite ; lorsque les photons émis par une source lumineuse (généralement une diode laser ou une LED émettant dans le domaine du visible ou du proche infrarouge) rencontrent une particule, une partie du rayon lumineux est diffusée. Un capteur photosensible convertit alors la lumière diffusée en signaux électriques, analysés par un algorithme qui permet de classer les particules par taille connaissant l'angle de diffusion, la distance séparant la particule du détecteur, ainsi que l'intensité et la longueur d'onde λ . La diffusion par les particules dont le rayon se situe entre 0,1 et 10 fois la longueur d'onde est déterminée par la diffusion de Mie. On note que l'intensité diffusée est maximale lorsque λ est proche du rayon de la particule. L'intensité de cette diffusion est inversement proportionnelle à λ^2 et dépend de la taille et de la nature de la particule (différents indices de réfraction) pour un angle d'observation donné. Une grosse particule diffracte la lumière avec un angle plus étroit, avec une intensité élevée, tandis que les plus petites particules correspondent à un angle plus large avec une faible intensité – Figure 1. La lumière diffusée « vers l'avant » est toujours plus importante que la lumière rétro-diffusée et est moins sensible aux variations de l'indice complexe de réfraction. C'est pourquoi la lumière diffusée vers l'avant est exploitée dans la plupart des compteurs optiques.

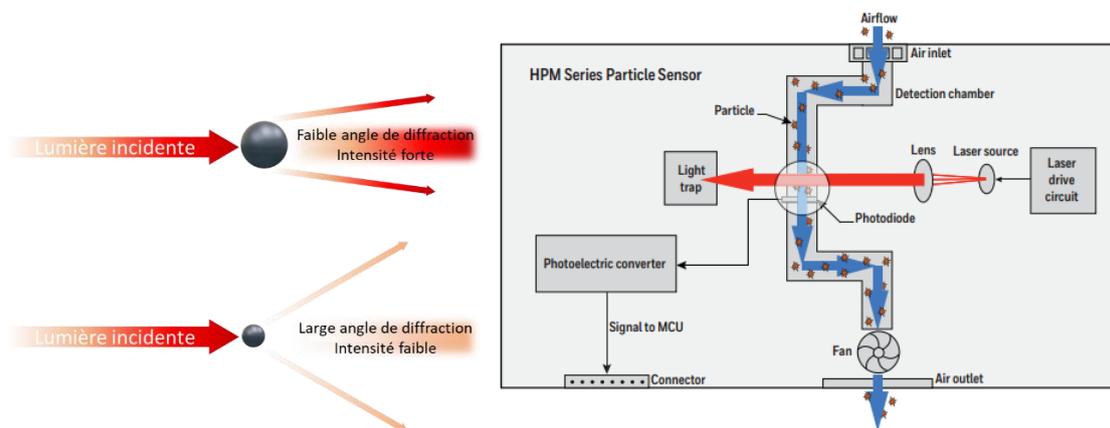


Figure 1 – Exemple de schéma de principe du capteur de particules fines de marque Honeywell, séries HPM

A ce principe physique, est généralement associé un principe mécanique : l'air ambiant est aspiré dans le boîtier de manière régulière par un ventilateur ou une pompe. Connaissant le flux d'air et le nombre de particules captées par catégories de taille et en évaluant la densité des particules, il est alors possible d'en déduire la concentration particulaire en $\mu\text{g}/\text{m}^3$ d'air.

Les micro-capteurs mesurant les concentrations particulières utilisent une source proche de l'infrarouge pour trois raisons :

- les sources et les détecteurs dans ces gammes de longueur d'onde sont largement utilisés dans le domaine des télécommunications et donc sont disponibles à coûts modérés,
- pour éviter toute interférence avec le spectre visible de la lumière du jour,
- pour que la diffusion ait lieu, il faut que la taille de la particule soit du même ordre de grandeur que la longueur d'onde de la lumière émise (régime de diffusion de Mie). Les $PM_{2.5}$ et PM_{10} imposent donc une longueur d'onde de l'ordre du micromètre, comme c'est le cas de l'infrarouge.

Au regard de ce principe physique, il existe donc **plusieurs sources d'erreurs de mesure possibles** :

- tout d'abord, ces micro-capteurs n'informent en aucun cas sur la nature de la particule. L'algorithme convertit les données en concentration massique [$\mu\text{g}/\text{m}^3$] en considérant une densité particulière qui n'est pas toujours adaptée.
- de la même façon, le calcul de la concentration particulière dépend de la stabilité du débit de prélèvement. En présence de vent, ou si le capteur est utilisé en mobilité (voiture, drone, etc...), les données risquent d'être faussées. Un carter de protection approprié permet de limiter cet effet.
- le processus de classification de la taille fait l'hypothèse que les particules mesurées sont parfaitement sphériques, il peut donc y avoir des incertitudes sur la taille des particules.

Compte-tenu de ces éléments, le banc d'évaluation des performances métrologiques des micro-capteurs mesurant les concentrations particulières envisagé dans ces travaux devrait permettre d'évaluer les incertitudes liées à la nature des particules, à la répartition par gamme de tailles, à l'impact de la vitesse de vent et de la luminosité extérieure, et estimer les erreurs introduites par l'algorithme de calcul de concentration massique à partir du comptage des particules.

2.2 Bibliographie : les micro-capteurs mesurant les concentrations particulières et les bancs de caractérisation en laboratoire

2.2.1 Les micro-capteurs : fabricants et intégrateurs

Pour rappel, un micro-capteur est généralement constitué de deux parties : l'élément sensible en tant que tel d'une part, et d'autre part un boîtier d'intégration incluant du traitement de l'information et un packaging approprié à son utilisation comme la fluïdique, la connectique, etc. Si le système intègre plusieurs éléments sensibles, par exemple pour la mesure simultanée de plusieurs polluants d'intérêt, l'ensemble constitue alors ce que l'on dénomme une « mini-station ».

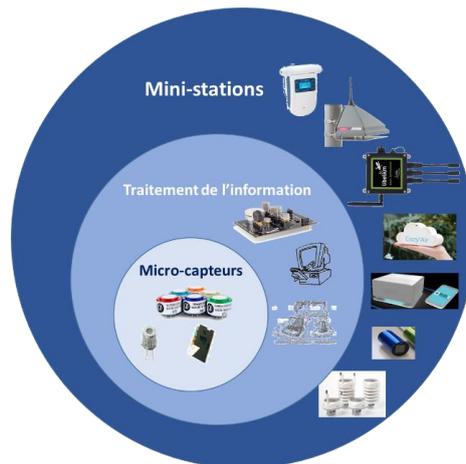


Figure 2 – Structure d'un micro-capteur ou d'une mini-station

Comme énoncé en introduction du §2.1, un peu plus d'une demi-douzaine de constructeurs se partagent le marché des éléments sensibles, tandis que l'on trouve pléthore d'intégrateurs. Entre une version brute (OEM) et une version toute intégrée avec le software d'acquisition, de traitement des données, et de transmission des mesures sur le cloud, le prix peut varier d'une vingtaine d'euros à plusieurs milliers d'euros pour les systèmes les plus élaborés de type mini-station. Quoiqu'il en soit, cela reste un prix largement abordable, comparé aux méthodes de mesures réglementaires ou équivalentes.

Le tableau ci-après recense également une liste non-exhaustive de micro-capteurs intégrés ou mini-stations disposant, entre autres, de systèmes de mesure de concentrations particulières. Pour évaluer la valeur ajoutée par ces intégrateurs d'éléments sensibles, que ce soit l'impact de l'électronique, la facilité d'utilisation et de transmission des données, l'impact du packaging, etc., il est prévu dans le cadre des travaux LCSQA 2017 la réalisation d'un Essai d'Aptitude sur le terrain qui permettra d'apporter des éléments de comparaison et dont le rapport sera disponible en 2018.

Tableau 1 : Liste non exhaustive d'intégrateurs d'éléments sensibles

| Intégrateur | Référence du système | Polluants mesurés |
|------------------|-------------------------|--|
| Airmatrix | Airmatrix | PM ₁ /PM _{2,5} /PM ₁₀ |
| ECOMESURE | Ecomsmart | O ₃ /NO ₂ /PM ₁₀ /PM _{2,5} /PM ₁ |
| FACTORY SYSTEMES | Smart Env ProLibélium | NO/NO ₂ /PM ₁₀ /PM _{2,5} /PM ₁ |
| RUBIX | WT1 | NO/NO ₂ /PM ₁₀ /PM _{2,5} /PM ₁ |
| VAISALA | AQT 420 | SO ₂ /CO/O ₃ /NO ₂ /PM ₁₀ /PM _{2,5} |
| Clarity Movement | Node & Node-S | NO ₂ /PM _{2,5} |
| Environnement SA | Cairnet | NO ₂ /O ₃ /NO ₂ / PM ₁₀ /PM _{2,5} |
| 42 Factory | AtmoTrack | PM ₁ /PM _{2,5} /PM ₁₀ |
| ADDAIR | AQMesh | NO/NO ₂ /O ₃ /SO ₂ /PM ₁₀ /PM _{2,5} / PM ₁ |
| MetOne | NPM, ES642, Aerocet 831 | PM ₁₀ ou PM _{2,5} |

2.2.2 Les bancs utilisés pour la caractérisation en laboratoire de micro-capteurs de mesure de concentrations particulières

Beaucoup d'équipes scientifiques travaillent déjà sur la question de l'utilisation de micro-capteurs mesurant les concentrations particulières et les verrons scientifiques qu'ils sont susceptibles de lever. Si la plupart des études se concentrent sur des applications sur le terrain, comme le montre la synthèse effectuée en 2017 par A.C. Rai et al.[6], peu s'intéressent à l'étalonnage et à l'évaluation purement métrologique des performances des micro-capteurs, ce qui réduit fortement la confiance que l'on peut accorder à la qualité des données obtenues dans ces études, et rend difficile la comparaison des capteurs entre eux.

Malgré tout, on trouve dans la littérature quelques études rigoureuses en laboratoire dont nous avons pu nous inspirer pour établir le protocole présenté ici. Il y a par exemple l'évaluation en laboratoire du capteur Shinyei PPD42NS proposée par E. Austin et al. [7] : les auteurs y proposent un système de génération par nébulisation de particules composées de sphères de polystyrène monodispersées avec des diamètres de 0,75, 1, 2, 3 et 6 μm ainsi qu'une atmosphère polydispersée de poussière standardisée de type ASHRAE#1¹. Les données du capteur sont comparées à un compteur de particules TSI (APS) modèle 3321 qui, s'il ne donne pas directement une information en concentration massique, a l'avantage de permettre un comptage en nombre avec une fréquence élevée. Ce comptage est ensuite transformé en concentration massique en faisant l'hypothèse d'un débit parfaitement constant et de sphères parfaitement sphériques et de densité connue. Les essais menés montrent une bonne corrélation entre les mesures issues du micro-capteur Shinyei et les concentrations massiques déduites par calcul dans la gamme 0-150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

On trouve également la proposition de D. Liu et al. [8] qui compare quatre capteurs de types différents (Sharp, Shinyei, Samyoung et Oneair), sur la base d'un générateur de poussière fait-maison et d'une mesure de référence grâce à un TEOM (modèle 1405, Thermo Scientific). L'impact de la nature des particules (pulvérisation de solutions de bleu de méthylène, de fluorescéine sodique et de chlorure de sodium ou utilisation de poudre standardisée ASHARE#1) sur la réponse des capteurs y est notamment discuté, soulignant que c'est surtout la répartition granulométrique qui est le facteur de poids le plus important. Il y est conseillé d'utiliser un cyclone afin d'écarter les particules les plus grosses.

Dans l'ensemble, les études en laboratoire prônent toutes un système de génération permettant de jouer sur la nature des particules, sur leur distribution en nombre et en masse par gamme de tailles, et enfin sur la nécessité de contrôler ces deux paramètres par des instruments de référence présentant la plus grande résolution temporelle possible pour analyser au mieux les données des micro-capteurs [9][10].

3. SYNOPTIQUE DU BANC DE CARACTERISATION

Le synoptique du banc de caractérisation de micro-capteurs mesurant les concentrations particulières développé au cours de ces travaux a été pensé en tenant compte des attentes en termes d'évaluation métrologique (distribution par gammes de taille, et mesures de concentration en nombre et en masse des PM_{10} et $\text{PM}_{2,5}$), et des erreurs possibles

¹ ASHRAE#1 : 72% poudre d'Arizona (qualité A2), 23% poudre de carbone et 5% de fibres de coton blanchi

3.1 Pré-requis pour la chambre d'exposition

3.1.1 Recommandations générales

Comme pour la caractérisation des micro-capteurs mesurant les concentrations de gaz, la chambre d'exposition doit présenter des caractéristiques métrologiques parfaitement maîtrisées afin de permettre la caractérisation des performances des micro-capteurs mesurant les concentrations particulières de la manière la plus pertinente au regard de l'application visée. On peut s'appuyer sur les recommandations générales proposées dans le protocole LCSQA pour la caractérisation de micro-capteurs mesurant les concentrations de gaz [4].

3.1.2 Options étudiées à l'IMT Lille Douai pour ces essais

Dans un premier temps, nous avons opté pour des sacs Téflon. Ces sacs ont l'avantage d'être peu coûteux à l'achat et de tailles modulables. Ces atouts permettent de réaliser de nombreux tests visant à optimiser la génération de particules.



Figure 4 – Le sac Téflon : un bon compromis pour une chambre d'exposition à bas coût

En revanche, la mise en place des capteurs est moins pratique. Soit on les dispose directement à l'intérieur avant de sceller le sac, mais dans ce cas, il faut prévoir le passage des câbles d'alimentation ou de transmission des données ; soit, pour les capteurs comportant un système d'aspiration, on relie directement celui-ci à la chambre avec un tuyau adapté, le plus court possible. Chaque perçage induit une zone de fuite potentielle et réduit la maîtrise des paramètres de génération dans le sac.

Dans un deuxième temps, nous avons opté pour la chambre d'essai déjà retenue pour le protocole de caractérisation métrologique des capteurs mesurant les concentrations de gaz. Il s'agit d'une chambre cylindrique en verre (Pyrex) de grand volume (36L) à ouverture frontale avec une longueur de 60 cm pour un diamètre de 25 cm.



Figure 5 - Typologie de la chambre d'exposition de 36L en Pyrex

Elle s'ouvre totalement en façade et permet donc l'introduction de capteurs de taille et de forme variées. Elle présente également plusieurs points de prélèvement pour l'introduction de sondes de température/humidité et pour le prélèvement particulaire. Durant l'ensemble des essais, la température et l'humidité relative ont été systématiquement mesurées par un capteur de type EasyLog EL-USB-2-LCD. La qualification métrologique complète de cette chambre est disponible dans l'étude LCSQA de Plaisance et al. [5]

Le **taux de renouvellement** d'air naturel de la chambre a été mesuré par l'injection de CO₂ en fortes concentrations (plusieurs milliers de ppm) et par la mesure de son taux de décroissance. On obtient une valeur de 0,5 h⁻¹, majoritairement due aux nombreux passages de câbles nécessaires à l'alimentation et à la récupération des données des capteurs. Il faudra en tenir compte notamment lors de l'évaluation de leur temps de réponse.

Le **temps de remplissage** est inférieur à 2min avec un volume de 36L et un débit maximal de 20L/min.

L'**homogénéité des profils de vitesse de vent** est assurée par trois ventilateurs placés sous le plateau de dépôt des capteurs, fonctionnant en continu avec un réglage possible. La vitesse de l'air est alors ajustable de 0 à 2m.s⁻¹ soit 7,2km.h⁻¹, mais l'homogénéité pour la phase gazeuse n'est assurée qu'au-delà de 0,2±0,1 m.s⁻¹. Cependant, à ventilation élevée, la répartition des vitesses de vent dans la chambre montre également une inhomogénéité qui pourrait pénaliser la caractérisation de micro-capteurs, en fonction de leur position dans la chambre. Nous avons donc opté pour une vitesse de vent intermédiaire à 1m.s⁻¹.

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre conviennent aux exigences du protocole ciblé ici. Les résultats présentés au sein de ce rapport concernent uniquement l'utilisation de cette chambre cylindrique en verre.

3.2 Pré-requis sur les mesures de référence

3.2.1.1 Instrument de comptage : Aerotrak

Le comptage des particules est assuré par un Aerotrak TSI8220, qui est un compteur optique de particules. Il permet le comptage dans des classes de taille allant de 0,3 à 10 μ m. L'efficacité de calcul du nombre de particules par gammes de taille, donnée par le constructeur est de :

- 50 % \pm 10% à 0,3 μ m
- 100 % autour de 0,45 μ m
- 50 % \pm 10 % à toutes les tailles supérieures à 0,45 μ m.

La résolution temporelle est de 1 minute qui correspond à 50s de prélèvement et 10s de temps de calcul. L'appareil est reconnu conforme aux normes ISO 14644-1/BPF/FS-209E.

Tout système de comptage équivalent à cet instrument est acceptable, mais il faut garder à l'esprit que la méthode optique limite la résolution de cet instrument, et qu'une part des particules les plus fines générées par la suite peut ne pas être quantifiée.

3.2.1.2 Instrument de mesure de concentration en masse : TEOM

L'instrument de référence pour les mesures de concentration en masse est un TEOM series 1400A (Tapered Element Oscillating Microbalance : microbalance à élément oscillant). Habituellement, on trouve en amont de cette microbalance une tête de prélèvement PM₁₀ ou PM_{2,5} qui, vu son encombrement, n'est pas adaptable à une chambre d'exposition en laboratoire. En l'absence de la tête de prélèvement, le TEOM mesure l'intégralité des particules générées quelle que soit leur taille. Dans ce travail, le TEOM n'a pas été utilisé dans sa configuration standard pour la mesure de l'air ambiant, à savoir avec un pas de mesure quart horaire, mais avec un pas d'une minute. En effet, l'un des intérêts fondamentaux des micro-capteurs mesurant les concentrations particulières réside dans leur résolution temporelle élevée. Par conséquent, il faudrait ici idéalement un instrument de référence ou reconnu équivalent, capable de fournir une donnée au même rythme que les micro-capteurs. A ce titre, le FIDAS pourrait être un bon complément à l'utilisation du TEOM, même si son équivalence n'est démontrée que pour des données journalières, sur les sites de fond urbain et rural, et qu'il connaît les mêmes limitations que les micro-capteurs en termes d'impact de la nature chimique, de la forme et de la densité des particules Cette option sera étudiée dans la finalisation de cette étude dans les travaux LCSQA de 2018.

3.3 Pré-requis pour la génération des particules

Afin de tenir compte d'une part de l'impact éventuel de la nature de la particule sur la mesure des micro-capteurs et d'autre part pour disposer de gammes diversifiées de tailles de particules, il est proposé ici deux systèmes de génération de particules : l'un en voie sèche avec un seul type de poudre, l'autre en voie humide avec deux solutions. Ces deux systèmes de génération (bancs de génération associés à la chambre d'exposition) ont été caractérisés, pour la poudre et les solutions choisies, en termes de répartition par gammes de tailles de particules (entre 0,3 et 10 μm) et concentration en masse dans la chambre d'exposition.

3.3.1 Systèmes de génération de particules

3.3.1.1 Génération de particules en voie sèche - Naneum Aero PA100

Le système de génération Naneum Aero PA100 est composé d'une chambre d'aérosolisation équipée d'un agitateur vortex. Une buse en acier inoxydable est positionnée au-dessus de la surface de poudre au sein de la chambre d'aérosolisation permettant l'application d'un flux d'air « zéro » contrôlé en débit par un régulateur de débit massique. Cela permet la mise en suspension des particules en phase aérosol. L'aérosol ainsi généré entre alors au sein d'une chambre de sédimentation et une seconde arrivée d'air « zéro » permet de diluer l'aérosol généré avant que celui-ci n'atteigne la chambre d'exposition. La Figure 6 présente le synoptique du banc de génération en voie sèche. A noter que tous les éléments du banc, y compris les éléments de transfert, comme les tubulures, doivent préconiser des matériaux susceptibles d'éviter au maximum les pertes particulaires (tel que le Téflon).

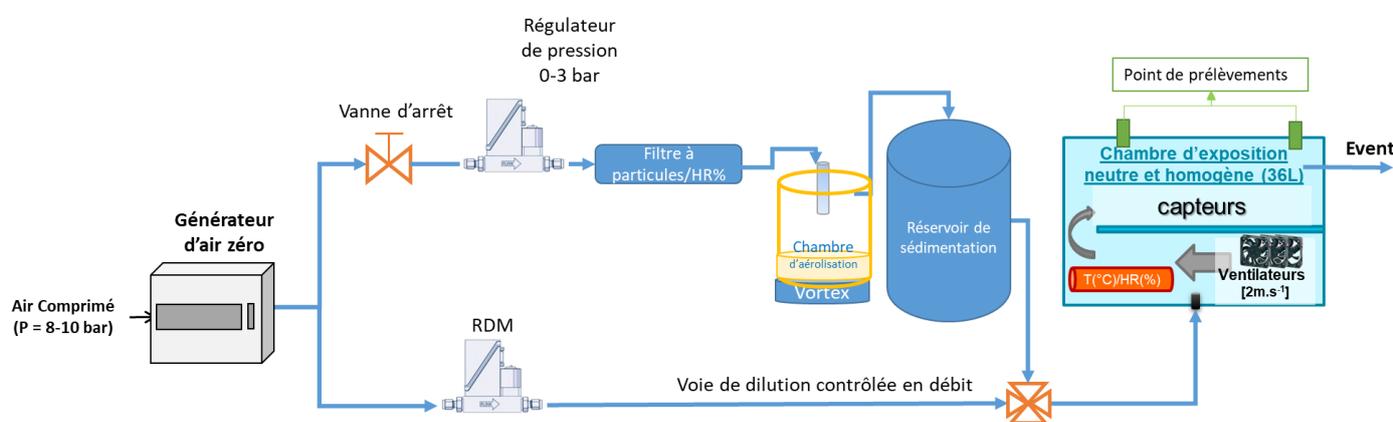


Figure 6 – Synoptique du système de génération de particules-voie sèche

Pour la poudre placée dans la chambre d'aérosolisation, notre choix s'est porté sur de l'Arizona Dust, plus spécifiquement sur une poudre de type A1 Ultrafine 0-10 μm , de sorte à avoir une répartition des tailles de particules dans toute la gamme de 0 à 10 μm . Selon la spécification technique, moins de 10% du nombre de particules ont un diamètre supérieur à 10 μm . D'autres types de poudre pourraient convenir à une répartition granulométrique plus restreinte (exemple : Arizona Test Dust fraction 0-3 μm pour du spécifique PM_{2,5}).

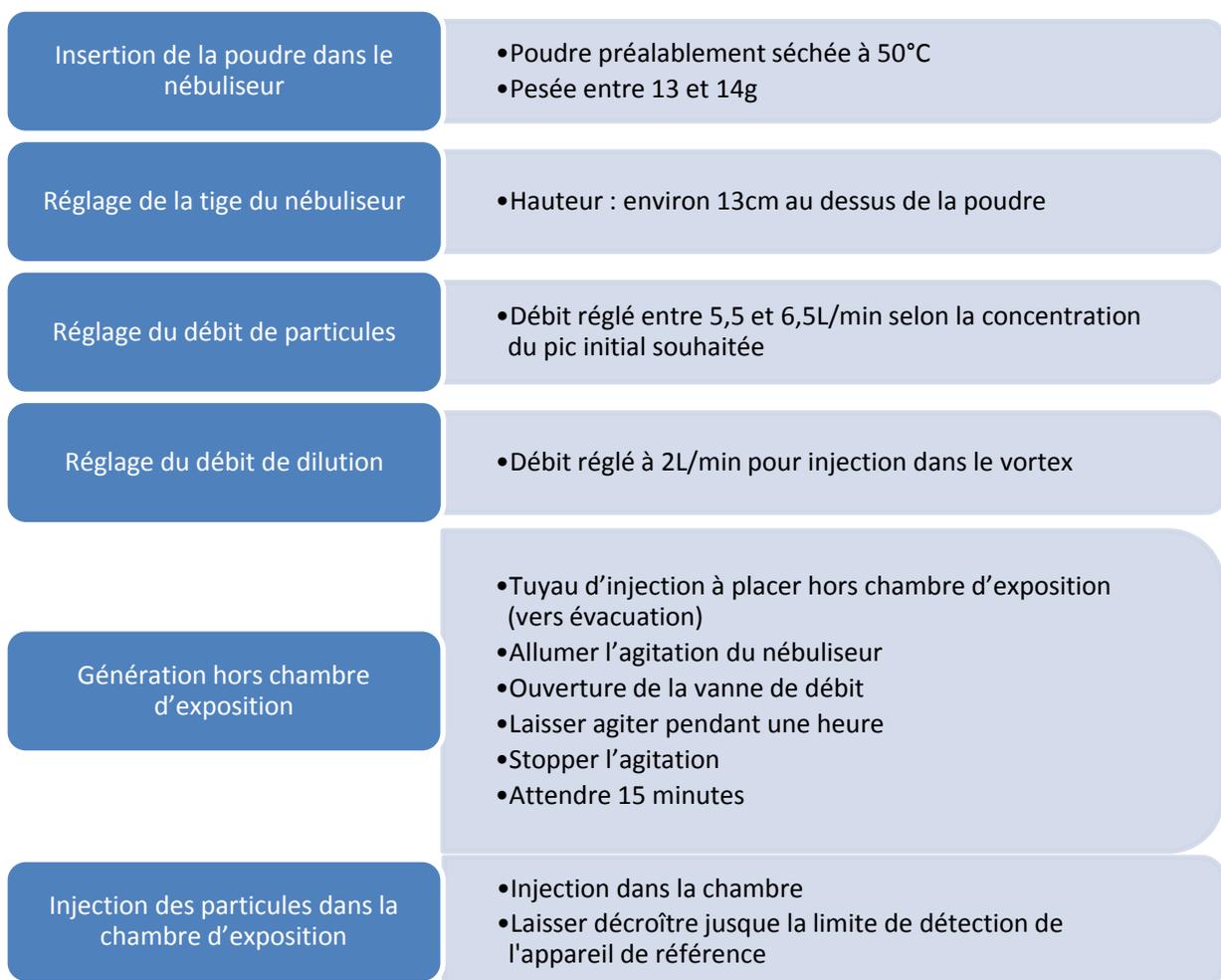
Protocole de génération en voie sèche

Objectif idéal : génération de rampes linéaires de concentration dans la gamme 0-500 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ sur une durée restreinte (environ une heure).

Démarche : optimisation des différents paramètres du système : masse de poudre, hauteur de la tige de soufflage de l'air zéro, vitesse d'agitation de l'agitateur vortex, débits de dilution, durée d'exposition...

Après l'optimisation des conditions opératoires, le protocole final consiste à générer sur une durée courte (~1h) un pic unique de concentrations comprises entre 500 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ et 1200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de particules, puis le laisser décroître naturellement dans le temps (~24h).

L'organigramme du protocole est le suivant :



3.3.1.2 Génération de particules en voie humide

La génération en voie humide est basée sur la nébulisation de solutions salines. Le système utilisé dans le cadre de ces essais est un AGK 2000 de PALAS. Son débit réglable de 4 à 12 L/min permet de créer des particules dont la taille varie de 0,05 à 15 μm . Afin d'éliminer les grosses gouttes de solution, l'aérosol généré passe au travers d'un cyclone et est ensuite envoyé dans la chambre d'exposition.

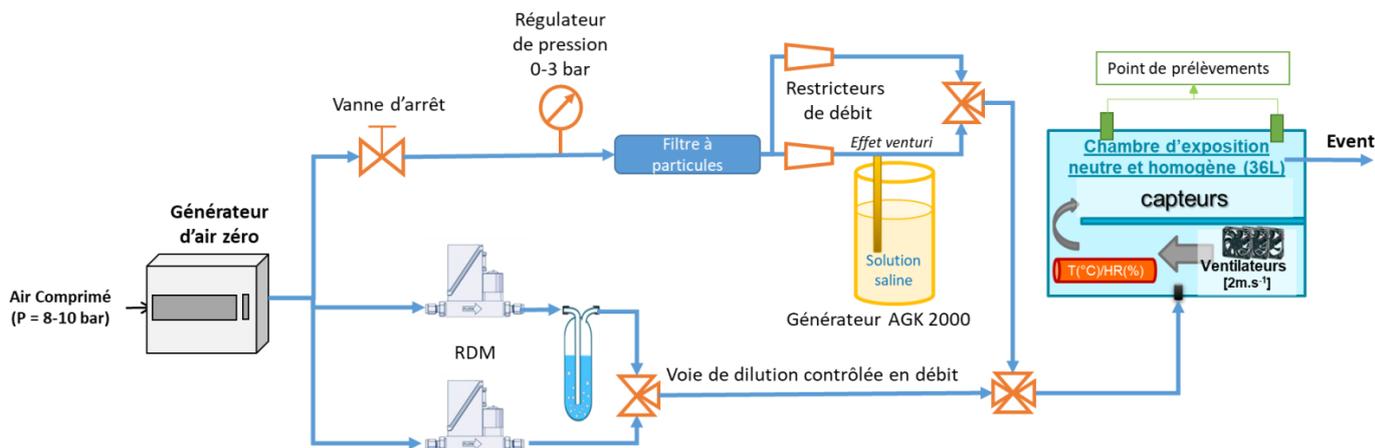


Figure 7 – Synoptique du système de génération de particules-voie humide

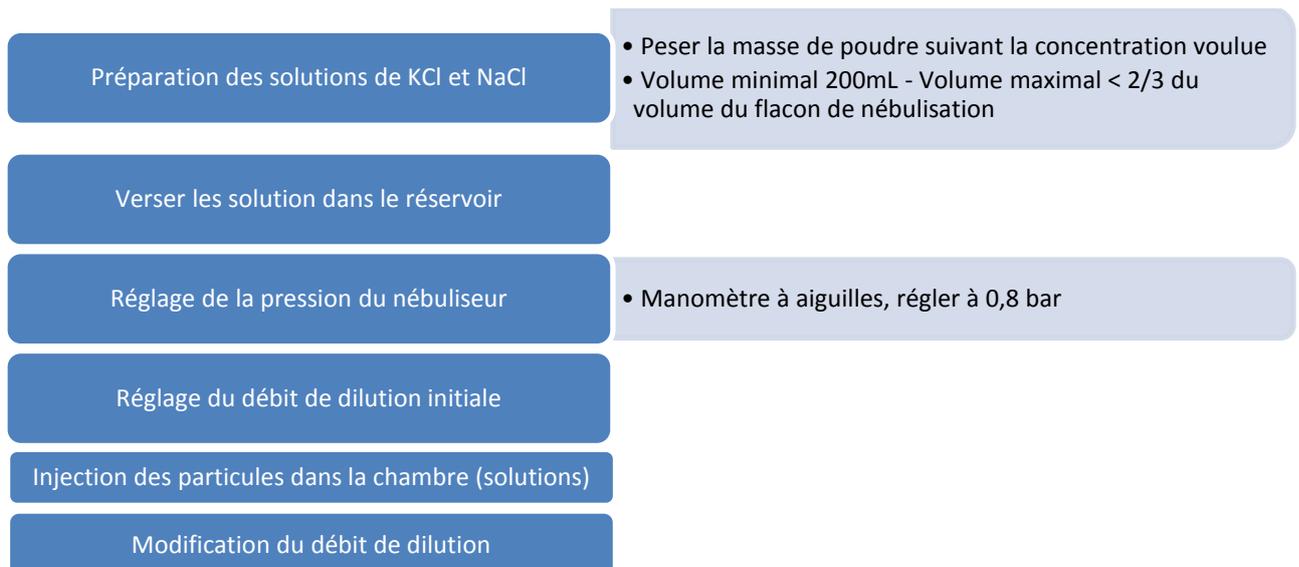
Les solutions salines à nébuliser peuvent avoir différentes compositions : par exemple, du chlorure de potassium (KCl) (choisi dans le cadre de ces essais), du chlorure de sodium (NaCl), ou encore du nitrate ou du sulfate d’ammonium qu’on retrouve notamment dans la composition des particules atmosphériques et qui sont associées aux émissions anthropiques.

Protocole de génération en voie humide

Objectif idéal : génération de niveaux de concentration dans la gamme 0-1000 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ avec une stabilité à +/- 25% pendant 1 heure sur une durée minimale d’une heure.

Démarche : optimisation des trois paramètres d’entrée du système : pression d’entrée, débit de dilution et concentration initiale de la solution.

L’organigramme du protocole est le suivant :



3.3.2 Caractéristiques générales des systèmes de génération de particules

3.3.2.1 Dynamique temporelle

En voie sèche, on génère une concentration massique initiale de plusieurs centaines de $\mu\text{g}/\text{m}^3$, puis on observe une décroissance temporelle progressive sur une durée de plusieurs heures. Chaque test génère des concentrations en particules avec un pic initial et une vitesse de décroissance propre à la manipulation. Même si les ordres de grandeur restent les mêmes, il existe une grande variabilité d'un essai à l'autre, pouvant aller au-delà d'un rapport de 4. Toutefois, cette diversité dans la génération n'est pas d'un grand préjudice car, comme c'est toujours l'outil de référence qui fait foi, la méthode permet bien de qualifier en dynamique les micro-capteurs sur de larges gammes de concentrations.

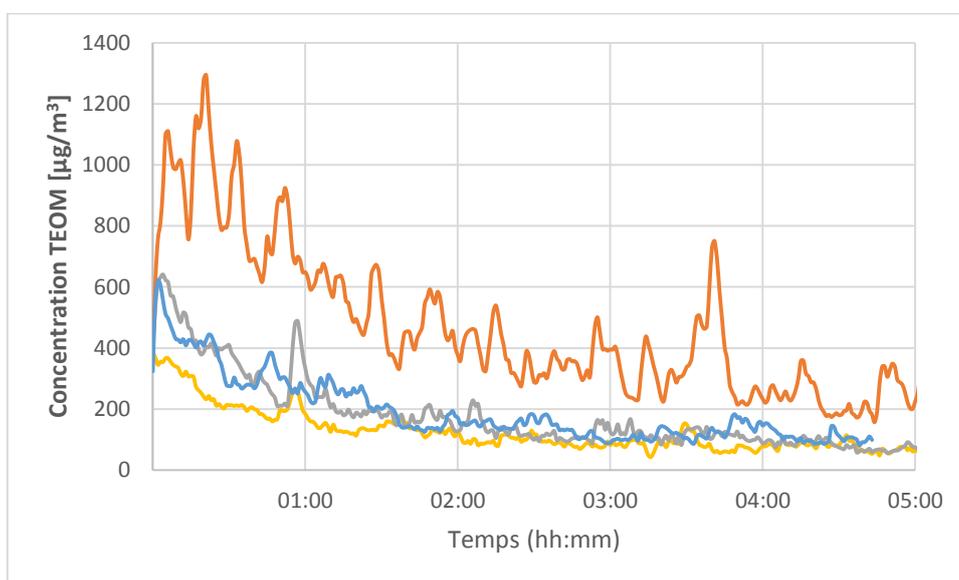


Figure 8 – Exemples d'évolution temporelle des concentrations massiques mesurées par le TEOM pour la génération en voie sèche

En voie humide, la Figure 9 présente un exemple de génération de paliers de concentrations en particules sur des périodes limitées ici à 30 minutes. La concentration décroît rapidement sur une durée inférieure à 5 minutes pour atteindre un niveau stable sur la durée souhaitée par l'utilisateur. Seules les valeurs issues de cette zone de stabilité sont utilisées comme valeurs de référence pour qualifier les micro-capteurs. On note qu'il est possible d'atteindre une résolution de l'ordre de $20\mu\text{g}/\text{m}^3$ d'un palier à l'autre. La concentration maximale générée est limitée dans l'exemple suivant à $150\mu\text{g}/\text{m}^3$ en raison du choix initial sur la concentration de la solution (dans ce cas, $[\text{KCl}]=50\text{mg}/\text{L}$).

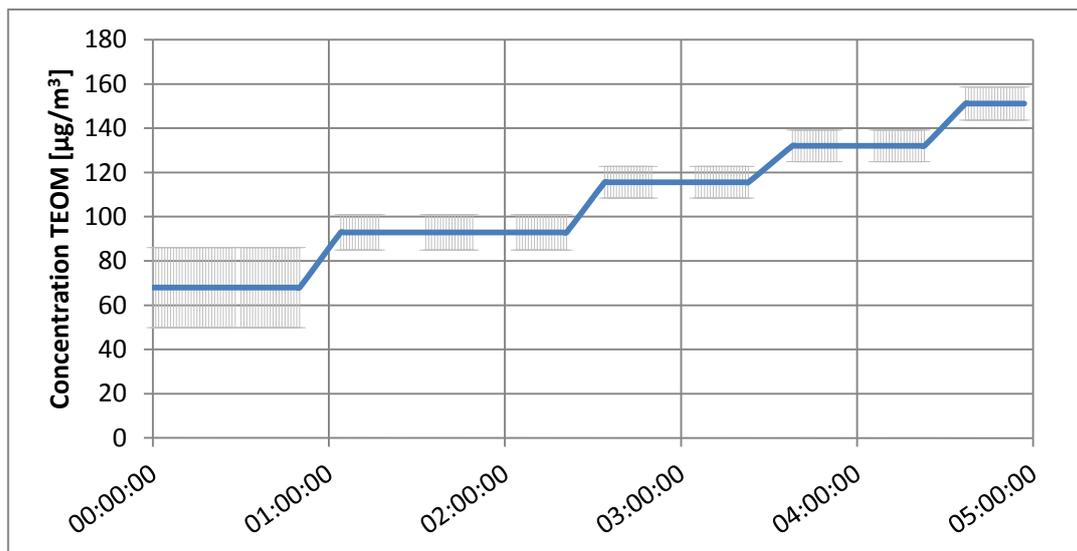


Figure 9 – Exemple d'évolution temporelle des concentrations massiques mesurées par le TEOM pour la génération d'un aérosol de KCl ($[\text{KCl}]_{\text{sol}}=50\text{mg}/\text{L}$) en voie humide. Les barres d'erreur représentent $\pm 1\sigma$.

3.3.2.2 Température et humidité relative dans la chambre d'exposition

En voie sèche, la température mesurée dans la chambre d'exposition est de $24,8 \pm 0,9^\circ\text{C}$ sur près de 12h (température légèrement supérieure à la moyenne habituelle en laboratoire en raison de conditions caniculaires le jour de l'essai). La Figure 10 présente une évolution typique. L'humidité relative est très faible, inférieure à $10\pm 10\%$ sur l'ensemble des essais, en raison de l'utilisation d'air séché en tant que gaz de dilution. Il faudra tenir compte de ce point lors de l'analyse des résultats puisque cela correspond à des conditions relativement éloignées de l'usage en situation réelle complexe.

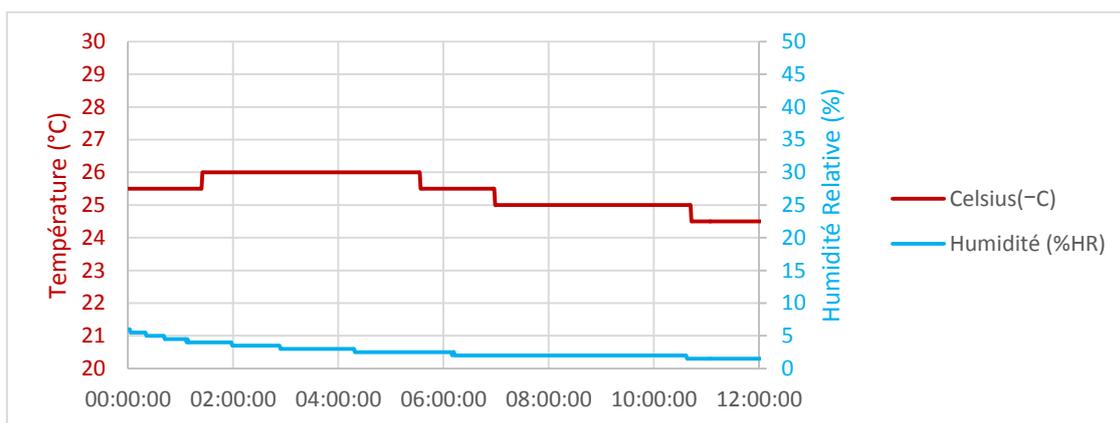


Figure 10 – Dynamique temporelle de la température et de l'humidité relative dans la chambre d'essai durant la génération en voie sèche

En voie humide, la température dans la chambre d'exposition est comprise entre 24°C et 25°C sur la durée des essais – Figure 11. L'humidité relative varie au cours des essais, sur des plages allant de 20% à 40%, suivant le débit de dilution utilisé. Plus la concentration en

particules à générer est élevée, plus l'humidité relative associée est également élevée car le débit de dilution diminue. Contrairement à la génération en voie sèche, ces conditions correspondent davantage à ce que l'on peut rencontrer en situation réelle complexe.

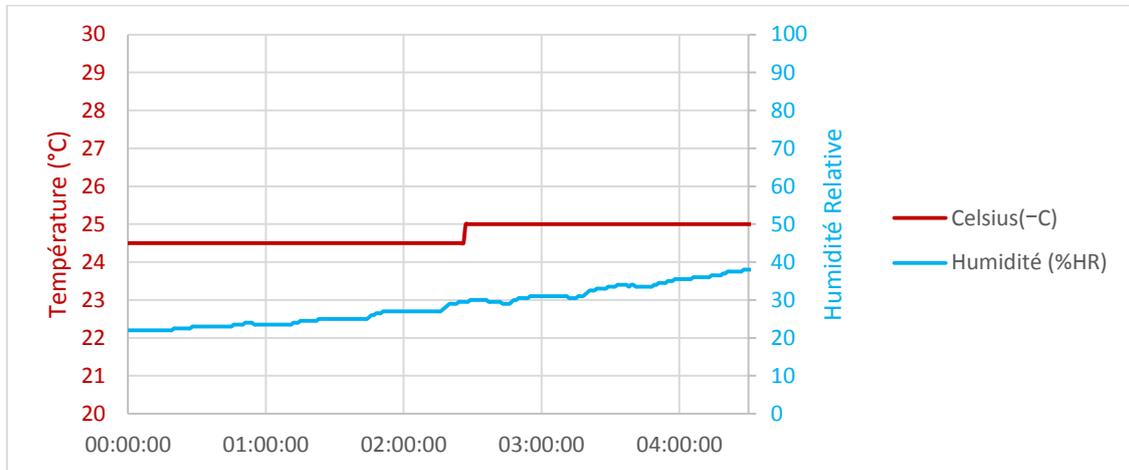


Figure 11 – Dynamique temporelle de la température et de l'humidité relative dans la chambre d'essai durant la génération en voie humide

3.3.2.3 Distribution moyenne en nombre par gamme de tailles

Afin d'interpréter au mieux les données des essais, il est nécessaire de qualifier la distribution en nombre et en masse des aérosols générés dans les conditions de génération en voie sèche et voie humide. Pour rappel, l'instrument de comptage utilisé ici (AEROTRACK) utilise une méthode optique limitée à des gammes de taille supérieures à $0,3\mu\text{m}$. De ce fait, l'instrument pourra être aveugle à la part la plus fine des particules générées, comme par exemple dans le cas de l'aérosol salin.

Deux essais non consécutifs ont été menés. La moyenne de la distribution granulométrique en nombre sur la durée intégrale de deux essais en voie sèche (24h par essai) et de deux essais en voie humide (5h par essai) est présentée sur la Figure 12. Les barres d'erreur correspondent à \pm un écart-type sur la durée de chaque essai, avec un point de mesure toutes les minutes.

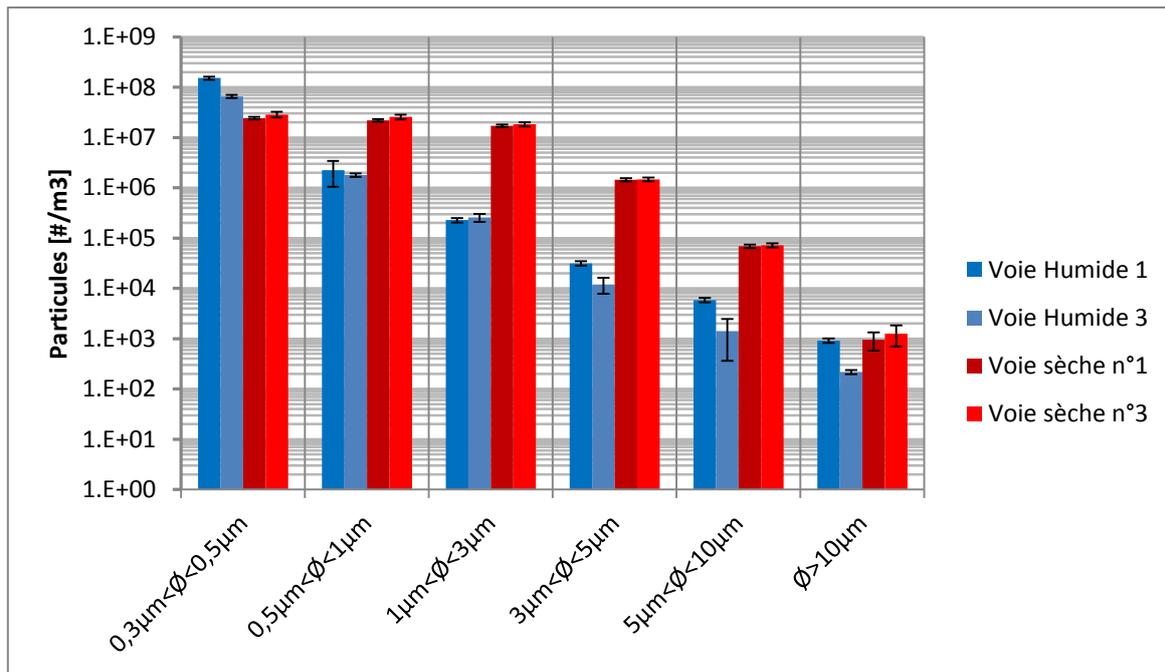


Figure 12 – Distribution granulométrique en nombre mesurée par l’Aerotrack pour les deux voies de génération, sèche (en rouge) et humide (en bleu) pour deux essais non consécutifs.

Pour la **voie sèche**, on obtient une majorité de particules de tailles sub- et super-microniques jusque 3µm. On ne visualise ici que la queue de la distribution en nombre des particules étant donné que la limite de détection de l’Aerotrack est de 300nm. Des mesures de la distribution en utilisant un spectromètre de mobilité électrique (SMPS) qui permet de caractériser la granulométrie en nombre de particules en phase aérosol avec une gamme de mesure allant de quelques nanomètres à 1µm pourraient être envisagées.

Etant donné la durée des essais, il est également utile de s’intéresser à la dynamique de cette distribution dans le temps (voir § 3.3.2.4).

Pour la **voie humide**, on obtient une majorité de particules dans la gamme de diamètre allant de 0,3 à 0,5 µm. Comme pour la voie sèche, il faudrait mesurer avec un instrument de type SMPS la distribution en dessous de la limite de détection de l’Aerotrack (0,3µm).

Ici l’analyse de la dynamique temporelle n’est pas utile car chaque palier est maintenu constant durant tout l’essai pour des variations de concentration massique faibles.

Pour les deux générations (sèche et humide), cette distribution est bien reproductible d’un essai à l’autre.

3.3.2.4 Dynamique temporelle des distributions granulométriques en nombre (voie sèche uniquement)

Pour la génération en voie sèche, l’évolution des distributions granulométriques en nombre est étudiée par tranche de 2h. On note clairement que les gammes de tailles les plus nombreuses vues par l’Aerotrack sont bien celles inférieures à 5 µm. Par ailleurs, l’évolution dynamique de la distribution est bien reproductible entre deux essais non successifs.

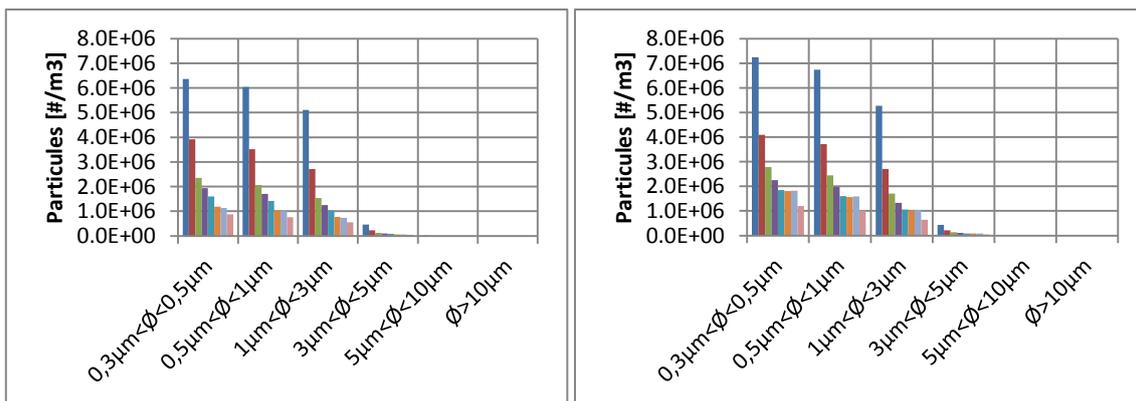


Figure 13 – Dynamique temporelle par tranche de 2h des distributions granulométriques en nombre pour la génération en voie sèche

En prenant comme référence, la gamme de particules de plus faible taille ($0,3\mu\text{m} < \varnothing < 0,5\mu\text{m}$) et en calculant le ratio du nombre de particules pour chaque gamme de taille par rapport à cette référence (Equation 1), on vérifie que la distribution est assez stable dans le temps, comme le montre la Figure 14.

$$\text{Ratio}(\%)_{\text{gamme de taille}} = (\text{Nb de particules}_{\text{gamme de taille}} / \text{Nb de particules}_{0,3\mu\text{m} < \varnothing < 0,5\mu\text{m}}) * 100$$

Équation 1

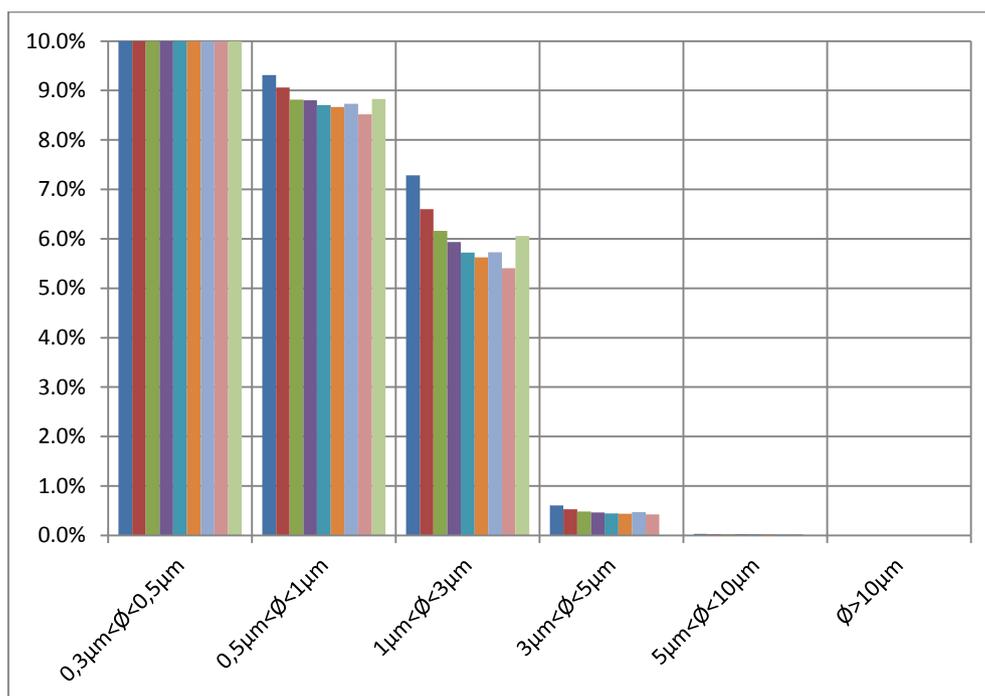


Figure 14 – Ratio de la dynamique temporelle des distributions granulométriques par tranche de 2h par rapport à la gamme de taille la plus petite ($0,3\mu\text{m} < \varnothing < 0,5\mu\text{m}$) pour la génération en voie sèche

3.3.2.5 Distribution granulométrique en masse

Afin de convertir les distributions granulométriques mesurées en nombre vers des distributions en masse, nous faisons l'hypothèse que toutes les particules sont des sphères parfaites et de nature chimique homogène. On détermine alors le volume de chaque sphère en choisissant pour chaque gamme de taille, un diamètre qui correspond au milieu de la gamme. La masse volumique du sable d'Arizona a été déterminée par trois essais en

laboratoire et vaut 2300 kg/m³, tandis qu'une masse volumique de 1980 kg/m³ pour le chlorure de potassium est issue de la fiche de sécurité du Programme International sur la Sécurité des Substances Chimiques. Attention, il s'agit ici des densités apparentes et non de la densité des poudres en suspension. Les résultats donnant la masse d'une sphère de particule de sable d'Arizona et de chlorure de potassium sont calculés à partir de l'équation 2 et récapitulés dans le Tableau 2.

$$masse_{sphère} = Volume * Masse Volumique$$

Équation 2

$$\text{avec } volume = \frac{4}{3} \pi \left[\frac{Diamètre}{2} \right]^3$$

Tableau 2 : Masse idéale d'une particule par nature et par gamme de taille

| | 0,3µm<Ø<0,5µm | 0,5µm<Ø<1µm | 1µm<Ø<3µm | 3µm<Ø<5µm | 5µm<Ø<10µm | Ø>10µm |
|---|---------------|-------------|-----------|-----------|------------|----------|
| Diamètre choisi (m) | 4,00E-07 | 7,50E-07 | 2,00E-06 | 4,00E-06 | 7,50E-06 | 1,00E-05 |
| Volume sphère (m ³) | 3,35E-20 | 2,21E-19 | 4,19E-18 | 3,35E-17 | 2,21E-16 | 5,24E-16 |
| Masse d'une sphère de KCl [µg] | 6,64E-08 | 4,37E-07 | 8,29E-06 | 6,64E-05 | 4,37E-04 | 1,04E-03 |
| Masse d'une sphère de Poudre d'Arizona [µg] | 7,71E-08 | 5,08E-07 | 9,63E-06 | 7,71E-05 | 5,08E-04 | 1,20E-03 |

Il est alors possible de déterminer la distribution en masse par gamme de taille et par type de génération. Les résultats pour la voie sèche sont présentés sur la Figure 15, pour deux essais distincts et par tranche de 2h pour tenir compte de l'évolution dynamique de la distribution au cours du temps.

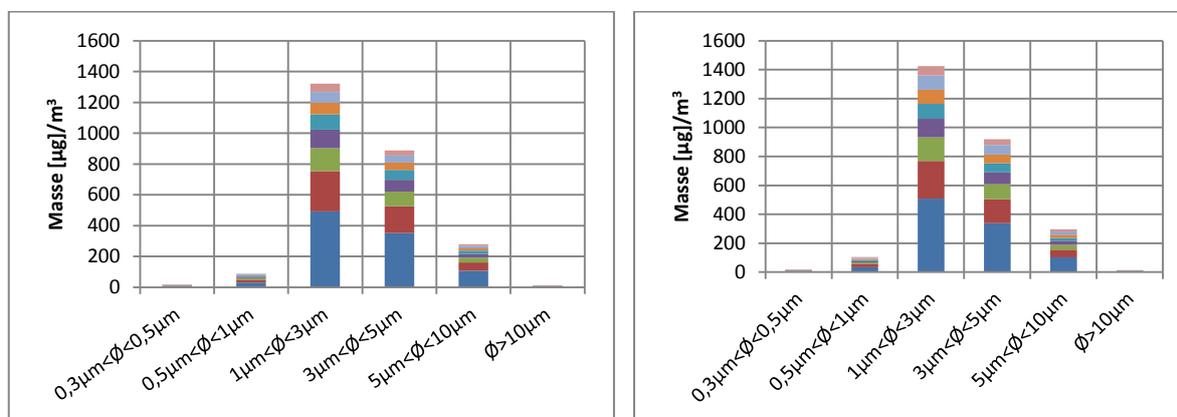


Figure 15 – Distribution granulométrique en masse calculée et cumulée par tranche de 2h pour la génération en voie sèche pour deux tests non consécutifs

Pour la **voie sèche**, en masse, les contributions les plus fortes proviennent des trois gammes de tailles comprises entre 1 et 10µm. Il faudra tenir compte de ce paramètre lors de l'analyse des résultats sur les micro-capteurs.

Les résultats pour la **voie humide** sont présentés sur la Figure 16.

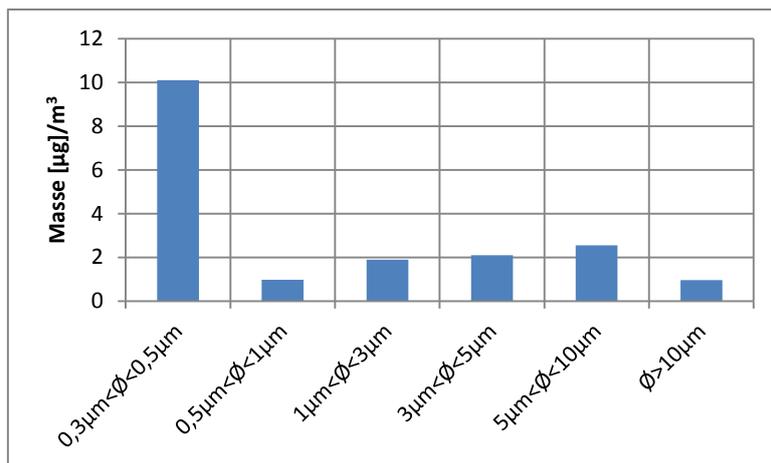


Figure 16 – Exemple de distribution granulométrique en masse pour la génération en voie humide $[KCl]_{sol} = 25mg/L$

Pour la **voie humide**, la majorité de la masse des particules provient de la gamme la plus fine ($0,3\mu m < \varnothing < 0,5\mu m$), sachant encore une fois qu'une partie de la distribution la plus fine reste a priori inaccessible à la mesure. Il faut noter également qu'il existe un ratio de 1/100 en masse par rapport à la voie sèche (après 2h d'exposition). A nouveau, il faudra tenir compte de ces paramètres dans l'analyse des résultats côté capteurs.

3.4 Conclusion

Il est tout à fait possible de générer en laboratoire de manière contrôlée des particules de nature chimique différente, avec des protocoles dont la mise en œuvre reste accessible. La mesure de la concentration massique peut être effectuée grâce à un instrument de référence tel que le TEOM, sous réserve d'une caractérisation de la distribution granulométrique en nombre des particules générées. Le compteur optique utilisé dans ces premiers travaux présente une limite de détection trop faible en raison de son principe de détection optique. Au regard des résultats et du très faible nombre de particules mesurées, une partie de la distribution est probablement manquante. Une vérification par SMPS serait nécessaire dans des travaux futurs. Cependant, compte-tenu des objectifs de qualité de données souhaitées, on dispose ici d'un banc permettant une première approche de la caractérisation métrologique des capteurs de concentration massique des particules dans des conditions maîtrisées.

4. APPLICATION DU PROTOCOLE A DES MICRO-CAPTEURS DE MESURE DE CONCENTRATIONS PARTICULAIRES

Le protocole de caractérisation des paramètres métrologiques proposé dans ce document a été mis en œuvre pour la caractérisation de capteurs mesurant les concentrations particulaires, sélectionnés parmi quelques solutions commerciales couramment utilisées ou identifiées par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air. Trois références de micro-capteurs ont ainsi été testées sur ce banc de caractérisation métrologique : AlphaSense OPC-N2, Shinyei, et Vaisala (Figure 18).



Figure 17 – Micro-capteurs ou mini-station testés par le protocole, de gauche à droite : Alphasense OPC N2, Shinyei PPD60PV, Vaisala AQT420

4.1 Alphasense OPC-N2

Trois répliquas de capteurs Alphasense OPC-N2 ont été testés durant cette campagne en laboratoire. Aucun de ces capteurs n'est neuf, tous ayant déjà été utilisés sur le terrain, soit pour des expositions mobiles lors de campagnes à vélo, soit pour des essais dédiés à l'évaluation de la qualité de l'air intérieur avec notamment des expositions à des fumées d'encens. Les résultats sont présentés selon le type de génération choisi, tout d'abord en voie sèche puis en voie humide.

4.1.1 Alphasense OPC-N2, résultats en voie sèche

Les corrélations entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par chaque capteur et le TEOM pour trois répliquas du même capteur sont présentées en Figure 18. On note une grande disparité dans les facteurs de réponse des trois micro-capteurs, notamment sur le capteur n°2, qui présente une très faible pente de réponse. Ce capteur a été exposé à des fumées d'encens, qui ont probablement encrassé le système à différents niveaux (ventilateur, source, lentille, détecteur). Des écarts de reproductibilité pour ce micro-capteur sont reportés dans la littérature, toutefois limités de 4 à 16% (variance) [14].

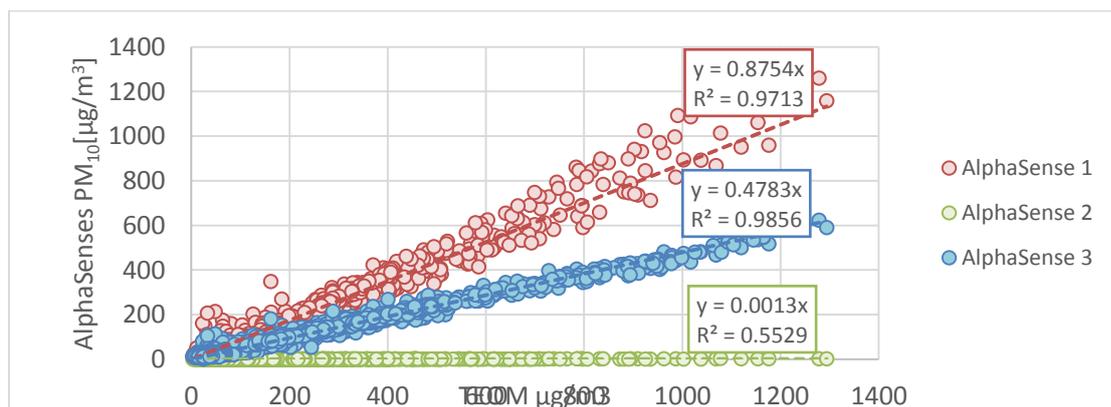


Figure 18 – Corrélations entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par chaque capteur (Alphasense OPC-N2) et le TEOM en génération voie sèche

Les mesures ont été reproduites de 3 à 8 fois selon la disponibilité du capteur et l'encombrement physique dans la chambre d'exposition, sachant que plusieurs autres systèmes peuvent y être caractérisés simultanément. Les résultats de répétabilité de la sensibilité des corrélations sont présentés en Figure 19.

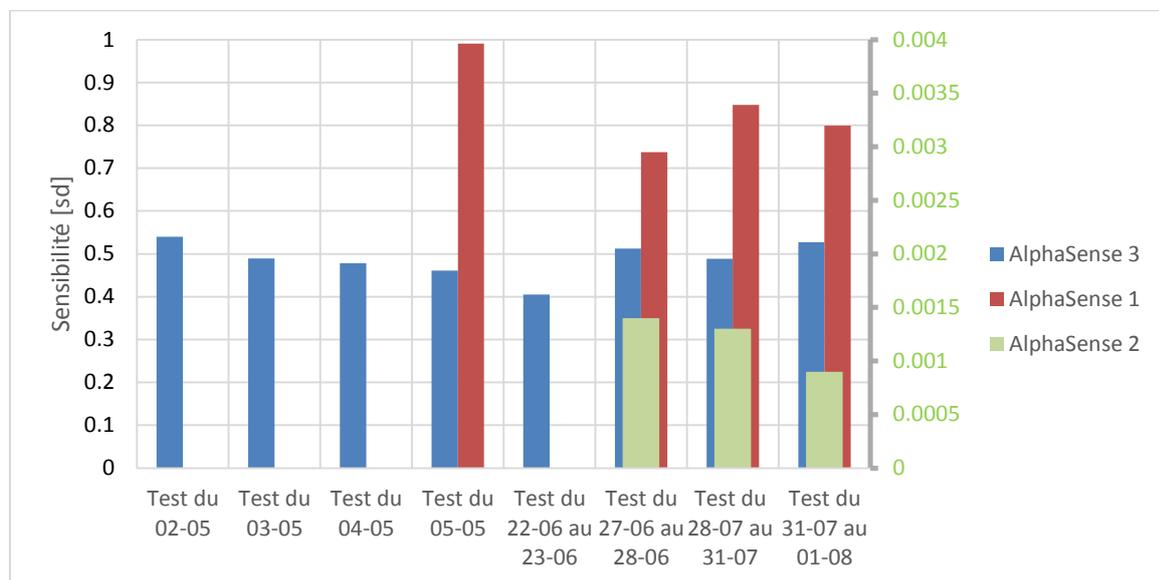


Figure 19 – Répétabilité de la pente des corrélations linéaires entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par le capteur Alphasense et le TEOM en génération voie sèche
Capteurs N°1 et 3 : échelle de gauche – Capteur n°2 : échelle de droite

Pour un même capteur, on note une bonne répétabilité de la sensibilité dans le temps. L'évolution de cette sensibilité sur les deux mois durant lesquels ont été menés les essais ne permet pas de dégager une tendance de la dérive à court ou moyen terme (vieillesse éventuel).

En revanche, la comparaison inter-capteurs montre des pentes de corrélation très différentes. A l'usage, il faut donc prévoir une phase de pré-étalonnage à intégrer dans un algorithme de correction des données.

Les micro-capteurs Alphasense semblent sous-estimer les concentrations en masse des PM₁₀, mais à ce stade des essais, aucune explication claire n'émerge.

4.1.2 Alphasense OPC-N2, résultats en voie humide

Les tests en voie humide ont été exclusivement menés sur les Alphasense n°1 et 3. Grâce au protocole en voie sèche, le capteur n°2 a été écarté et considéré comme non-opérationnel au regard de son manque de sensibilité. La détection de capteurs défectueux fait partie des objectifs à couvrir par le protocole.

Les tests en voie humide sont moins probants que ceux menés en voie sèche comme le montrent les droites de corrélation de la Figure 20 :

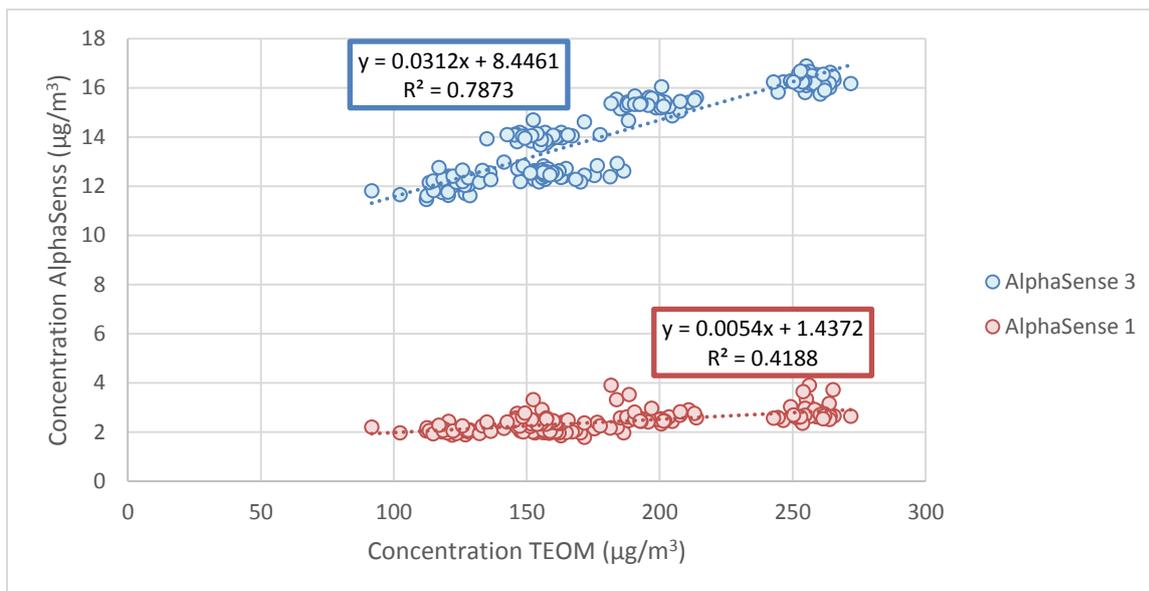
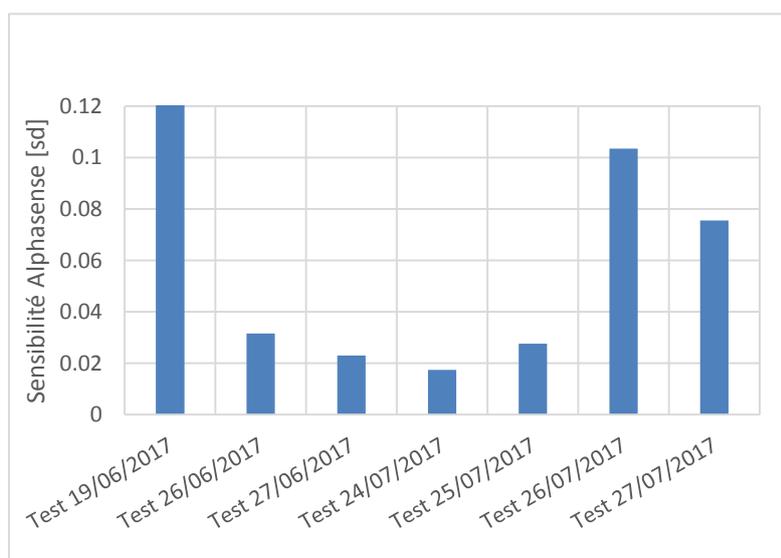


Figure 20 – Corrélations entre les concentrations massiques des PM10 mesurées par le capteur Alphasense et le TEOM en génération voie humide ([KCl]_{sol} choisie à 75 mg/L)

Etant donné la taille des particules dans ce mode de génération et le principe de détection optique, l’hypothèse la plus probable est que les particules sont trop petites pour être détectées par le micro-capteur. Sauf en cas de rupture technologique, ce sera toujours le cas pour ce type de capteur.

Huit tests non-consécutifs correspondant à divers choix de concentrations initiales de solution de KCl ont été menés sur ces capteurs en voie humide. On note une très grande disparité des valeurs de sensibilité.



| Date | [KCl] _{solution} |
|------------|---------------------------|
| 19/06/2017 | 100mg/L |
| 26/06/2017 | 25mg/L |
| 27/06/2017 | 25mg/L |
| 24/07/2017 | 25mg/L |
| 25/07/2017 | 25mg/L |
| 26/07/2017 | 50mg/L |
| 27/07/2017 | 75mg/L |

Figure 21 – Répétabilité de la sensibilité entre les concentrations massiques des PM10 mesurées par le capteur Alphasense et le TEOM en génération voie humide

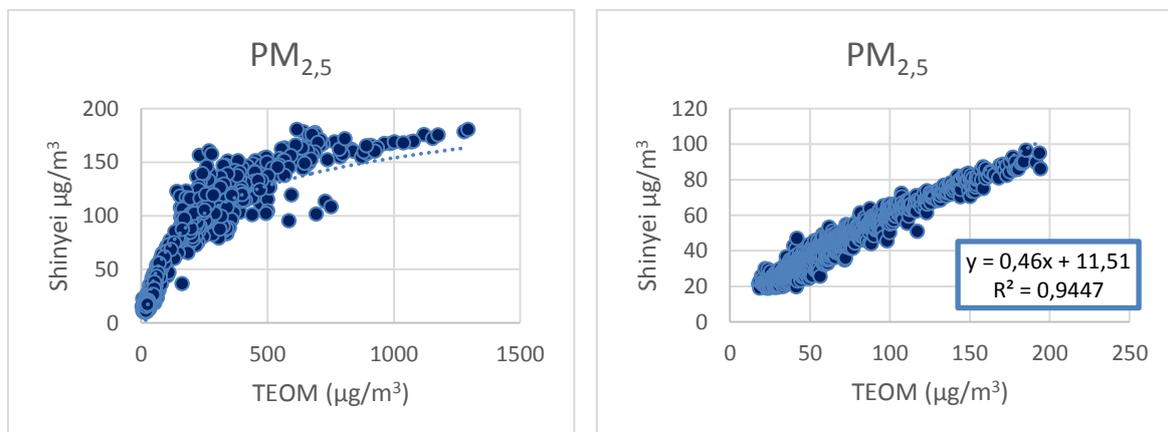
La répétabilité de la sensibilité du capteur dépend clairement de la concentration initiale de la solution introduite dans le nébuliseur. Cela confirme l'impact de cette concentration sur la répartition par gamme de taille des particules générées. Si la granulométrie de la distribution tend vers des particules plus grosses lorsque la concentration initiale de la solution saline augmente, alors il est normal que les capteurs les détectent. Ce point confirme l'intérêt de vérifier la distribution par un autre outil que l'Aerotrack. L'étude menée au §3.3.2.5 ne tient pas compte de la concentration initiale en solution. C'est pourquoi il sera nécessaire d'approfondir la caractérisation du banc de génération en tenant compte de ce paramètre.

4.2 Shinyei PPD60PV

Un seul exemplaire du Shinyei PPD60PV a été testé durant cette campagne de laboratoire. Il intègre l'élément sensible dans un boîtier ventilé, et dispose d'une carte électronique brute déportée pour l'acquisition du signal. Ce micro-capteur est spécifiquement dédié à la mesure des $PM_{2,5}$.

4.2.1 Shinyei PPD60PV, résultats en voie sèche

Les corrélations entre les concentrations massiques des $PM_{2,5}$ mesurées par le capteur et le TEOM sont présentées à la Figure 22. On note deux régimes de fonctionnement selon la gamme de concentrations, avec pour frontière $200 \mu\text{g}/\text{m}^3$. En dessous de cette limite, la réponse est linéaire.



Comme pour les Alphasense, le Shinyei semble sous-estimer la concentration en particules. Lorsque la concentration en masse augmente, il est possible que le capteur ne puisse plus compter les particules correctement en raison des phénomènes de coïncidences. Cette hypothèse pourrait expliquer la forme de la courbe non linéaire.

4.2.2 Shinyei, résultats en voie humide

Là encore, les résultats en voie humide sont peu probants. Même si la réponse est linéaire dans la gamme de concentration étudiée, il existe un facteur 30 entre la valeur vraie et la mesure du capteur. Comme pour ses concurrents, avec une distribution granulométrique en nombre situé majoritairement en dessous de 100nm pour l'aérosol salin, le capteur est « aveugle » à une partie de cette distribution.

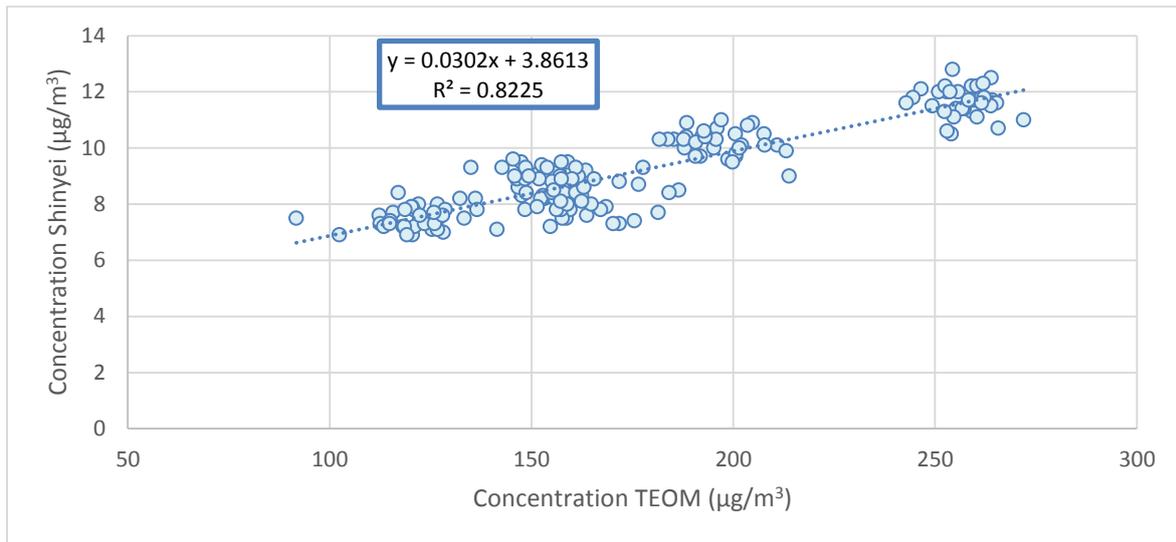


Figure 23 – Corrélations entre les concentrations massiques des PM_{2.5} mesurées par le capteur Shinyei PPD60PV et le TEOM en génération voie humide

4.3 Vaisala AQT 420

La mini-station Vaisala AQT 420 permet la mesure simultanée de gaz (NO₂, O₃, CO, SO₂) et de particules (PM_{2.5} et PM₁₀). Ici, seuls les résultats concernant la mesure des PM₁₀ sont présentés. La marque de l'élément sensible utilisé n'est pas précisée dans la documentation technique.

4.3.1 Vaisala AQT 420, résultats en voie sèche

Les corrélations entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par le capteur et le TEOM sont présentées à la Figure 24. Comme pour le Shinyei, on note deux régimes de fonctionnement selon la gamme de concentrations, avec pour frontière 400 µg/m³. En dessous de cette limite, la réponse est linéaire.

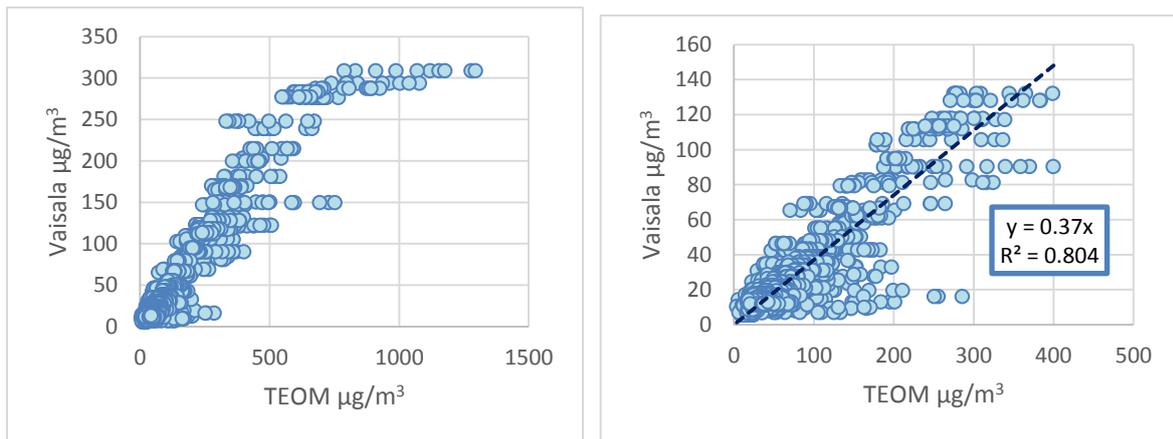


Figure 24 – Corrélations entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par le capteur Vaisala et le TEOM en génération voie sèche

La répétabilité de la sensibilité a été évaluée sur deux essais non-consécutifs, sans relever de variation majeure.

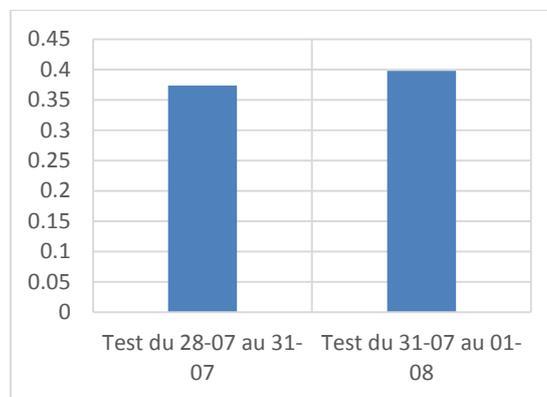


Figure 25 – Répétabilité de la sensibilité entre les concentrations massiques des PM₁₀ mesurées par le capteur Vaisala et le TEOM en génération voie sèche

Comme pour les autres micro-capteurs précédemment testés, la réponse est en dessous de la valeur vraie, avec ici un facteur 3. Pour expliquer cette sous-estimation, l’hypothèse est la même que précédemment, à savoir un biais de coïncidence lié à des particules trop proches les unes des autres, difficiles donc à discerner par l’instrument.

4.3.2 Vaisala AQT 420, résultats en voie humide

En voie humide, la réponse est non-linéaire, et diminue avec la concentration, avec des valeurs très basses.

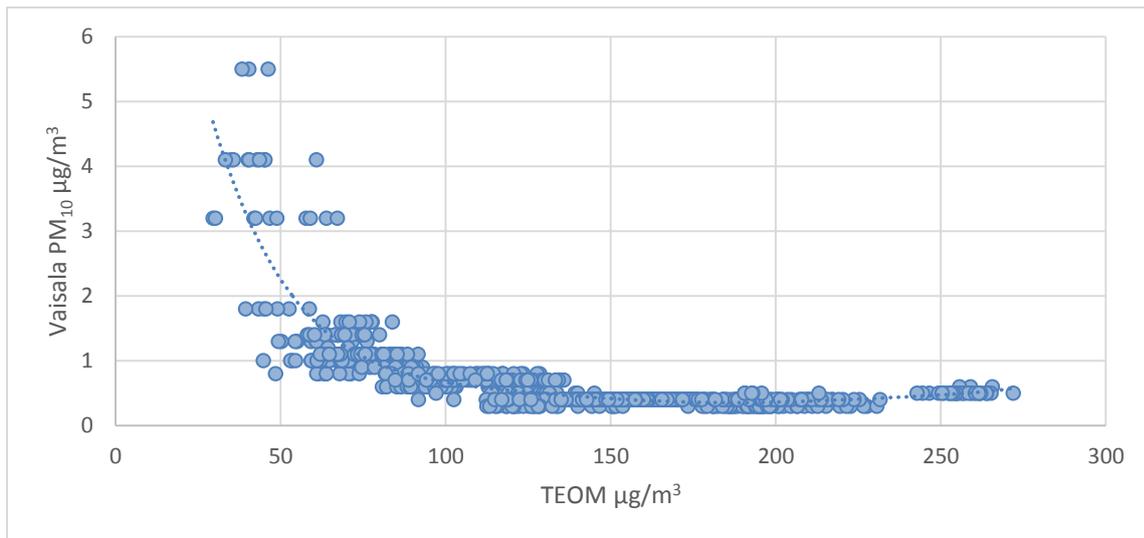


Figure 26 – Corrélations entre les concentrations massiques des PM_{10} mesurées par le capteur Vaisala et le TEOM en génération voie humide, $[KCl]_{sol}=25, 50$ et $75mg/L$

A nouveau, ce résultat corrobore l'idée que, en génération voie humide, les tailles de particules sont trop fines pour être détectées par les capteurs, d'autant que l'on est ici sur des diamètres PM_{10} de l'AQT 420.

5. CONCLUSION GENERALE

A l'issue de ces travaux, on dispose donc d'un banc de caractérisation des micro-capteurs de particules opérationnel et maîtrisé pour la concentration massique et la nature chimique de l'aérosol généré, mais qui mérite toutefois d'être amélioré, notamment par une meilleure qualification des distributions en nombre par gamme de taille. Par ailleurs, au vue de la complexité des aérosols de l'air ambiant, la caractérisation des micro-capteurs, n'est, en l'état, pas exhaustive.

1. Les contraintes physiques liées à ce banc en laboratoire permettent de qualifier uniquement les **performances en PM_{10} des capteurs**, sur des **concentrations massiques supérieures à $20 \mu g/m^3$** . Toutefois, les résultats obtenus sont bien caractéristiques des capteurs sur une gamme de tailles comprises entre $0,3$ et $10 \mu m$.
2. Les essais menés ont porté uniquement sur deux **natures de particules**, mais très différentes l'une de l'autre (sable d'Arizona et solutions de chlorure de potassium) et représentatives d'une fraction des particules de l'air ambiant.
3. Il est possible de mener des caractérisations dans de larges gammes de concentrations (jusque $800 \mu g/m^3$), dont la gamme $20-200 \mu g/m^3$:
 - La valeur des pentes de corrélation linéaire varie de 2 à 3 en voie sèche par rapport à la valeur de référence, ce qui témoigne d'une sous-estimation. L'hypothèse avancée pour expliquer cette sous-estimation concerne les phénomènes de coïncidences.

Les perspectives d'amélioration de ce protocole portent tout d'abord sur la nature des particules générées, en ciblant des composés d'intérêt pour la mesure en air ambiant. Par ailleurs, pour pallier aux limites de mesure du système de comptage optique, un SMPS serait nécessaire, tout au moins en phase de qualification du banc de génération. Un FIDAS pourrait également être utilisé en complément du TEOM, afin d'affiner la résolution temporelle. Enfin, à ce stade, aucun calcul d'incertitude n'a été mené pour comparaison à l'Objectif de Qualité de Données. Cependant, les essais menés sur le terrain en 2018 durant les Essais Nationaux d'Aptitude des micro-capteurs (EA μ C) permettront d'obtenir les premières informations en ce sens.

6. RÉFÉRENCES

- [1] - Note technique LCSQA Episodes de pollution particulaire de mi-Janvier 2017 - Eléments de compréhension à partir des mesures automatiques (période du 18 au 23 janvier 2017), le 24 Janvier 2017 Olivier Favez - Tanguy Amodéo (INERIS), Ref. INERIS-DRC-17-159637-00915A
- [2] – Guide to the demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods – Jan 2010 - <http://ec.europa.eu/environment/air/quality/legislation/pdf/equivalence.pdf>
- [3] - Protocol of evaluation and calibration of low-cost gas sensors for the monitoring of air pollution – L. Spinelle, M. Aleixandre, M. Gerboles, JRC Technical Reports, 2013
- [4] - LCSQA n°2200997038 / Validation du protocole métrologique micro-capteurs polluants gazeux réglementaires- N. Redon, F. Delcourt, S. Crunaire, N. Locoge - Mars 2017
- [5] Note technique LCSQA - Etude des performances en chambre d'exposition des tubes à diffusion NO₂, H. Plaisance, A. Minguy, D. Lardillier, E. Tison - Novembre 2000
- [6] - Aakash C. Rai, Prashant Kumar, Francesco Pilla, Andreas, N. Skouloudis, Silvana Di Sabatino, Carlo Ratti, Ansar Yasar, David Rickerby, End-user perspective of low-cost sensors for outdoor air pollution monitoring
- [7] - Elena Austin, Igor Novosselov, Edmund Seto, Michael G. Yost, Laboratory Evaluation of the Shinyei PPD42NS Low Cost Particulate Matter Sensor - PLOS ONE | DOI:10.1371/journal.pone.0137789 September 14, 2015
- [8] - Di Liu, Qiang Zhang, Jingkun Jiang, Da-Ren Chen, Performance calibration of low-cost and portable particular matter (PM) sensors, *Journal of Aerosol Science* 112 (2017) 1–10
- [9] - Abhisek Manikonda, Naděžda Zíková, Philip K. Hopke, Andrea R. Ferro, Laboratory assessment of low-cost PM monitors, *Journal of Aerosol Science* 102 (2016) 29–40
- [10] - K.E. Kelly, J. Whitaker, A. Petty, C. Widmer, A. Dybwad, D. Sleeth, R. Martin, A. Butterfield, Ambient and laboratory evaluation of a low-cost particulate matter sensor, *Environmental Pollution* 221 (2017) 491e500
- [11] – Directive 2008/50/CU du parlement Européen et du Conseil du 21 Mai 2008, concernant la qualité de l'air ambiant, *Science of the Total Environment* 607–608 (2017) 691–705
- [12] - Protocol of evaluation and calibration of low-cost gas sensors for the monitoring of air pollution – L. Spinelle, M. Aleixandre, M. Gerboles, JRC Technical Reports, 2013
- [13] - LCSQA n°2200942853 / Protocole d'évaluation métrologique de micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux réglementaires - N. Redon, V. Gaudion, S. Crunaire, N. Locoge - Mars 2016
- [14] Sousan, S., Koehler, K., Thomas, G., Park, J.H., Hillman, M., Halterman, A., Peters, T.M., 2016b. Inter-comparison of low-cost sensors for measuring the mass concentration of occupational aerosols. *Aerosol Sci. Technol.* 50, 462–473.