



Etablissement d'un protocole de détermination en laboratoire des caractéristiques de performance métrologique des micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux inorganiques

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

**ÉTABLISSEMENT D'UN PROTOCOLE DE DETERMINATION EN
LABORATOIRE DES CARACTERISTIQUES DE PERFORMANCE
METROLOGIQUE DES MICRO-CAPTEURS POUR LA MESURE
INDICATIVE DES POLLUANTS GAZEUX INORGANIQUES**

N. REDON, V. GAUDION, S. CRUNAIRE, N. LOCOGE

Mars 2016



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

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

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

TABLE DES MATIERES

RESUME	7
REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS.....	8
1. INTRODUCTION	9
2. DEMARCHE GENERALE.....	9
2.1 Périmètre du protocole.....	9
2.1.1 Définition d'un micro-capteur low cost de gaz.....	9
2.1.2 Bibliographie/Données constructeurs	11
2.1.3 Définition de la topologie de déploiement	11
2.2 Pré-requis pour la chambre d'exposition.....	12
2.2.1 Structure du système d'exposition	13
2.2.2 Qualification métrologique	14
2.3 Pré-requis pour la génération des gaz	18
2.4 Pré-requis sur les mesures de référence	19
2.5 Validation des pré-requis sur le cas de l'ozone :.....	20
3. LISTE DES PARAMETRES METROLOGIQUES A EVALUER.....	22
3.1.1 Courbe de calibrage	24
3.1.1.1 Sensibilité	24
3.1.1.2 Limite de détection	24
3.1.2 Temps de réponse	24
3.1.3 Stabilité.....	25
3.1.3.1 Répétabilité	25
3.1.3.2 Reproductibilité.....	25
3.1.4 Dérive	25
3.1.5 Facteurs d'influence	25
4. APPLICATIONS DU PROTOCOLE A DEUX CAPTEURS D'OZONE	26
4.1 Courbe de calibrage	27
4.2 Temps de réponse.....	28
4.3 Stabilité.....	29
5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	30

6. REFERENCES.....	30
7. GLOSSAIRE.....	33
8. LISTE DES ANNEXES.....	35

Les micro-capteurs de gaz low-cost constituent, depuis quelques années, des outils émergents permettant d'obtenir des mesures indicatives de la qualité de l'air. Ces données sont particulièrement intéressantes pour les AASQA car, en complément des méthodes de référence, ces instruments permettraient une surveillance continue et spatialisée à moindre coût. La directive européenne sur la qualité de l'air [1] autorise bien des mesures indicatives dans les zones où les concentrations ne dépassent pas 50% des seuils maximaux mesurés par la méthode de référence, en revanche, la notion même de « mesures indicatives » n'y est pas du tout détaillée. Il doit être démontré que l'objectif de qualité des mesures est, au pire, deux fois moindre que celui des méthodes de référence, ce qui est désigné par « incertitude relative élargie », mais là encore, la directive n'apporte aucune précision quant à la méthode à utiliser pour cette démonstration. Il existe donc actuellement un vide en matière de protocole de qualification permettant d'harmoniser les caractéristiques métrologiques fournies dans les fiches techniques des micro-capteurs destinés à donner une information indicative sur la pollution de l'air, en particulier en ce qui concerne les polluants inorganiques réglementés.

En s'inspirant d'une étude menée en 2013 par le JRC [2] sur la question de l'évaluation et du calibrage des capteurs de gaz low-cost pour le suivi de la pollution de l'air, nous proposons dans ce travail, une démarche simplifiée et adaptée aux gaz réglementés. Ce rapport rend compte des réflexions menées sur les différentes étapes de ce protocole : de la définition des types de capteurs entrant dans le périmètre de la caractérisation, à la liste, aussi exhaustive que possible, des paramètres métrologiques de caractérisation, en passant par l'élaboration et la qualification de la chambre d'exposition nécessaire à cette démarche. Des premiers essais de validation de capteurs d'ozone sont en cours pour tester la pertinence, ainsi que la robustesse du protocole proposé. Ce protocole pour l'évaluation métrologique de micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux réglementaires, évoluera et sera remis à jour régulièrement en fonction des remarques et propositions des utilisateurs. Les modalités d'évolution de ce document sont à définir collectivement. En attendant, toutes les remarques peuvent être adressées directement par email à Nathalie Redon (nathalie.redon@mines-douai.fr), ou Sabine Crunaire (sabine.crunaire@mines-douai.fr).

REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS

Merci à l'ensemble des AASQA qui ont participé à l'enquête préliminaire à la mise en place de cette étude.

1. INTRODUCTION

L'objectif de ce travail est de proposer un protocole permettant d'évaluer la capacité de micro-capteurs de gaz low-cost à mesurer la concentration des gaz réglementés de manière « indicative », c'est-à-dire, selon les objectifs fixés par la directive sur la qualité de l'air européenne, avec une incertitude de mesure de $\pm 30\%$ pour l'ozone et le benzène, de $\pm 25\%$ pour les oxydes d'azote et le dioxyde de soufre et le monoxyde carbone et de $\pm 50\%$ pour les particules (non abordées dans ce travail), en accord avec les travaux en cours dans le WG42 de la Commission Européenne de Normalisation.

2. DEMARCHE GENERALE

La démarche proposée ici est une version simplifiée et allégée de celle présentée par le JRC dans son rapport d'étude de 2013 [2], car il faut tenir compte d'un certain nombre de limites et/ou contraintes spécifiques au contexte de ce travail.

Tout d'abord, le protocole est avant tout destiné aux utilisateurs de micro-capteurs de gaz (AASQA), et non aux fabricants, même si, à terme, il serait judicieux qu'une réglementation impose aux fabricants mêmes, la qualification de leurs produits selon un protocole a minima similaire à celui-ci. Pour le moment, il faut que les associations de surveillance de la qualité de l'air puissent le mettre en œuvre rapidement et simplement. De même, s'agissant de micro-capteurs « low-cost », il fallait logiquement proposer un protocole nécessitant un investissement aussi modeste que possible, afin de conserver l'état d'esprit « faible coût ».

Ensuite, le contexte se cantonne pour l'instant aux gaz réglementés, ce qui limite également le champ des investigations à mener.

Enfin, il n'est pas nécessaire à ce niveau de la réflexion d'inclure une étape de modélisation des micro-capteurs car l'évaluation simple de leur incertitude de mesure sur la base de tests de répétabilité/reproductibilité suffit à déterminer s'ils entrent ou non dans le cadre de la définition d'instrument de « mesures indicatives » données par la directive.

Une enquête menée courant 2015 auprès de 13 AASQA a permis d'identifier les instruments d'intérêt selon leur point de vue. Le résultat de cette enquête a permis de définir le périmètre du protocole dans le cadre d'une application à la mesure d'ozone et des oxydes d'azote.

2.1 Périmètre du protocole

2.1.1 Définition d'un micro-capteur low cost de gaz

Il est apparu nécessaire de s'accorder sur la définition des instruments entrant dans le cadre de cette étude. En effet, les trois termes clefs « low-cost », « micro » et « de gaz » laissent une marge de manœuvre très large et il est impératif de clarifier voire de quantifier ce qui se rapporte à cette sémantique.

- « **Low-cost** » : le prix du capteur doit être significativement inférieur aux outils d'analyse préconisés par la méthode de référence pour chaque gaz ciblé. On peut estimer qu'un rapport d'un dixième entre le prix d'achat d'un capteur et l'instrumentation équivalente nécessaire à la mise en œuvre de la méthode de référence est un ratio raisonnable pour être rentable.
- « **Micro** » : le poids, les dimensions, et l'encombrement des capteurs doivent être suffisamment modestes pour envisager la portabilité sans gêne de l'instrument par un individu. Les limites maximales proposées dans ce travail préliminaire pourront être ajustées à terme en fonction des réflexions menées par la Commission Européenne de Normalisation :
 - poids maximal proposé : 2kg
 - volume maximal proposé : 30x30x30cm.
- « **de gaz** » : l'information délivrée par le capteur, considéré comme une boîte noire, doit être directement lisible, que ce soit via un afficheur positionné sur le boîtier du capteur ou via une interface logicielle fournie par le constructeur, sans autre forme de traitement de signal. La donnée délivrée est donc nécessairement une concentration en ppb, ppm, $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ou mg/m^3 . Les capteurs pour lesquels seule une équation du modèle est donnée et avec laquelle les utilisateurs doivent calculer la réponse sont, pour l'instant, écartés du périmètre de ce rapport.

L'enquête menée auprès des 13 AASQA a permis d'identifier trois constructeurs proposant des micro-capteurs de gaz réglementés intéressants, répondant aux objectifs des missions de surveillance de la qualité de l'air :

- CAIRPOL : identifié par 90% des AASQA – capteur Cairsens
 - gaz détectés : NO_2/O_3
 - coût : 700€ HT/capteur
 - dimensions : $\varnothing 32\text{mm}$, longueur 62mm, poids 55 g
- AEROQUAL : identifié par 60% des AASQA
 - gaz détectés : SO_2 , NO, NO_2 , O_3 , CO_2
 - coût : Moniteur portatif 900€ HT + 300 à 450€ HT/sonde
 - dimensions : 195 x 122 x 54 mm, poids < 460 g
- GRAYWOLF : identifié par 15% des AASQA
 - gaz détectés : SO_2 , NO_2 , NO, O_3
 - coût : 1900€ HT/sonde
 - dimensions :
 - sonde : $\varnothing 30\text{mm}$, longueur 300mm, poids 200 g
 - centrale d'acquisition : longueur 200mm largeur : 80mm, épaisseur 30mm, poids < 500g

Pour tester le protocole élaboré, seuls les capteurs de chez Cairpol et Aeroqual ont été retenus dans cette étude, considérant que le tarif pratiqué par Graywolf est en deçà de ce qui peut être raisonnablement considéré comme un capteur low-cost selon la règle proposée ci-dessus, i.e. ne pas dépasser le dixième du prix d'une « analyse standard ».

2.1.2 Bibliographie/Données constructeurs

Avant tout essai, il faut vérifier s'il existe des données techniques fournies par le constructeur ou des caractéristiques disponibles dans la littérature, notamment en termes de sensibilité, sélectivité, stabilité des capteurs, effets des grandeurs d'influence... Ces informations seront recueillies en prenant soin de voir dans quelles conditions elles ont été obtenues (en laboratoire ou sur le terrain). Ces données permettront de prévoir si l'usage du capteur sous test dans la topologie de déploiement auquel on le destine, est a priori adaptée ou non (par exemple tests à des niveaux de concentrations plus faibles que l'étendue de mesure de la fiche technique), s'il présente d'emblée des défauts métrologiques clairement énoncés (dérive temporelle, sensibilité à des interférents), si les caractéristiques présentées dans la bibliographie, à environnement similaire, sont comparables à celles trouvées dans le cadre de la mise en œuvre du protocole.

Attention, l'objectif visé par l'évaluation d'un capteur par le protocole peut être différent du cadre dans lequel il aura été qualifié par le fabricant ou l'utilisateur à l'origine de la publication des données.

Considérant les capteurs Cairpol et Aéroqual sélectionnés, on note déjà de forts écarts de précisions quant à la qualification des produits en fonction des fabricants (voir fiches techniques données en annexes 1 et 2) : les capteurs Cairpol proposent un tableau de paramètres métrologiques plus complet, et bien plus détaillé qu'Aéroqual. Sans être nécessairement significatifs des performances finales des capteurs, cet effort de validation permet toutefois de donner du crédit à un fabricant plutôt qu'à un autre.

2.1.3 Définition de la topologie de déploiement

Avant toute qualification, il est nécessaire de définir l'environnement dans lequel sera déployé le capteur : zone urbaine, sub-urbaine, rurale pour le fond, zone sous influence trafic ou industrielle. Selon la typologie de déploiement, le périmètre de qualification du capteur peut- être plus ou moins étendu :

- Etendue de mesure et gamme de concentrations à détecter,
- Interférents gazeux potentiels (prévoir éventuellement la description quantitative préalable de la composition de l'air sur le terrain),
- Impact possible de grandeurs d'influence : température, ensoleillement, pluviométrie, ondes électromagnétiques, vibrations mécaniques ...

Il est important que la configuration mise en place pour les tests de validation corresponde à l'usage qui sera fait sur le terrain du capteur. Un changement de typologie pourra entraîner une requalification du capteur en modifiant certaines contraintes du protocole.

2.2 Pré-requis pour la chambre d'exposition

La chambre d'exposition doit présenter des paramètres métrologiques parfaitement maîtrisés afin de permettre l'évaluation des caractéristiques des micro-capteurs de la manière la plus pertinente au regard l'application visée.

Si rien n'est imposé quant à la forme ou la structure de la chambre, elle doit répondre à un certain nombre d'exigences dont la liste est donnée ci-après :

- Elle doit être suffisamment grande pour pouvoir accueillir simultanément plusieurs capteurs, de sorte à permettre l'évaluation de la reproductibilité et de la répétabilité des mesures.
- Elle doit être construite dans des matériaux inertes tels que le verre, le polytétrafluoroéthylène (PTFE), ou l'acier inoxydable, de sorte à limiter les interactions aux parois en fonction du gaz à tester.
- Elle doit être équipée impérativement de systèmes capables de mesurer la concentration, l'humidité relative, la température ainsi que tous paramètres susceptibles d'impacter la réponse du capteur, comme la vitesse de vent ou encore la pression ambiante.
- Elle doit permettre l'échantillonnage des gaz avec la méthode de référence sans perturber le fonctionnement normal des capteurs. Le ou les points de prélèvements doivent être situés au plus près des instruments sous test.

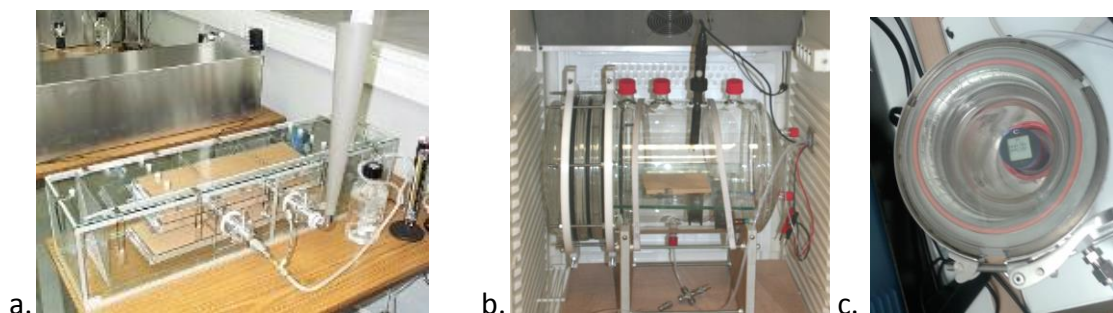
Dans le protocole élaboré par le JRC, la chambre d'exposition proposée est de forme annulaire. Cette forme a l'avantage de permettre un écoulement laminaire constant dans l'anneau, grâce à un nid d'abeille. Bien que le département SAGE des Mines de Douai dispose d'une chambre équivalente, nous n'avons pas choisi d'utiliser celle-ci, car le système d'ouverture n'est pas adapté à l'introduction de capteurs dont les dimensions sont similaires à celles des capteurs Cairpol et Aeroqual. Afin d'étudier l'impact de la structure de la chambre d'exposition sur la qualité de mise en œuvre du protocole, nous avons choisi de tester trois types de chambres différentes : dans un premier temps, nous avons opté pour une chambre de type Climpaq de chez Climtech ; puis, nous avons testé une chambre d'essai d'émission cylindrique en verre gros volume de la société Dislab, utilisée habituellement pour la mesure du taux d'émission en COV de matériaux ; enfin, nous avons retenu un réacteur cylindrique de faible volume, habituellement utilisé pour des mesures de réactivité de matériaux photocatalytiques. L'ensemble de ces chambres est présenté dans le paragraphe suivant.

2.2.1 Structure du système d'exposition

La chambre Climpaq est initialement prévue pour mesurer des taux d'émissions en COV de matériaux de construction selon les normes ISO 16000-9. Elle est constituée d'un cube en verre jointé, dont les matériaux sont très peu émissifs et quasi-inertes à l'exposition aux polluants réglementés ciblés par cette étude. Il est possible de l'ouvrir totalement grâce à une plaque amovible positionnée sur le dessus du cube. Elle présente un volume de 50,9L, et des dimensions de 200mm*200mm*800mm, qui offrent la possibilité d'y placer plusieurs sondes simultanément. L'homogénéité du mélange est assurée par un ventilateur, un panneau de réglage latéral en verre et une grille placée à l'opposé du point d'injection des gaz. Le ventilateur génère des débits de 0 à 1,5L/s, ce qui permettra de travailler à différentes vitesses de vent. Plusieurs points de prélèvement sont prévus pour l'échantillonnage des gaz pour les analyses selon les méthodes de référence.

La chambre d'essai d'émission permet également la mesure de taux d'émission de COV émis par des matériaux, le plus souvent de construction ou d'ameublement. Cette chambre, de forme cylindrique, présente un volume de 30L, une longueur de 60cm pour un diamètre de 25cm. La vitesse d'homogénéisation de l'air dans la chambre est assurée par un ventilateur et est ajustable jusque $2\pm 0,1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Enfin le taux de renouvellement de l'air est de $0,5 \text{ h}^{-1}$. Cette chambre s'ouvre totalement en façade et permet donc l'introduction de capteurs de taille et de forme variée. Elle présente également plusieurs points de piquage pour l'introduction de sondes de température/humidité par exemple, ou encore pour l'échantillonnage de gaz.

Le réacteur photocatalytique a été choisi pour son volume faible de 1L, ce qui permet un temps de renouvellement d'air nettement plus rapide, ce qui évite les pertes par réactivité (temps de séjour réduit) pour les espèces oxydantes, notamment O_3 et NO_2 .



*Figure 1- Les différentes typologies de chambres d'exposition testées durant le protocole :
a- chambre Climpaq, b- chambre d'essai, c- réacteur faible volume*

Afin de contrôler la température durant les essais, la chambre d'exposition, quel que soit son type, est placée dans une enceinte climatique de type Vötsch - Figure 2.

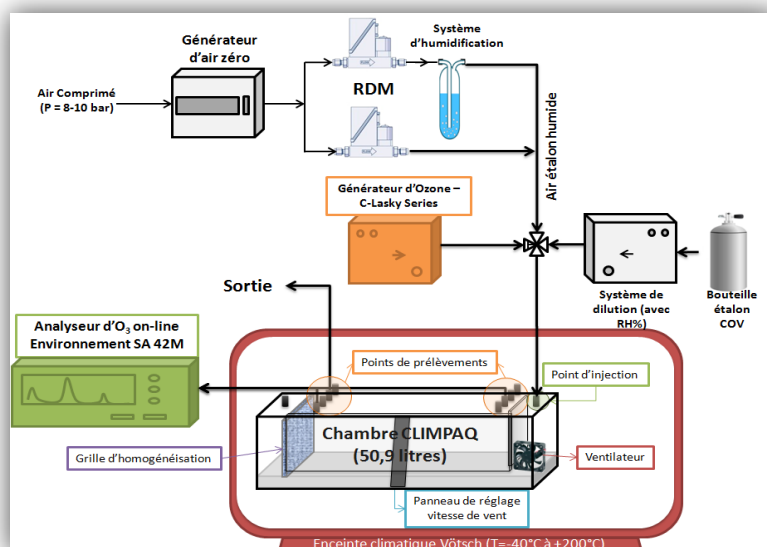


Figure 2- Chambre d'exposition et système de génération de gaz

2.2.2 Qualification métrologique

La qualification métrologique de la chambre d'exposition est une étape préalable incontournable du protocole. Cette validation permet de s'assurer que, lors de la mise en œuvre du capteur, les mesures ne subissent pas de biais dus à la chambre. En conséquence, la liste (non exhaustive) des paramètres qu'il est apparu essentiel d'évaluer sont :

- le taux de renouvellement d'air, pour être sûr que le gaz généré ne soit pas dilué par de l'air extérieur ou ne fuite pas.
- la cartographie des vitesses de vent ainsi que le débit associé, pour savoir si l'écoulement est homogène et si les capteurs sous tests dans la chambre ne subissent pas de gradients de concentrations en fonction de leur position dans la chambre.
- Le temps de remplissage de la chambre, autrement dit le temps qu'il faut à la chambre pour atteindre, pour un débit donné, le seuil maximal de la concentration en gaz injectée.
- Evaluation des pertes aux parois ou par réactivité en phase gaz, par l'établissement de courbes de réponses donnant la concentration en gaz cible à la sortie en fonction de la concentration en gaz cible injectée en entrée, sans capteurs dans la chambre pour un débit fixé.

a. Cas de la Chambre Climpaq

Le **taux de renouvellement** d'air naturel de la chambre a été mesuré pour une injection instantanée de 12 000ppm de CO₂. Sans ventilation, le taux de renouvellement d'air mesuré est $\tau \ll 0,006h^{-1}$, autrement dit, la chambre est très hermétique. Lorsqu'on active la ventilation, on constate à nouveau très peu de fuites puisque τ ne dépasse pas la valeur de $0,015h^{-1}$ – Figure 3 – Mesure du taux de renouvellement d'air de la chambre Climpaq pour deux injections de 12 000ppm de CO₂ sans et avec ventilation.

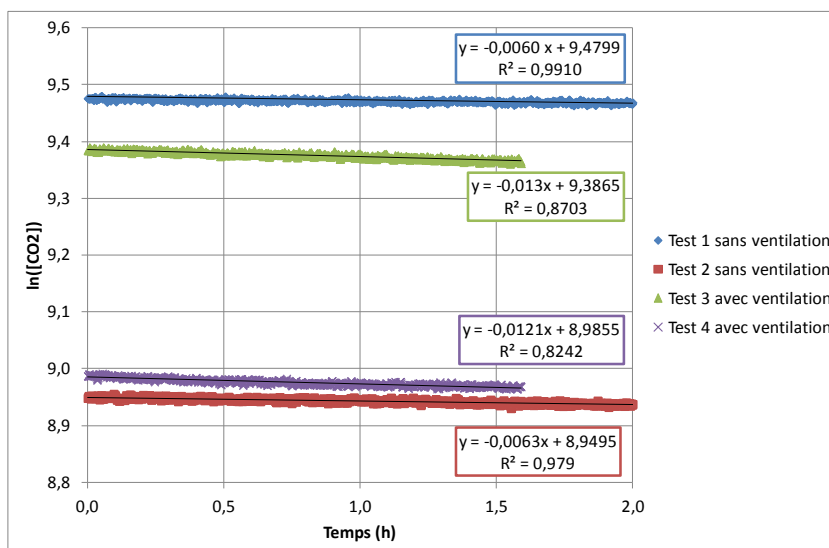


Figure 3 – Mesure du taux de renouvellement d'air de la chambre Climpaq pour deux injections de 12 000ppm de CO₂ sans et avec ventilation

Le **temps de remplissage** est établi par un simple calcul dépendant du débit total de mélange gazeux injecté et du volume de la chambre.

$$t_{rempl.} = \frac{Volume_{chambre}}{Débit_{total}} \quad (\text{Équation 1})$$

La courbe de la Figure 4 montre qu'à un débit de l'ordre de 20L/min (maximum possible avec notre système de dilution actuel) on atteint un temps de remplissage d'une durée tout juste inférieure à 5 minutes. Si les temps de réponse des capteurs sont inférieurs à cette valeur, ils ne seront pas mesurables dans ces conditions. Pour éviter ce type de problème, il faudrait passer à une chambre d'exposition de volume plus faible ou pouvoir augmenter encore le débit, au risque d'augmenter également les vitesses de vent associées.

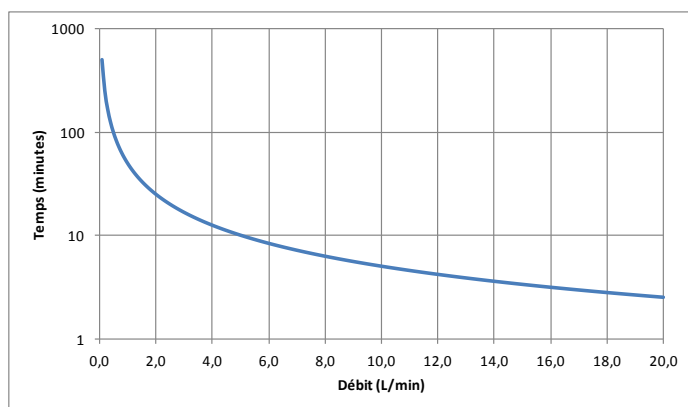


Figure 4 – Calcul du temps de remplissage de la chambre Climpaq en fonction du débit total de mélange gazeux injecté

L'homogénéité des profils de vitesse de vent dans la chambre a été testée pour trois positions du panneau de contrôle - Figure 5.

- Ouverture max : $v = 0,15$ à $0,45$ m/s : on constate une inhomogénéité en fonction de la hauteur (bas centre haut), et de la position (gauche milieu droit).
- Ouverture à moitié : $v = 0,15$ à $0,4$ m/s : on constate également une inhomogénéité en fonction de la hauteur (bas centre haut), et de la position (gauche milieu droit).
- Fermeture : $v = 0,1$ à $0,25$ m/s : la répartition est bien plus homogène. Nous avons donc choisi de caractériser les capteurs Cairpol et Aeroqual dans cette configuration.

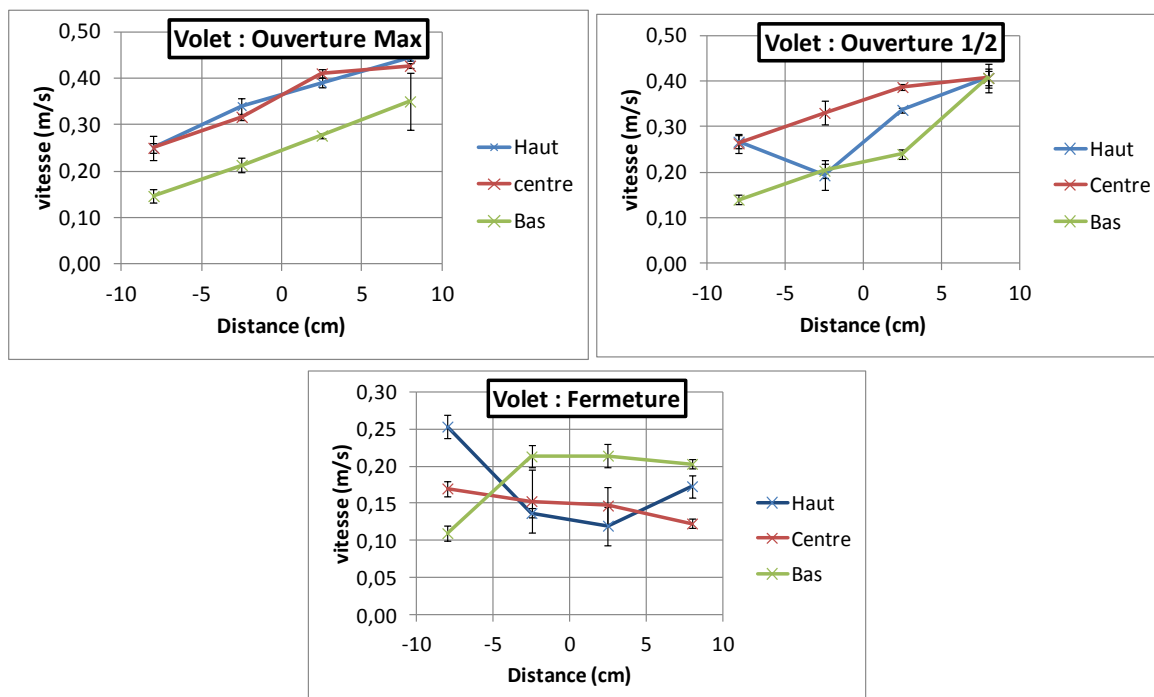


Figure 5 – Profil des vitesses de vent dans la chambre en fonction de la position du volet

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre ne conviennent donc pas aux exigences du protocole ciblé ici, essentiellement en raison d'un temps de remplissage beaucoup trop long au regard des temps de réponse des micro-capteurs de gaz. Par ailleurs, étant donné la surface très importante d'interaction aux gaz qu'offrent les parois, la neutralité à l'exposition au gaz risque d'être compromise, comme on le verra dans le §2.4.

b. Cas de la chambre d'essai cylindrique

Le **taux de renouvellement** d'air naturel de la chambre a été mesuré de la même manière que précédemment. On obtient une valeur de $0,5 \text{ h}^{-1}$, bien plus élevée que dans le cas précédent, ce qui témoigne de fuites probables dont il faudra tenir compte notamment lors de l'évaluation du temps de réponse des capteurs.

Le **temps de remplissage** est calculé à l'aide de l'équation 1, avec un volume de 30L et un débit maximal de 20L/min. On obtient alors une valeur inférieure à 1min30.

L'**homogénéité des profils de vitesse de vent** est assurée par 3 ventilateurs placés sous le plateau de dépôt des capteurs, fonctionnant en continu avec un réglage possible. La vitesse de l'air à la surface de l'échantillon est alors ajustable de 0 à $2\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, mais l'homogénéité n'est assurée que jusque $0,2\pm 0,1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$.

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre pourraient convenir aux exigences du protocole ciblé ici, mais à ventilation élevée, la cartographie des vitesses de vent dans la chambre montre une inhomogénéité qui pourrait pénaliser la qualification de micro-capteurs, en fonction de leur position dans la chambre.

c. Cas du réacteur faible volume

Le **taux de renouvellement** d'air naturel est de $0,5 \text{ h}^{-1}$.

Le **temps de remplissage** est calculé à l'aide de l'équation 1, avec un volume de 1L et un débit maximal de 20L/min. On obtient alors une valeur inférieure à 5s.

L'**homogénéité des profils de vitesse de vent** n'est ni réglable ni mesurable dans le cas présent, car le réacteur n'est pas équipé d'un ventilateur de mélange et les entrées/sorties du système ne permettent pas l'introduction d'une sonde de mesure de la vitesse de vent.

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre pourraient convenir aux exigences du protocole ciblé ici. Le temps de remplissage étant très faible, on favorise l'accès à la valeur vraie du temps de réponse du capteur, en revanche, le faible volume ne permet pas de multiplier le nombre de capteurs introduits simultanément dans le réacteur.

2.3 Pré-requis pour la génération des gaz

Un système de génération dynamique des gaz à des concentrations connues et contrôlées en gaz est nécessaire pour le bon déroulement du protocole. Il existe des procédures appropriées à la production de mélanges de gaz dans les normes de la série ISO-6145. Les méthodes exposées dans ces normes sont tout à fait adaptées aux objectifs visés par ce protocole, c'est pourquoi nous recommandons de les utiliser. Par ailleurs, la concentration du mélange servant à l'étalonnage dans la chambre d'exposition doit être conforme à des normes nationales, européennes ou internationales ou doit être vérifiée par une méthode de référence décrite dans la norme CEN ou ISO ou par toute autre méthode dont il peut être démontré qu'elle donne des résultats équivalents à la méthode de référence.

La dilution doit être effectuée avec un air synthétique ou filtré afin d'éliminer tout interférent gazeux. Le niveau de pureté doit être tel qu'il n'impacte pas les mesures du capteur dans la gamme de mesure visée.

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi d'effectuer des tests de qualification de capteurs de gaz sensible à l'**ozone**. Ce choix est justifié par le fait qu'il s'agit d'un gaz réglementé, facile à générer.

Comme pour les chambres, le choix du générateur doit être guidé par des critères de qualité au regard de l'application ciblée. Nous avons choisi deux types de générateurs d'ozone – *Figure 6* :

- Un générateur de type C-Lasky Series – AirTRee Europe GmbH. La courbe de calibrage est donnée par le constructeur. La gamme de génération correspond à des concentrations en ozone élevées (500ppb à 2ppm).
- un générateur de type ANSYCO - KT-O3M. Ce générateur est largement utilisé par les AASQA pour le réglage de leurs analyseurs d'ozone. Il respecte le critère de la norme NF EN 14625 sur l'écart-type au point de réglage de la chaîne nationale d'étalonnage. Il sert pour des tests à plus faibles concentrations en ozone, typiquement de 0 à 200ppb

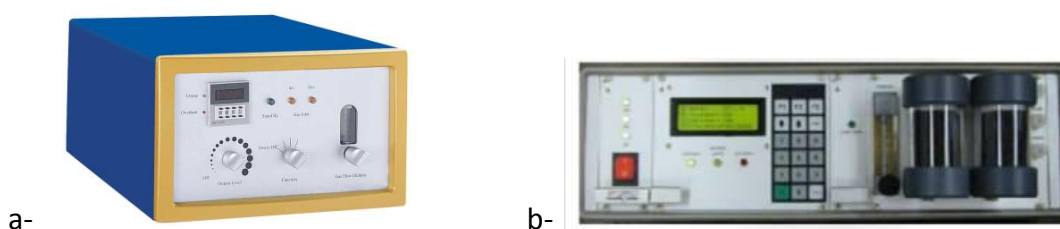


Figure 6 – Générateurs d'ozone : a- C-Lasky Series et b- ANSYCO - KT-O3M

Le système présenté sur la Figure 2 montre comment est réalisée la dilution du gaz, ainsi que le contrôle du taux d'humidité relative dans la chambre. Le flux issu d'un générateur d'air zéro est splitté en deux voies, l'une dite voie « air sec », l'autre passant par un bulleur qui charge l'air à 100% d'humidité relative est dite voie « air humide ». Le taux d'humidité relative globale dans la chambre d'exposition correspond donc au ratio suivant :

$$\%HR = \frac{Débit_{Air\ humide}}{Débit_{Total}} * 100$$

Une vanne 4 voies permet ensuite de sélectionner soit un gaz en provenance d'une bouteille étalonné, soit un gaz en provenance d'un générateur, comme c'est le cas pour l'ozone ici, et de l'ajouter au flux global. Au moment de l'injection du gaz, le débit total est maintenu constant en diminuant le débit de la voie « air sec » de la valeur du débit de la voie « gaz ». La concentration en gaz correspond alors à :

$$[gaz]_{chambre} = [gaz]_{générateur/bouteille} * \frac{Débit_{gaz}}{Débit_{Total}}$$

2.4 Pré-requis sur les mesures de référence

Afin de valider les mesures, il faut déployer les méthodes de référence préconisées pour chacun des gaz réglementés concernés par ce protocole :

- La méthode de référence pour la mesure du dioxyde d'azote et les oxydes d'azote est décrite dans la norme EN14211: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et monoxyde d'azote par chimiluminescence - Qualité de l'air ambiant.
- La méthode de référence pour la mesure de l'ozone est décrite dans la norme EN 14625: 2013 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en ozone par photométrie U.V - Qualité de l'air ambiant.
- La méthode de référence pour la mesure du benzène est décrite dans la norme EN 14662: 2005, parties 1, 2 et 3 - Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène
- La méthode de référence pour la mesure du monoxyde de carbone est décrite dans EN 14626: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en monoxyde de carbone par spectroscopie à rayonnement infrarouge non dispersif - Qualité de l'air ambiant

Pour cette étude, nous avons utilisé un analyseur d'ozone en ligne de type SA 42M de chez Environnement SA. Cet instrument s'appuie sur une technologie par absorption UV et permet des mesures de l'ozone (O₃) à faible teneur de 0,4 ppb à 10 ppm. Il est en conformité avec les normes ISO 13964 et EN 14625



Figure 7 – Analyseur d’ozone O342M – Environnement SA

2.5 Validation des pré-requis sur le cas de l’ozone :

Avant de procéder aux essais directs, nous devons tester la corrélation entre les concentrations générés en ozone et la valeur vraie mesurée en sortie par l’analyseur de référence.

- Cas du générateur C-Lasky Series : cet instrument s’est avéré extrêmement instable quelle que soit la consigne choisie dans l’étendue de génération possible (500ppb-2ppm), malgré des essais sur deux instruments différents. Il a donc évidemment été éliminé des tests sur les micro-capteurs.
- Cas du générateur ANSYCO - KT-O3M :

La Figure 8 présente tout d’abord les mesures obtenues directement en sortie des générateurs (mode « by-pass »), sans passer par les chambres d’exposition. On note que la valeur vraie de la concentration en ozone correspond à 0,885 de la concentration générée. Cette correction sera donc appliquée par la suite aux consignes de concentration en ozone générée dans les chambres d’exposition.

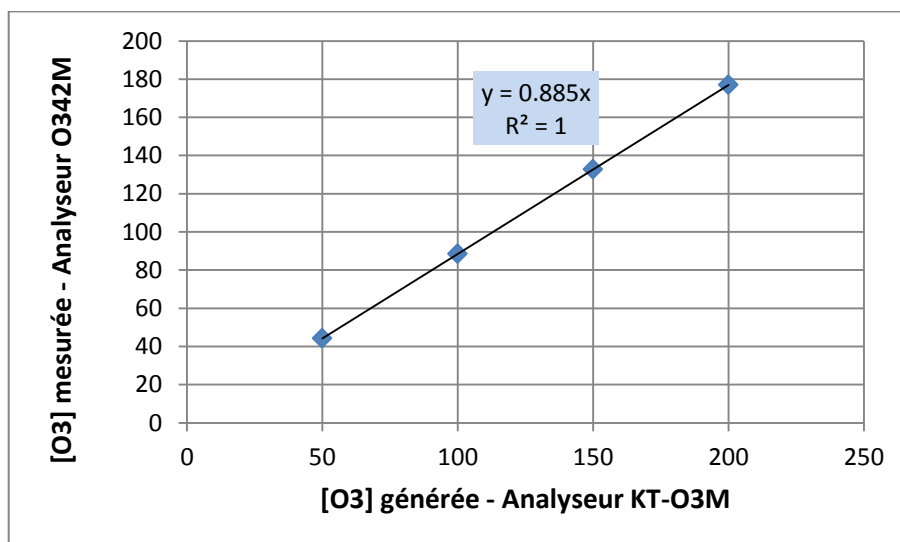


Figure 8 – Courbe de validation du générateur d’ozone ANSYCO - KT-O3M par l’analyseur de référence O342M

De la même façon, avant de procéder aux essais directs, nous devons tester la corrélation entre les concentrations générées en ozone (consignes corrigées) et la valeur vraie mesurée en sortie des différentes chambres d'exposition possibles, par l'analyseur de référence. La Figure 9 présente la courbe de validation entrée/sortie obtenue, sans capteurs, à une température de 25°C, une humidité relative de 50%, une vitesse de vent de 0,15m.s⁻¹ et un débit total de 20L.min⁻¹.

- Comparée à la mesure en by-pass, **la chambre Climpaq** se comporte comme un puits d'ozone, avec près de 70% de pertes sur l'ensemble des concentrations testées. Ces pertes sont probablement dues au caractère particulièrement réactif de l'ozone et à la présence de grilles métalliques et de joints en silicone qui facilitent les réactions d'oxydation à l'ozone. C'est pourquoi elle n'a finalement pas été retenue pour la suite de l'étude. Ceci était de toute façon pressenti dans le bilan initial, de par son grand volume conduisant à des temps de remplissage beaucoup trop lents pour permettre d'accéder au temps de réponse des capteurs.

- **La chambre cylindrique** présente les mêmes défauts que la chambre Climpaq : on observe de fortes pertes en ozone à l'injection, de l'ordre de 50%. Ces résultats sont plus surprenants et plus difficiles à expliquer, car cette chambre ne présente pas de parois susceptibles de réagir à l'ozone. L'hypothèse émise est la présence sur ces parois de résidus sur lesquels l'ozone a réagi. De nouveaux essais seront nécessaires pour confirmer cette hypothèse, en assurant au préalable, un nettoyage minutieux de la chambre. Toutefois, nous ne l'avons pas retenue à ce stade pour la suite des essais.

- **Le réacteur 1L** présente ici le meilleur système d'exposition à l'ozone. La concentration mesurée en sortie correspond 1,06 fois la concentration de consigne en ozone. L'incertitude associée est inférieure à 5%. C'est donc ce réacteur qui a été retenu pour mener les essais sur les capteurs d'ozone.

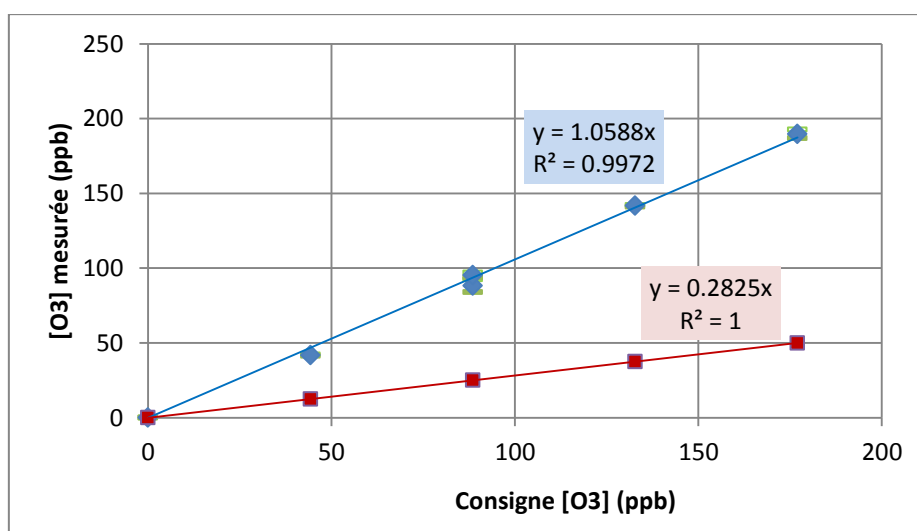


Figure 9 – Courbe de validation en ozone de la chambre Climpaq (courbe rouge) et du réacteur 1L (bleu)

3. LISTE DES PARAMETRES METROLOGIQUES A EVALUER

Pour rappel, l'objectif du protocole est de répondre aux exigences de la directive européenne de la qualité de l'air en matière de mesures indicatives. Il est donc nécessaire d'établir la liste des paramètres métrologiques des capteurs qui doivent être absolument caractérisés dans ce contexte, et ceux qui peuvent écartés du périmètre. Même lorsque la directive ne peut être respectée, l'application du protocole est toujours d'intérêt puisque la méthode proposée ici produit une estimation complète en laboratoire des performances des capteurs. La partie terrain est pour l'instant non traitée.

Pour établir la liste de paramètres métrologiques à évaluer, il faut tenir compte des valeurs limites ou valeurs cibles définies par la directive européenne : les seuils d'alerte et d'information, les niveaux critiques pour la protection de la végétation, les seuils de validité supérieur et inférieur. Ces niveaux sont répertoriés dans le tableau ci-après :

Polluant	Périodicité moyenne	Objectif d'incertitude	Seuil ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Seuil d'information	Seuil d'Alerte	Seuils critique pour la végétation	Limite de validité basse	Limite de validité haute
O ₃	8h	30%	120	180	240			
NO ₂	1h	25%	200		400	30 (Nox)	100	140
	1an	25%	40				32	26
CO	8H	25%	10000				7	5
SO ₂	1h	25%	350		500	20		
	1 jour	25%	125				50	75
Benzène	1 an	50%	5				3,5	2

Tableau 1 – Valeurs cibles de la directive européenne sur la qualité de l'air

Comparée à la liste proposée suite aux travaux menés par le JRC, nous proposons dans cette étude une version simplifiée des paramètres métrologiques à évaluer dans le cadre du protocole. Comme indiqué dans l'introduction présentant la démarche du protocole, cette version allégée se justifie par le fait qu'elle doit être facile à mettre en œuvre par les AASQA, avec un matériel générique et bas coût, sur un temps aussi réduit que possible.

Tout d'abord, nous nous limitons pour l'instant à des conditions de laboratoire avec, sauf contre ordre, une température fixée à 25°C, une humidité relative à 50% et une vitesse de vent de 0,15m/s. Il faudra sans doute revenir sur ce point dans une réflexion future, car la mise en œuvre de capteurs sur le terrain peut drastiquement modifier leur réponse. Afin de pallier à cette simplification, nous proposons d'attacher une grande importance au choix de la liste des interférents auxquels seront soumis les capteurs sous tests.

Les variations de pression, les effets de fluctuations sur l'alimentation des capteurs, et les phénomènes d'hystérésis, ne sont pour l'instant pas traités. Si impact de ces grandeurs il y a, l'incertitude générée doit rester dans le cadre des exigences de $\pm 30\%$ pour l'ozone et le benzène, et de $\pm 25\%$ pour les oxydes d'azote et le dioxyde de soufre et le monoxyde carbone.

Enfin, il n'est pas non plus prévu dans ce protocole, d'étape de modélisation du capteur, considérant que l'établissement de la courbe d'étalonnage se suffit à elle-même.

	Paramètre métrologique		Température	Humidité Relative	Vitesse de vent	Commentaires							
1	Courbe de calibrage	Offset	25°C	50%	0,15m/s	Etablie pour les niveaux critiques de la directive : 0, seuil d'information, seuil d'alerte, limite de validité basse, limite de validité haute							
		Gain											
		Sensibilité											
		Limite de détection											
2	Temps de réponse	Temps de mise en route				25°C	50%	0,15m/s	Temps de stabilisation sous air zéro à la mise sous tension de 0 à 80% de la valeur finale plein échelle de 100% de la valeur plein échelle à 20% de la valeur plein échelle				
		Temps de montée											
		Temps de recouvrement											
3	Stabilité	Répétabilité				25°C	50%	0,15m/s	3 fois à 3 niveaux de concentration du gaz : 0-50%-80% de la valeur pleine échelle				
		Reproductibilité								3 capteurs à 3 niveaux de concentration du gaz : 0-50%-80% de la valeur pleine échelle			
4	Dérive	Court terme							25°C		50%	0,15m/s	Evolution de la réponse à 3 niveaux de concentration (0-50%-80% de la valeur pleine échelle) sur un mois
		Moyen terme								Evolution de la réponse à 3 niveaux de concentration sur une semaine consécutive			
		Long terme											
5	Grandeurs d'influence	Température	de -10°C à 40°C	50%	0,15m/s					à 50% de la valeur pleine échelle			
		Humidité relative	20% - 50% - 80%										
		Vitesse de vent	25°C										de 0,1 à 1m/s
		Interférents	25°C										0,15m/s

Tableau 2 - Récapitulatif de la liste des paramètres métrologiques à tester dans le protocole

3.1.1 Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage donnant la réponse du capteur (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$, mg/m^3 , ppb ou ppm) en fonction de la concentration en gaz injecté doit être établie dans une gamme de mesures couvrant, à minima, les différents seuils du tableau 1. On appellera cette étendue de mesure, la gamme pleine échelle. A partir de cette courbe d'étalonnage, on calculera différents paramètres métrologiques, à commencer par les erreurs systématiques que sont l'offset en 0 et l'erreur de gain. Si la courbe d'étalonnage n'est pas linéaire, on déterminera la ou les différentes plages de fonctionnement dans lesquelles elle peut être considérée comme linéaire, sinon on établira l'équation de la courbe de sorte à pouvoir appliquer la correction nécessaire.

3.1.1.1 Sensibilité

La sensibilité d'un système de mesure correspond au rapport de la variation de l'indication de mesure sur une variation unitaire de la grandeur mesurée. Il s'agit de la dérivée de la courbe d'étalonnage. L'unité de la sensibilité des micro-capteurs de gaz est nécessairement sans dimension puisqu'elle reporte un rapport de deux concentrations en gaz. La sensibilité doit être grande par rapport à la résolution de l'instrument, un facteur de 2 à 5 entre ces deux grandeurs semble correct.

3.1.1.2 Limite de détection

La limite de détection correspond à la plus petite valeur du mesurande quantifiable par le système de mesure. La détermination se fait en deux étapes : on évalue l'écart-type de la réponse du capteur en l'absence de polluant (aussi appelé bruit) ; puis on soumet le capteur à un gradient de concentration en gaz. Lorsque la réponse dépasse trois fois le niveau de bruit, on considère qu'on atteint la limite de détection.

3.1.2 Temps de réponse

Le temps de réponse rend compte de la capacité de l'instrument à suivre les variations de la grandeur physique à mesurer.

On tiendra compte de trois étapes successives :

- La détermination du temps nécessaire au capteur pour atteindre son régime nominal de fonctionnement lors de sa mise sous tension. Compte-tenu des applications envisagées pour les micro-capteurs de gaz low-cost, ce paramètre risque d'impacter la procédure d'utilisation du capteur ; en effet, dans les situations de mobilité où l'autonomie énergétique est cruciale, des allumages et extinctions successifs induisent un stress susceptible de perturber le bon fonctionnement du capteur.
- le temps de réponse à un échelon de concentration en gaz, fixée à la valeur maximale de la gamme pleine échelle.
- le temps de recouvrement lorsqu'on expose à nouveau le capteur à de l'air zéro.

3.1.3 Stabilité

3.1.3.1 Répétabilité

A partir d'un ensemble de conditions qui comprend la même procédure de mesure, les mêmes opérateurs, les mêmes systèmes de mesure, les mêmes conditions de fonctionnement et les mêmes emplacements, l'incertitude associée à la répétition des mesures sur des objets similaires sur une courte période de temps doit être évaluée.

On propose dans ce protocole, trois répétitions effectuées le même jour à trois niveaux de concentration en gaz correspondant à 0, 50% et 80% de la valeur pleine échelle.

3.1.3.2 Reproductibilité

Dans un premier temps, dans la version simplifiée de ce protocole, la reproductibilité en laboratoire peut être établie sur trois instruments de même type, sur trois jours différents, à trois niveaux de concentrations en gaz correspondant à 0, 50% et 80% de la valeur pleine échelle. Par la suite, il pourrait s'avérer pertinent d'évaluer la reproductibilité, en suivant les recommandations données dans les normes ISO 5725-1: 1994 et ISO 5725-2: 1994, notamment si on complète ce protocole par un volet de qualification « terrain ».

3.1.4 Dérive

La stabilité est la capacité d'un instrument de mesure, à maintenir ses propriétés métrologiques constantes dans le temps. Trois durées d'évaluation sont proposées : une semaine pour la dérive court-terme, un mois pour la dérive moyen-terme, et enfin six mois pour la dérive long-terme. Dans chaque cas, on comparera les mesures effectuées à trois niveaux de concentration en gaz correspondant à 0, 50% et 80% de la valeur pleine échelle, par rapport à ces mêmes mesures obtenues à l'état initial à réception de l'instrument (hors période de mise en route).

Si un réétalonnage du capteur est possible, on proposera alors une périodicité optimale d'étalonnage en fonction de la dérive temporelle observée.

Si le réétalonnage est impossible, on pourra envisager soit un déclassement soit une invalidation de l'instrument, notamment lorsqu'un écart de $\pm 30\%$ par rapport à l'état initial est observé.

3.1.5 Facteurs d'influence

Dans ce protocole, on s'assurera dans un premier temps de l'influence de grandeurs de type environnemental sur la réponse des capteurs, en particulier, la température, l'humidité relative, ainsi que la vitesse de vent. L'ensemble des tests liés à l'effet des grandeurs d'influence sera mené pour une exposition au polluant à une concentration de 50% de la valeur pleine échelle.

- **Température** : le capteur pouvant être destiné à une utilisation extérieure, il est important qu'il fonctionne aussi bien par temps de gel que par temps de canicule, il est donc proposé d'étudier l'impact d'écart de température allant de -10°C à +40°C.
- **Humidité** : de la même façon, les essais doivent tenir compte d'une grande variabilité des conditions d'humidité relative. Le protocole prévoit donc des tests à trois niveaux d'humidité relative : 20%, 50% et 80%.
- **Vitesse de vent** : la plupart des micro-capteurs se présentant dans des boîtiers de protection, ils sont moins sensibles aux variations de vent. Effectuer des essais entre 0,1m/s (=0,36km/h) et 1m/s (=3,6km/h), semble pour l'instant suffisant.
- **Gaz interférents** : la liste est à préciser en fonction de la typologie d'utilisation des micro-capteurs sous tests. La sélectivité d'un système de mesure doit permettre d'établir si les valeurs de la grandeur mesurée sont bien indépendantes de tout autre mesurande intervenant simultanément à la mesure. En pollution de l'air, les quantités mesurées impliquent souvent différents composés organiques volatils, gaz inorganiques ou particules, et la sélectivité d'un système de mesure est habituellement obtenue en fixant des intervalles de concentrations bien déterminés pour chaque interférent potentiel.
- **Sensibilité aux ondes électromagnétiques (à l'exclusion du rayonnement lumineux)** : ce paramètre ne sera à prendre en compte que si l'environnement d'utilisation directe du micro-capteur sous test est proche de fortes sources de rayonnement électromagnétique (en extérieur, présence d'antennes de transmission des télécommunications par exemple, ou encore de câbles de transport électrique à très haute tension).
- **Sensibilité au rayonnement lumineux** : ce paramètre n'est à prendre en compte que si le principe physique du capteur est basé sur de la détection optique.
- **Sensibilité aux vibrations acoustiques** : ce paramètre n'est à prendre en compte que si le principe physique même du capteur peut-être affecté (comme dans le cas des capteurs de type SAW – Surface Acoustic Wave)

4. APPLICATIONS DU PROTOCOLE A DEUX CAPTEURS D'OZONE

Comme indiqué précédent, nous avons testé le protocole d'évaluation des paramètres métrologiques proposé ci-dessus sur des capteurs d'ozone du fabricant Cairpol – modèle Cairclip NO₂-O₃, version 1 (basique) et version 2 (incluant des compensations en température et humidité relative). L'Aéroqual Séries 500 n'a pu être inclus dans ces tests préliminaires en raison de retard sur la livraison. Il sera cependant caractérisé dès réception et les résultats seront reportés dans une note technique complémentaire.

Les capteurs ont été caractérisés pour des niveaux de concentrations en ozone habituellement rencontrés en air extérieur, c'est-à-dire de 0 à 200ppb.

4.1 Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage des micro-capteurs de gaz Cairpol est donnée Figure 10. On note que la réponse est non-linéaire dans les deux cas dans la gamme de mesure observée [0-200ppb]. Il serait possible de linéariser cette courbe en décomposant en plusieurs sous-gammes de mesure, mais la courbe de réponse étant simple à établir (polynôme d'ordre 2), et le R^2 étant quasiment égal à 1, nous avons opté pour une modélisation polynômiale d'ordre 2 sur la gamme complète.

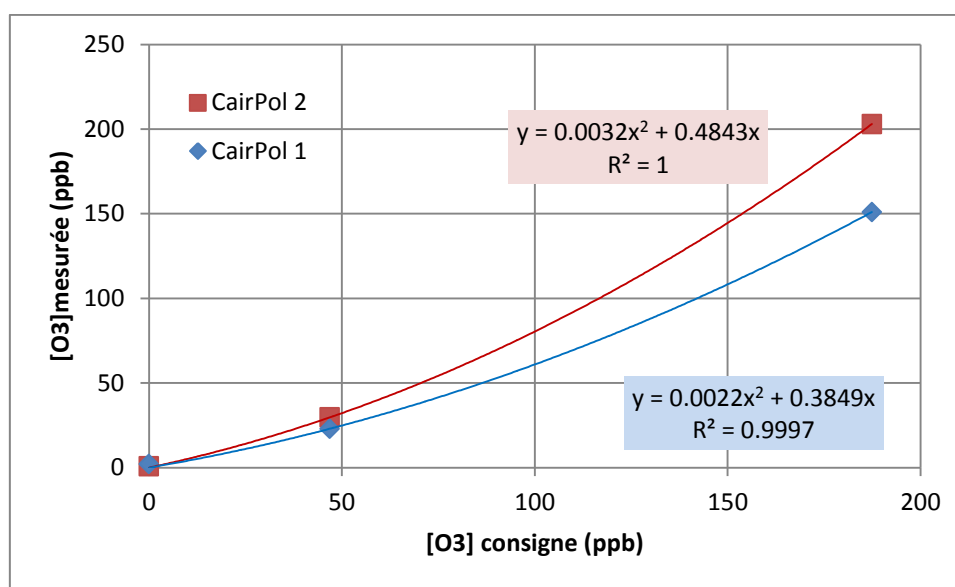


Figure 10 – Courbe d'étalonnage en ozone des capteurs Cairpol Cairclip NO₂-O₃ version 1&2

Les équations de la courbe d'étalonnage permettent d'établir les corrections sur les expositions à des créneaux d'ozone. La figure présente les courbes de réponse AVANT et APRES correction par l'équation de la courbe d'étalonnage.

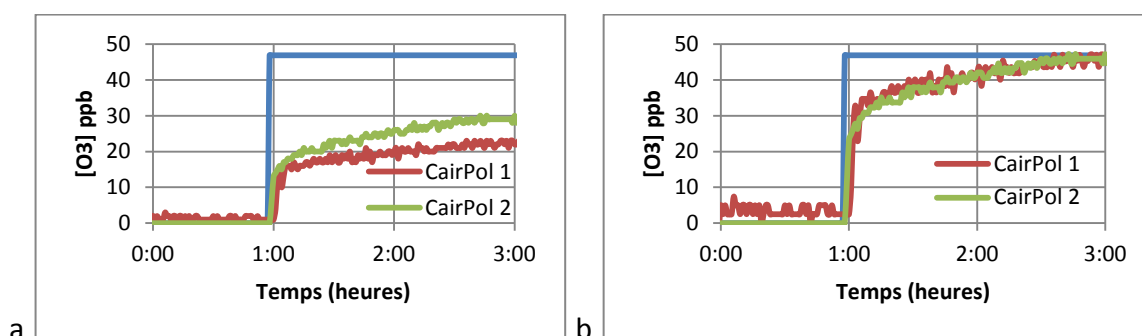


Figure 11 – Courbe de réponse en ozone des capteurs Cairpol Cairclip NO₂-O₃ version 1&2
a - AVANT correction, b – APRES correction

4.2 Temps de réponse

Les temps de réponse sont calculés sur deux consignes de concentrations en ozone : 50ppb et 200ppb, en appliquant la correction de la courbe d'étalonnage.

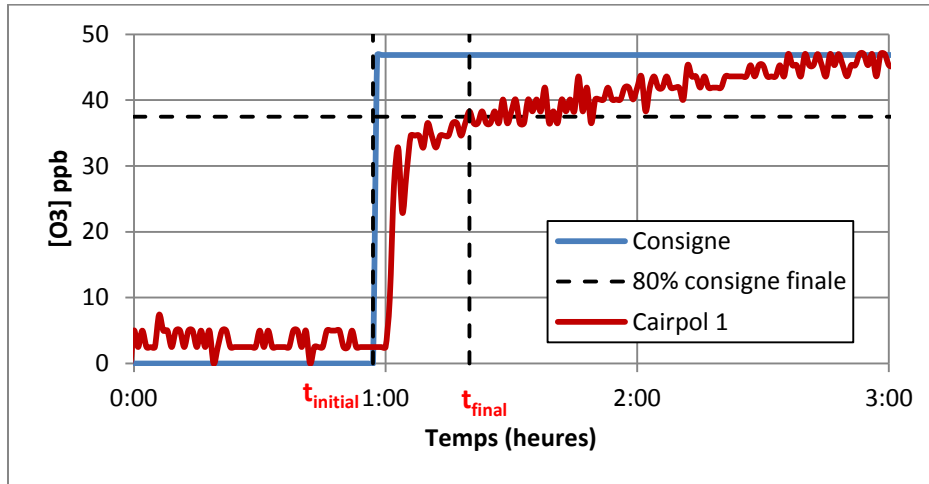


Figure 12 – Temps de montée du Cairpol Cairclip NO₂-O₃ version 1 à une consigne de [O₃]=50ppb

D'après les consignes proposées dans le protocole, on évalue t comme le temps final lorsqu'on atteint 80% de la consigne moins le temps initial à l'injection en ozone. Dans le cas présent, Figure 12, on trouve :

$$\text{Temps de montée} = t_{\text{final}}(01:20) - t_{\text{initial}}(00:57) = 23 \text{ minutes}$$

De la même façon, on calcule le temps de descente en reportant l'écart de temps entre 100% de la valeur de consigne avant retour sous un air propre et 20% de cette valeur de consigne :

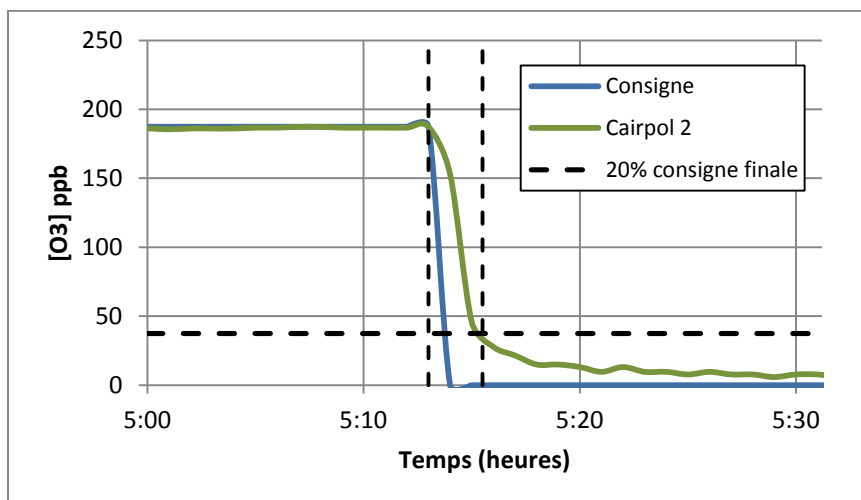


Figure 13 – Temps de descente du Cairpol Cairclip NO₂-O₃ version 2 après une exposition à une consigne de [O₃]=200ppb

Le tableau suivant récapitule l'ensemble des temps de montée et de descente obtenus :

Consigne O ₃	temps de montée			temps de recouvrement	
	Situation initiale avant injection	Cairpol 1	Cairpol 2	Cairpol 1	Cairpol 2
50ppb	Air zéro	23 min	30 min	-	-
200ppb	Air zéro	36 min	35 min	5 min	2 min 30
	Ozone à 50 ppb	12 min	4 min	-	-

Tableau 3 - Récapitulatif des temps de réponse des capteurs Cairpol

On note clairement que la situation initiale avant l'injection impacte fortement le temps de réponse : si le capteur est déjà soumis à une exposition continue à l'ozone, il répondra plus rapidement à une évolution de consigne que si on part d'une situation où il est simplement soumis à de l'air zéro. Il serait donc judicieux d'ajouter au *Tableau 2 - Récapitulatif de la liste des paramètres métrologiques à tester dans le protocole*, cette précision.

4.3 Stabilité

Enfin, la dérive court-terme sur 24h a pu être observée pour une consigne de 200ppb en Ozone. On ne note aucune variation positive ou négative une fois la consigne atteinte.

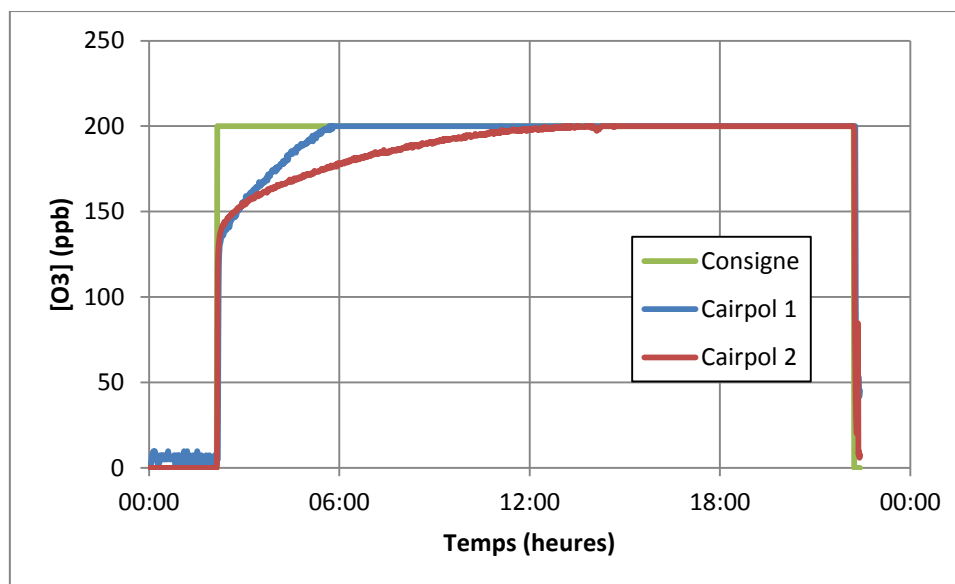


Figure 14 – Dérive court-terme des Cairpol Cairclip NO₂-O₃ version 1&2 à une consigne de [O₃]=200ppb

5. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les propositions de ce rapport constituent une première étape dans la réflexion autour de la construction du protocole d'évaluation de leurs performances métrologiques dans le cadre des exigences de « mesures indicatives » de la directive européenne de la qualité de l'air. Ce protocole a été établi dans un souci d'adaptabilité aux contraintes des AASQA tout en maintenant une rigueur technique et scientifique suffisante pour que l'intercomparaison de différents types de capteurs de gaz low-cost soit pertinente.

Afin de valider le protocole proposé dans cette étude, deux types de capteurs d'ozone sont en cours de tests. Comme indiqué dans le paragraphe 2 concernant le périmètre du protocole, il s'agit d'un capteur d'ozone de chez Cairpol et un autre de chez Aeroqual, qui sont deux des trois fabricants identifiés par l'enquête menée auprès de 13 AASQA. Les données techniques de ces capteurs sont disponibles en annexe 1 et 2 de ce document. La méthode de référence pour la mesure de l'ozone est celle décrite dans la norme EN 14625: 2005 - Méthode normalisée pour la mesure de la concentration d'ozone par photométrie par les rayons ultraviolets. Les résultats, courbe d'étalonnage et paramètres métrologiques associés, seront présentés dans la version définitive de ce rapport.

Des essais pratiques complémentaires seront nécessaires dans des travaux futurs afin d'ajuster la démarche. Il est notamment prévu des tests sur des capteurs de NO₂, qui constituent des instruments très intéressants pour les ASSAQA. Par ailleurs, les travaux du WG42 de la Commission Européenne de Normalisation seront suivis attentivement car ils pourront aider à ajuster certains éléments de ce protocole.

Enfin, à long terme, une démarche équivalente pourrait être entreprise pour la validation de micro-capteurs de particules.

6. RÉFÉRENCES

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

EN14211: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et monoxyde d'azote par chimiluminescence - Qualité de l'air ambiant.

EN 14625: 2013 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en ozone par photométrie U.V - Qualité de l'air ambiant.

EN 14662: 2005, parties 1, 2 et 3 - Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène

EN 14626: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en monoxyde de carbone par spectroscopie à rayonnement infrarouge non dispersif - Qualité de l'air ambiant

ISO 14956:2002, Air quality — Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty

ISO 3534-1:2006, Statistics -- Vocabulary and symbols -- Part 1: General statistical terms and terms used in probability

ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
– Part 1: General principles and definitions

ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
– Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

ISO 6145-1:2003 Gas analysis - Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods

ISO 7504:2001, Gas analysis -- Vocabulary

7. GLOSSAIRE

Abréviations	Libellés

8. LISTE DES ANNEXES

Annexes	titres
Annexe 1	Brochure Aeroqual Série 500
Annexe 2	Brochure Cairpol Cairclip NO ₂ -O ₃

ANNEXE 1

aeroqual

SERIES 500

Portable Air Quality Monitor

The Series 500 monitor from Aeroqual is a feature-rich portable monitor with the ability to accurately measure multiple target gases at different concentrations in indoor and outdoor applications.

Built-in data-logging and a long-life, fast-charging lithium battery makes the Series 500 the ultimate choice for air quality professionals, consultants, and researchers.

- Built-in data-logging
- Lithium battery as standard
- PC software (Windows 7, 8, XP)
- Connect to PC via USB cable
- High and low alarms, control output
- Link data to a specific location and monitor
- Interchangeable gas sensor heads (30+ choices)
- Temperature and RH sensor optional (plug-and-play)



Specifications

Measurement units
Reading functions
Alarm features
Display status indicators
Audible alarm
External signal functions
Sensor calibration features
Analog output
Digital interface
Data logging capacity
PC data logging
Clock function
Power supply
Rechargeable battery
Enclosure material and rating
Size (with sensor head)
Weight (with sensor head and battery)
Environmental operating conditions
Optional accessories
Temperature & Humidity sensor
Approvals

Accessories



Carry Case



Calibration Accessory



Remote Sensor Kit



Wall Mount

Gas: ppm or mg/m³ | Humidity: % | Temperature °C or F
Instant, minimum, maximum, average
Low alarm, high alarm, mute (configurable)
Alarm, battery, data logging, sensor, standby, monitor and location ID
Low and/or high alarm set points (with mute)
Low alarm, high Alarm, control (150mA max)
Zero calibration, gain adjustment
0-5V
RS232 to USB
Up to 8,188 records (2,706 incl. temp/RH)
Software and data cable supplied
Real time
12V DC (power adaptor/charger supplied 100-250V AC)
Lithium polymer 12V DC | 2700mA/h (2 hr charge time / 8 hr run time)
PC and ABS: IP20 and NEMA 1 equivalent
195 x 122 x 54 (mm); 7 7/8 x 4 3/4 x 2 1/4 (in)
< 490 g; < 16 oz
Temperature: -5 °C to 45 °C ; Humidity: 0 to 95% non-condensating
Remote sensor kit, spare battery, car adaptor, wall bracket, carry case
Range -40°C to 124°C (-40°F to 255°F); Range 0 to 100% RH
Part 15 of FCC Rules; EN 50082-1: 1997; EN 50081-1: 1992






Sensor heads are available for these gases:

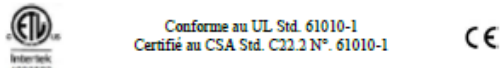
Ammonia (NH₃)
Carbon dioxide (CO₂)
Carbon monoxide (CO)
Hydrogen (H₂)
Hydrogen sulphide (H₂S)
Methane (CH₄)
Nitrogen dioxide (NO₂)
Non methane hydrocarbon (NMHC)
Ozone (O₃)
Sulphur dioxide (SO₂)
Volatile organic compounds (VOC)
Multi-sensor head: VOC / CO / CO₂ or CO / CO₂

Aeroqual Limited, 109 Valley Road, Mount Eden, Auckland, New Zealand
t +64 9 623 3013 f +64 9 623 3012 e sales@aeroqual.com aeroqual.com

ANNEXE 2

Caractéristiques techniques O₃-NO₂

Alarme	Ecran	Alarme	Ecran
1^{er} seuil d'information - O ₃ -NO ₂ : 50 ppb - Voyant jaune		1^{er} seuil d'alerte - O ₃ -NO ₂ : 120 ppb - Voyant rouge	
2^{ème} seuil d'information - O ₃ -NO ₂ : 90 ppb - Voyant orange		2^{ème} seuil d'alerte - O ₃ -NO ₂ : 150 ppb - Voyant jaune	
		3^{ème} seuil d'alerte - O ₃ -NO ₂ : 180 ppb - Voyant violet	

<u>Echelle</u>	0-250ppb (0-240 ppb analogique)
Limite de détection ^(1,2)	20 ppb
Répétabilité à zéro ^(1,2)	+/- 7 ppb
Répétabilité à 40 % de l'échelle ^(1,2,3)	+/- 30 %
Linéarité ^(1,2)	< 10 %
Dérive à court terme du zéro ^(1,2,4)	< 5 ppb/24 H
Dérive à court terme de la sensibilité ^(1,2,4)	< 1 % PE ⁽⁵⁾ /24 H
Dérive à long terme du zéro ^(1,2,4)	< 10 ppb/1 mois
Dérive à long terme de la sensibilité ^(1,2,4)	< 2 % PE ⁽⁵⁾ /1 mois
Temps de montée (T10-90) ^(1,2)	< 90 s (180 s si variation de HR importante)
Temps de descente (T10-90) ^(1,2)	< 90 s (180 s si variation de HR importante)
Effet des espèces interférentes ⁽¹⁾	Cl ₂ : environ 80 % Composés soufrés réduits : interférence négative
Exposition maximale ponctuelle	50 ppm
Limite annuelle d'exposition (moyenne 1 heure)	780 ppm
Conditions d'utilisation	- 20°C à 40°C / 15 à 90 % HR sans condensation 1013 mbar +/- 200 mbar
Conditions de stockage recommandées	Température : entre 5°C et 20°C Humidité relative de l'air : > 15 % sans condensation
Alimentation électrique ⁽⁶⁾	5 VDC/200mA (rechargeable par USB via PC ou 100V-240V/5V 0.8A-1.0A avec adaptateur)
Interface de communication	USB (RS 232 ou UART sur demande)
Dimensions	Diamètre : 32 mm - Longueur : 62mm
Poids	55 g
Protection	IP42 (selon IEC60529)
Certification électrique	 Conforme au UL Std. 61010-1 Certifié au CSA Std. C22.2 N°. 61010-1
Version de CairSoft	CairSoft V3A

¹ Selon nos conditions opératoires lors de nos tests en laboratoire : 20°C +/- 2°C / 50 % HR +/- 10 % / 1013 mbar +/- 5 %

² Valeurs susceptibles d'être affectées par des expositions à des gradients de concentration élevés

³ En accord avec la Directive 2008/50/EC du Parlement Européen et du Conseil du 21 mai 2008 sur la qualité de l'air ambiant et un air plus pur pour l'Europe

⁴ Exposition continue à pleine échelle

⁵ PE = Pleine Echelle

⁶ La décharge complète d'un appareil (écran éteint) peut conduire à une dégradation de ses performances

Office : CAIRPOL
ZAC du Capra
55, avenue Emile Antoine
30340 Méjannes les Alès - France

SARL au capital de 354 200€ - N° Siren : 492 976 253

Tel: +33 (0)4 66 83 37 56
Fax: +33 (0)4 66 61 82 53
info@cairpol.com
Web site: www.cairpol.com



direction et secrétariat du LCSQA

INERIS - parc technologique Alata - BP 2 - F60550 Verneuil-en-Halatte
tél. 03 44 55 64 04 - www.lcsqa.org