



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



**THEME METROLOGIE –
BENZENE/HAP/METAUX ETUDE 4/1 - 2012
Surveillance du benzène**

Programme 2012

**Nadine LOCOGE, Thierry LEONARDIS, Sabine CRUNAIRE
(LCSQA – Mines Douai)**





PREAMBULE

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

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

En charge depuis le 1^{er} janvier 2011 de la coordination technique de la surveillance de la qualité de l'air, 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.



Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

ECOLE DES MINES DE DOUAI

DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT

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

2012

Surveillance du benzène

Nadine LOCOGE
Thierry LEONARDIS
Sabine CRUNAIRE

Convention : 2200624769

Programme 2012

SOMMAIRE

1.	INTRODUCTION	11
2.	REDACTION D'UN CAHIER DES CHARGES TECHNIQUE	11
	2.1. Contexte et objectif	11
	2.2. Méthode	12
	2.3. Cahier des charges de conception en version provisoire soumis à commentaires auprès des AASQA	12
	2.3.1. Conception technique – Appareillage.....	12
	2.3.2. Procédures de maintenance – Suivi QA/QC	16
	2.3. Conclusion	17
3.	VEILLE TECHNOLOGIQUE CONCERNANT LA MESURE AUTOMATIQUE DU BENZENE	18
	3.1. Contexte et objectif	18
	3.2. Méthode	18
	3.3. Comparaison des différents analyseurs approuvés vis-à-vis des critères de la norme NF EN 14662-3 (2005).....	21
	3.3.1. Analyseurs de marque AMA.....	21
	3.3.2. Analyseur de marque Syntech	27
	3.3.3. Analyseur de marque Environnement SA	31
	3.3.4. Analyseurs de marque Chromatotec.....	36
	3.3.5. Conclusion.....	41
4.	METHODE INDICATIVE : UTILISATION DE TUBES PASSIFS EN CONDITIONS HIVERNALES	41
	4.1. Contexte et objectif	41
	4.2. Choix du site de mesure	41
	4.3. Matériels et méthodes.....	43
	4.3.1. Méthode de mesure du benzène à l'aide du tube Radiello	43
	4.3.2. Méthode de mesure du benzène par échantillonnage passif axial (tube Perkin-Elmer)	45
	4.3.3. Méthode de mesure du benzène à l'aide d'un prélèvement actif sur cartouche de Carboxpack X	45
	4.3.4. Analyseur automatique on-line Perkin-Elmer	46
	4.4. Conditions environnementales durant les périodes d'échantillonnage... ..	47
	4.5. Résultats.....	47
5.	CONCLUSION	48
6.	BIBLIOGRAPHIE	49

Résumé

Surveillance du benzène

Nadine LOCOGE, Thierry LEONARDIS, Sabine CRUNIARE
LCSQA-MD

nadine.locoge@mines-douai.fr, tél. : + 33 (0)3 27 71 26 19
thierry.leonardis@mines-douai.fr, tél. : + 33 (0)3 27 71 26 27
sabine.crunaire@mines-douai.fr, tél. : +33 (0)3 27 71 26 01

Depuis 2006, les travaux concernant la surveillance du benzène ont porté sur la mise au point et l'évaluation des performances de la méthode d'échantillonnage actif sur des tubes remplis de Carbopack X, en suivant les prescriptions de la norme 14 662-1. Pour cela, des essais de différents dispositifs d'échantillonnage par prélèvements actifs ou passifs ont été réalisés en atmosphère simulée et en atmosphère réelle.

Concernant les tests des dispositifs de prélèvement actifs, des appareils commerciaux ainsi qu'un appareil mis au point par AIRPARIF ont présenté des résultats satisfaisants et conformes aux exigences de la Directive 2008/50/CE et de la norme 14662-1. Cependant, en 2010, des difficultés techniques ont été rencontrées par les AASQA lors de la mise en œuvre des préleveurs commerciaux sur le terrain et la question de la possibilité de concevoir des préleveurs en AASQA, à l'instar des préleveurs AIRPARIF, s'est posée.

Concernant l'utilisation de tubes passifs pour la mesure indicative du benzène et en l'occurrence l'utilisation des tubes Radiello code 145, une étude menée en 2009/2010 a mis en évidence l'importance de développer une méthode d'analyse adaptée aux tubes Radiello lorsque ces derniers étaient prélevés dans des conditions hivernales défavorables (basse température et haute humidité).

Ainsi l'objectif général des travaux présentés dans ce rapport est de poursuivre les actions destinées à améliorer et à vérifier la qualité des techniques de mesure du benzène existantes, à les adapter aux besoins des AASQA et à examiner leur conformité vis-à-vis des exigences de la Directive.

A ce jour, une version provisoire du cahier des charges de conception qui sera à terme intégrée dans le guide méthodologique pour la surveillance du benzène (à paraître au 2nd semestre 2013) est en cours de relecture par l'ensemble des AASQA impliquées dans ce travail. Il a donc été prévu de le finaliser au cours de l'année 2013 mais aussi de le compléter en y intégrant notamment des tests de réception métrologique qui s'avèreraient utiles pour valider la phase de conception des différents préleveurs et pour garantir un fonctionnement optimal sur site.

Concernant l'évaluation des rapports et certificats d'approbation de type des différents analyseurs automatiques utilisés en France pour la surveillance du benzène, la totalité des rapports de tests émis par le TÜV, le MCERTS, l'UMEG a été communiquée au LCSQA/EMD après leur validation par les organismes évaluateurs. Ainsi, une analyse de l'adéquation à la fois de la méthode utilisée pour évaluer les différents critères inscrits dans la norme en vigueur (EN 14662-3, 2005) mais aussi des résultats en termes de performances a été menée. Les résultats pour chacun des critères ont été rassemblés dans des tableaux pour chacun des fabricants. Une analyse fine des rapports a permis de mettre en avant quelques points pour lesquels des écarts à la norme sont constatés et pour lesquels des compléments ont été demandés auprès des constructeurs.

En dernier lieu, l'étude concernant l'utilisation des tubes passifs en conditions hivernales a été menée entre décembre 2012 et février 2013 sur le site de Feyzin. Les résultats obtenus sur les 7 semaines de campagne par 4 méthodes différentes (2 actives et 2 passives) montrent des valeurs de concentrations en benzène très similaires. Cette étude permet par conséquent de valider l'utilisation de la méthode d'analyse des tubes qui a été développée en 2010 et d'en généraliser l'utilisation dans les laboratoires d'analyse des AASQA.

1. INTRODUCTION

Depuis 2006, des travaux ont porté sur la mise au point et l'évaluation des performances de la méthode d'échantillonnage actif sur des tubes remplis de Carbopack X, en suivant les prescriptions de la norme 14 662-1. Ces travaux, comprenant entre autres des tests en atmosphère simulée et réelle de différents dispositifs d'échantillonnage actifs, ont ainsi été réalisés. Des appareils commerciaux ainsi qu'un appareil mis au point par AIRPARIF avaient alors présenté de bons résultats, conformes aux exigences de la directive 2008/50/CE et de la norme 14662-1.

L'année 2010 avait été marquée par de nombreuses discussions sur les difficultés techniques rencontrées par les AASQA lors de la mise en œuvre des préleveurs sur le terrain et sur la possibilité de développer leurs propres préleveurs à l'instar d'AIRPARIF dont le préleveur HAM est déployé dans les stations depuis 2007.

Pour ce qui concerne l'utilisation de tubes passifs pour la mesure indicative du benzène et en l'occurrence l'utilisation des tubes Radiello Code 145, une étude menée en 2009/2010 avait mis en évidence l'importance de développer une méthode d'analyse adaptée aux tubes Radiello lorsque ces derniers étaient exposés dans des conditions hivernales défavorables (basse température et haute humidité).

L'objectif de ces travaux est de poursuivre les actions destinées à améliorer et à vérifier la qualité des techniques de mesure du benzène existantes, à les adapter aux besoins des AASQA, et à examiner leur conformité aux exigences de la Directive. Cet objectif général est décliné sous forme de trois actions :

- la rédaction d'un cahier des charges techniques (phase de conception et de suivi métrologique lors de l'utilisation sur le terrain) avec l'ensemble des acteurs impliqués
- une veille technologique concernant les analyseurs automatiques. Elle concernera plus particulièrement les appareils approuvés par type et les appareils pour lesquels la demande d'approbation est en cours
- la réalisation d'une campagne de mesures sur le terrain dans des conditions environnementales défavorables (conditions hivernales si possible sur un site de proximité trafic) avec comparaison des teneurs évaluées entre la méthode de référence (analyseur automatique) et l'échantillonnage passif et en particulier le tube Radiello code 145.

2. REDACTION D'UN CAHIER DES CHARGES TECHNIQUE

2.1. Contexte et objectif

Depuis 2006, des travaux ont porté sur la mise au point et l'évaluation des performances de la méthode d'échantillonnage actif sur des tubes remplis de Carbopack X, en suivant les prescriptions de la norme EN 14662-1. Ces travaux, comprenant entre autres des tests en atmosphère simulée et réelle de différents dispositifs d'échantillonnage actifs, ont ainsi été réalisés. Des appareils commerciaux ainsi qu'un appareil mis au point par AIRPARIF avaient alors présenté de bons résultats, conformes aux exigences de la directive 2008/50/CE et de la norme EN 14662-1.

L'année 2010 avait été marquée par de nombreuses discussions sur les difficultés techniques rencontrées par les AASQA lors de la mise en œuvre des préleveurs sur le terrain et sur la possibilité de développer leurs propres préleveurs à l'instar d'AIRPARIF dont le préleveur HAM est déployé dans les stations depuis 2007.

Compte tenu de la démarche de certaines AASQA de développer leurs propres préleveurs, il est apparu indispensable de rédiger un cahier des charges techniques (phase de conception et de suivi métrologique lors de l'utilisation sur le terrain) avec l'ensemble des acteurs impliqués. Ce cahier des charges a pour objectif d'intégrer également les essais indispensables à assurer en cas de modification d'un élément

constitutif du préleveur ainsi que la mise en place d'un processus de remontée d'informations techniques au niveau national (problèmes de fonctionnement, changement de caractéristiques techniques de pièces de conception d'appareil...), l'objectif étant d'avoir une conformité pérenne de matériel par rapport aux exigences de la Directive 2008/50/CE et de la Norme 14662-1.

2.2. Méthode

La méthode qui a été choisie pour la rédaction de ce cahier des charges a été de se rapprocher des AASQA. Un questionnaire envoyé aux AASQA au second semestre 2012 a permis de dresser un bilan des AASQA utilisant des préleveurs pour la surveillance réglementaire du benzène et de mettre en relief les différents types de préleveurs utilisés (commerciaux ou conçus en propre par les AASQA). Concernant les réalisations de préleveurs par les AASQA qui ont déjà réalisé des préleveurs (Airparif) ou sont en cours de finalisation (Air LR, AIRAQ, Air Normand) afin de partir d'une version initiale cohérente avec les préleveurs aujourd'hui en fonctionnement dans les AASQA.

Des rencontres et échanges ont donc eu lieu entre le LCSQA/EMD et ces AASQA et une version provisoire du cahier des charges de conception qui sera à terme intégrée dans le guide méthodologique pour la surveillance du benzène (à paraître au 1^{er} semestre 2013), est en cours de relecture par l'ensemble des intervenants.

2.3. Cahier des charges de conception en version provisoire soumis à commentaires auprès des AASQA

2.3.1. Conception technique – Appareillage

a. Tube de prélèvement contenant l'adsorbant – Bouchons

Les tubes utilisés pour les prélèvements actifs doivent être compatibles avec les instruments utilisés pour la désorption et le conditionnement par les laboratoires d'analyse. Ainsi, les tubes traditionnellement utilisés au sein des AASQA sont fabriqués en acier inoxydable, ont un diamètre extérieur de $6,35 \pm 0,05$ mm ($1/4$ de pouce) et une longueur de $89,0 \pm 0,2$ mm (tube de type Perkin-Elmer). Une des extrémités du tube est marquée d'une encoche qui permet de repérer les sens de chargement et de désorption de la cartouche (voir Figure 1). La cartouche est fermée par des écrous et bouchons de type Swagelok en métal et est équipée de ferrules en Téflon permettant d'obtenir une bonne étanchéité conformément aux exigences de la norme EN 16017-1 [1].

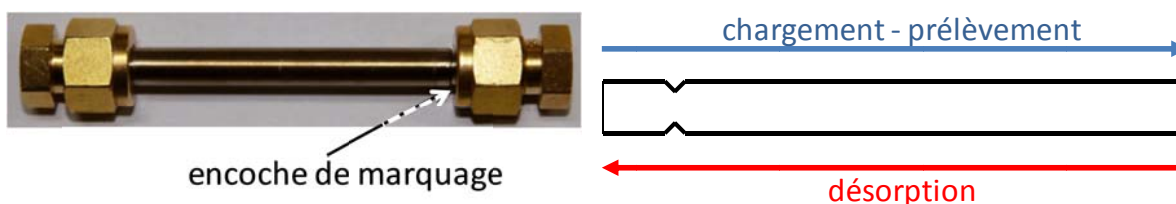


Figure 1 : à gauche : cartouche de référence pour le prélèvement actif – à droite : sens de chargement et déchargement des cartouches de prélèvement actif

Pour le prélèvement des composés aromatiques tels que les BTEX, les cartouches sont remplies de Carbo-pack X ayant une granulométrie comprise entre 0,18 et 0,25 mm (60/80 mesh). Comme cela est précisé dans le guide technique de recommandations concernant la mesure du benzène dans l'air ambiant [2], les cartouches utilisées pour les prélèvements en continu pendant 7 jours à un débit de 10 mL/min (soit un volume de prélèvement de l'ordre de 100 L), sont remplies de 500 mg d'adsorbant.

Cependant, en fonction des besoins propres de certaines AASQA, d'autres types de tubes sont utilisés :

- les AASQA qui réalisent un prélèvement alternatif sur deux tubes pendant 7 jours à un débit de 10 mL/min (soit un volume de prélèvement de l'ordre de 50 L), utilisent des tubes remplis de 300 mg d'adsorbant ;
- les AASQA qui réalisent un prélèvement alternatif sur deux tubes pendant 14 jours à un débit de 10 mL/min (soit un volume de prélèvement de l'ordre de 100 L), utilisent des tubes remplis de 500 mg d'adsorbant.

L'adsorbant est maintenu entre une grille et un ressort en acier inoxydable (voir Figure 2).

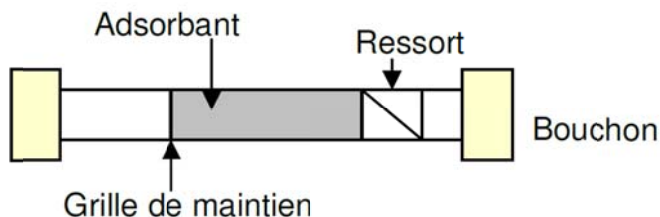


Figure 2 : Schéma intérieur d'une cartouche d'adsorbant

Afin de valider la possibilité d'utilisation des cartouches de prélèvement neuves, les tests de débit suivants sont à mener :

Etape ①

- Placer les cartouches de prélèvement sur le dispositif de conditionnement ;
- Alimenter le dispositif avec de l'air zéro et/ou de l'hélium à une pression de 4 bars ;
- Vérifier que le débit au travers des cartouches atteint au minimum 10 mL/min.

Etape ②

- Placer les cartouches de prélèvement sur le dispositif de thermodésorption ;
- Lancer la méthode habituellement utilisée et s'assurer que le débit de thermodésorption/transfert vers le piège peut atteindre 50 mL/min.

b. Dispositif de prélèvement

Un système de prélèvement actif se présente sous la forme d'un instrument, muni d'une ou plusieurs voies de prélèvement permettant l'insertion d'une cartouche d'échantillonnage. Des vannes ou électrovannes sont généralement situées aux deux extrémités de la cartouche, permettant ainsi le passage de l'air ambiant à prélever et d'isoler complètement la cartouche avant et après le prélèvement. Il est vivement recommandé de disposer d'une voie supplémentaire aux voies de prélèvement afin de pouvoir purger le système et la ligne de prélèvement qui lui est associé.

La hauteur et le diamètre des emplacements d'insertion des cartouches de prélèvement ont été définis de façon à permettre l'insertion de cartouches de type Perkin-Elmer (voir ci-dessus). L'air ambiant est échantillonné à l'aide d'une pompe et un dispositif de régulation constitué par un régulateur de débit massique (RDM) permet de réaliser un prélèvement à débit contrôlé et stabilisé, indépendamment de la température, de la pression atmosphérique, et des éventuelles pertes de charges.

Les caractéristiques nécessaires pour chacun de ces différents éléments sont détaillées dans les paragraphes qui suivent.

i. Electrovanne

Le nombre et le type d'électrovannes à intégrer dans le préleveur va dépendre du mode de fonctionnement et de l'isolement requis pour les tubes avant et après exposition. Ainsi si les cartouches sont déposées juste avant le début du prélèvement (moins de 4 heures) et récupérées juste à la fin du prélèvement (moins de 4 heures), l'isolement complet des cartouches n'est pas nécessaire et ainsi seules la ou les électrovannes placées après les cartouches d'adsorbant sont nécessaires. En revanche, si les cartouches restent en place dans le préleveur avant ou après l'exposition, il est nécessaire d'isoler celles-ci de l'environnement ambiant. Dans ce cas, il sera obligatoire de placer des électrovannes d'isolement en amont des cartouches de prélèvement. En fonction du mode de fonctionnement du préleveur, différents types de vanne pourront être utilisées. Pour les préleveurs fonctionnant en mode alternatif sur deux cartouches en parallèle, une ou deux électrovannes 3 voies sont requises. Pour les analyseurs fonctionnant avec une seule et unique cartouche de prélèvement ou avec une cartouche de prélèvement suivie d'une cartouche de garde, une ou deux électrovannes tout ou rien sont suffisantes. Enfin, les préleveurs qui fonctionnent avec plusieurs voies de prélèvements distinctes devront comporter à minima autant d'électrovannes tout ou rien ou 3 voies que de voies de prélèvement.

De plus, il est important de veiller au choix du matériau constitutif du corps de l'électrovanne, des membranes et des raccords d'entrée et de sortie. Les phénomènes de dégazage des matières plastiques pouvant être important, il est obligatoire d'utiliser des électrovannes dont les parties en contact avec l'air à prélever sont réalisées en Téflon.

Dans le cas des préleveurs effectuant un prélèvement séquentiel sur deux tubes, la fréquence de basculement de la vanne 3 voies va être importante (10 fois par heure en moyenne), il est donc important de vérifier la résistance dans le temps de l'électrovanne choisie. Aussi il conviendra de s'assurer auprès du fournisseur que l'électrovanne peut supporter 100000 cycles (durée de vie minimale pour une utilisation en continue du préleveur pendant une année).

ii. Régulateur de débit massique

Le RDM est positionné en fin de circuit fluide, juste devant la pompe évitant ainsi la contamination de l'air échantillonné. Le RDM choisi doit permettre à minima de réaliser un prélèvement à un débit de 10 mL/min. Pour cette raison il est recommandé de ne pas utiliser de RDM dont le débit nominal maximal serait inférieur à 11 NmL/min ou supérieur à 100 NmL/min (fonctionnement optimal d'un RDM sur une plage 10-90% de la valeur nominale). Il convient également de vérifier que les matériaux utilisés pour les raccords fluidiques ainsi que pour les joints d'étanchéité soient des matériaux les plus inertes possibles vis-à-vis de l'application visée. Il conviendra par exemple d'utiliser des RDM dont les raccords d'entrée et de sortie sont en acier inoxydable, le corps en acier inoxydable ou en aluminium anodisé et les joints en Viton ou en Kalrez.

Une liste des RDM ayant déjà subis des essais au sein du LCSQA ou des AASQA est présentée en Annexe 1.

iii. Pompe

La pompe est placée en fin de circuit fluide. Compte-tenu des débits de prélèvement et perte de charges attendus, une pompe à membrane est suffisante. Afin de s'affranchir des fluctuations inhérentes à ce type de pompe, il pourra être nécessaire d'ajouter un volume mort entre la sortie du RDM et l'entrée de la pompe. Pour cela, il est possible d'utiliser un serpentin de tube ou une cartouche de filtre poussières. Il faudra néanmoins veiller à ce que le matériau constitutif de ces éléments ne soit pas trop souple pour éviter qu'il ne s'écrase sous l'effet de l'aspiration. A ce niveau du préleveur, il est

conseillé d'utiliser une pompe ayant une membrane en Téflon (possibles phénomènes de dégazage et rétrodiffusion notamment si la pompe subit une élévation de température durant son fonctionnement).

c. Tubes et raccords de connexion

Afin d'éviter l'adsorption des COV dans les tubulures et raccords en contact direct avec l'air échantillonné, les matériaux à mettre en œuvre en amont des cartouches de prélèvement et du RDM sont :

- l'acier inoxydable électropoli (inox 316) ;
- le PFA (perfluoroalkoxy) ;
- le Téflon ou PTFE (polytétrafluoroéthylène).

Le diamètre des tubes et des raccords a une influence directe sur le temps de résidence des espèces dans le préleveur. Plus ce temps est long et plus les espèces peuvent réagir entre-elles ou avec les espèces oxydantes présentes dans l'air ambiant (ozone, radicaux hydroxyles ou nitrates), compte-tenu du faible débit de prélèvement généralement utilisé (10 mL/min), il est important de veiller à ce que les volumes morts soient les plus faibles possibles tout en conservant une perte de charge compatible avec le système de pompage et en évitant de multiplier le nombre de raccords qui sont autant de sources de fuite.

Pour le prélèvement des BTEX, les tubulures du préleveur pourront aussi bien être en diamètre $\frac{1}{8}$ de pouce, 3-6 mm ou encore 4-6 mm. Le diamètre 3-6 mm sera préféré aux autres car il présente l'avantage de réduire le volume mort tout en ayant un diamètre extérieur compatible avec celui des tubes de prélèvement.

N. B. : Pour le prélèvement d'espèces réactives (composés terpéniques par exemple), le diamètre $\frac{1}{8}$ de pouce devra être utilisé.

Pour s'affranchir au mieux des phénomènes de dégazage et de rétrodiffusion des COV, il est conseillé d'utiliser les mêmes matériaux que ceux cités ci-dessus pour les tubulures situées en aval du RDM.

d. Dispositifs de protection

Les cartouches de prélèvement contiennent un adsorbant qui peut être pulvérulent. Il convient ainsi de protéger les vannes, électrovannes et RDM d'un éventuel encrassement par ces particules. Pour cela, il est impératif de placer à la sortie des cartouches d'adsorbant des filtres en Téflon ou en acier inoxydable. Si le choix se porte sur des filtres Téflon (type filtre de seringue), la dimension des pores devra être de $0,20 \pm 0,02 \mu\text{m}$ et le diamètre du filtre de 50 mm environ. De plus, dans ce cas, il faudra veiller à les changer régulièrement (filtres jetables – voir § 4). Si le choix s'est porté sur des filtres en-ligne en acier inoxydable (cartouche filtrante), la dimension des pores devra être de $2 \mu\text{m}$ et il faudra procéder à un nettoyage régulier de ces éléments (sonication par exemple).

e. Système de pilotage – Enregistrement des données

Afin de gérer les différents paramètres de prélèvement, il est nécessaire d'utiliser un système de pilotage des différents événements (démarrage, arrêt, basculement des électrovannes, etc.) et de réglage des paramètres de fonctionnement (débit, durée de prélèvement, choix de la voie de prélèvement, etc.). Ce système pourra par exemple être directement intégré au préleveur sur une carte électronique dédiée ou un sous-ensemble commercial (carte de pilotage, microcontrôleur) avec une interface logiciel soit directement accessible depuis le préleveur (clavier et écran) soit depuis une connexion à distance (PC, Ethernet, etc.). Idéalement, le logiciel permettra de choisir la valeur de

débit, la durée de prélèvement, l'heure de début de prélèvement, délai entre deux prélèvements successifs, etc. Par ailleurs, il peut être intéressant en complément de disposer d'un module permettant d'enregistrer certains paramètres comme par exemple mesure instantanée du débit durant le prélèvement (récupération de la tension électrique effective au niveau du RDM), température et pression, etc.

f. Alimentation électrique

D'une façon générale et pour plus de commodité, il convient de veiller à ce que chacun des éléments constitutifs du préleveur nécessitant une alimentation électrique (RDM, électrovanne, pompe, contrôleur, etc.), soient alimentés par la même tension (12V, 24V, etc.). Si ce n'est pas le cas, l'utilisation d'une alimentation à découpage peut être une solution alternative. Dans le cas où les différents éléments seraient alimentés par de la basse tension, il conviendra d'utiliser un transformateur de puissance appropriée.

L'utilisation de tous ces éléments électriques amène généralement des pertes par diffusion thermique qui conduisent à une élévation de température conséquente à l'intérieur du préleveur. Il peut ainsi être nécessaire d'utiliser en complément un ventilateur permettant d'abaisser la température interne. Compte-tenu de la diminution du volume de claquage des cartouches avec une augmentation de température au-delà de 23 ± 5 °C, la plus grande vigilance est de rigueur pour les préleveurs dont les cartouches de prélèvement sont situées à l'intérieur même du châssis de montage.

2.3.2. Procédures de maintenance – Suivi QA/QC

a. Purge du système

Lorsque le préleveur actif utilisé dispose d'une voie de purge, il est recommandé de procéder à une purge de 15 minutes du système et de la ligne de prélèvement avant de lancer une nouvelle séquence de prélèvement.

b. Changement des éléments d'usure

Remplacement des joints toriques des raccords rapides pour cartouches d'adsorbant → annuellement ou si épisode de pollution important ou en cas de suspicion de pollution interne

Remplacement des filtres jetables (protection EV) → annuellement ou si épisode de pollution important ou en cas de suspicion de pollution interne

Nettoyage des filtres en ligne en acier inoxydable → annuellement ou si épisode de pollution important ou en cas de suspicion de pollution interne

Inspection de l'état des tubulures (pincement, couleur, porosité, etc.) et remplacement le cas échéant → annuellement ou en cas de suspicion de pollution interne

Eventuellement changement des électrovannes si celles-ci ne peuvent pas garantir un fonctionnement optimal pour une année supplémentaire → données constructeur à mettre en relation avec le nombre de cycle qu'à déjà subit l'électrovanne

c. Contrôle du débit - Constitution d'un historique de mesure de débit

Il convient à minima de vérifier les débits en début et fin de prélèvement à l'aide d'un débitmètre de gamme adaptée et raccordé à l'étalon national. Après un retour d'expérience d'au moins une année (historique à constituer), cette procédure peut être allégée à une vérification trimestrielle et sous réserve que le préleveur soit équipé par un dispositif de mesure de débit propre.

d. Contrôle de l'étanchéité - Test de fuite

Pour s'assurer de l'étanchéité du préleveur actif, il est important de procéder à un test de fuite. Pour ce faire, un tube inox vide ou à défaut une section de tube Téflon aux dimensions adéquates, est inséré dans chacun des emplacements destinés à l'insertion des cartouches sur chacune des voies de prélèvement existantes. Une courte séquence de prélèvement au débit maximal de l'appareil est ensuite programmée, avec un bouchon placé au niveau de l'entrée d'air. La chute du débit mesuré doit être égale à zéro et permet ainsi de confirmer l'absence de fuite. Il convient de tester chacun des emplacements de chacune des voies de prélèvement afin de vérifier l'absence de fuite au niveau des différentes électrovannes qui peuvent équiper le système → éventuellement possible d'alléger la procédure par mesure de débit propre + fermeture EV d'entrée si préleveur équipé / test à renouveler autant de fois qu'il n'y a de voies de prélèvement → à chaque nouveau chargement de cartouches

e. Test de colmatage

Si préleveur équipé mesure de débit propre possible de vérifier bonne adéquation entre débit mesuré et débit de consigne → à chaque nouveau chargement de cartouches / test à renouveler autant de fois qu'il n'y a de voies de prélèvement

f. Vérification du niveau de blanc

Selon le guide de recommandation pour la mesure du benzène dans l'air ambiant, pour les préleveurs équipés de plusieurs voies de prélèvement distinctes, placer des cartouches d'adsorbant sur l'une des voies qui ne servira pas pour les prélèvements [2] → à chaque nouvelle série de prélèvement / surtout pour les préleveurs fonctionnant en mode séquentiel (et non alternatif)

g. Vérification de l'homogénéité des prélèvements (mode alternatif)

Après analyse des 2 cartouches de prélèvement d'une même voie d'un préleveur par chromatographie, l'écart entre les valeurs relevées sur les 2 tubes doit être inférieur à 10 %. Un grand écart entre les 2 cartouches peut présager d'un dysfonctionnement technique (fuite, colmatage, électrovanne bouchée ou endommagée) → à chaque nouvelle série de prélèvement / uniquement pour les préleveurs fonctionnant en mode alternatif.

2.3. Conclusion

Ce guide n'est à ce jour pas terminé et il a donc été prévu de le finaliser au cours de l'année 2013 mais aussi de le compléter en y intégrant notamment des tests de réception métrologique du préleveur à réception ou en fin de conception. Par conséquent, en 2013, le LCSQA-EMD, en collaboration avec le LCSQA-INERIS et le LCSQA-LNE, se propose de finaliser un guide méthodologique complet, valable aussi bien pour les préleveurs dits « commerciaux » que pour les préleveurs dits « faits maison » et incluant les points suivants :

- cahier des charges à respecter pour la conception de tous les préleveurs ;
- procédures de tests de réception métrologique à effectuer avant mise en œuvre en station ;
- procédures de test et de maintenance pour le suivi du fonctionnement en station ;
- recommandations pour la mesure du benzène par prélèvement actif ;
- interprétation des résultats (calculs, incertitudes).

3. VEILLE TECHNOLOGIQUE CONCERNANT LA MESURE AUTOMATIQUE DU BENZENE

3.1. Contexte et objectif

Pour assurer la surveillance du benzène, la Directive 2008/50/CE indique que, outre la méthode d'échantillonnage par pompage actif avec analyse en différé (norme 14662-1), il est également possible d'utiliser l'échantillonnage par pompage actif avec une analyse *in-situ* par chromatographie en phase gazeuse (norme 14662-3). En vue de la révision de la norme EN 14662-3 concernant la mesure automatique du benzène, une veille technologique a donc été réalisée. Elle a concerné plus particulièrement les appareils approuvés par type et les appareils pour lesquels la demande d'approbation est en cours.

3.2. Méthode

Le LCSQA-EMD a mené une évaluation des rapports et certificats d'approbation de type des différents analyseurs automatiques utilisés en France pour la surveillance du benzène. Les différents constructeurs ou distributeurs dont les analyseurs automatiques sont utilisés pour assurer la mesure du benzène en France ont été contactés. Il s'agit des sociétés :

- **Chromatotec** qui fabrique les analyseurs AirmoVOC et AirTOXIC. Ces analyseurs ont été évalués au regard de la norme EN 14662-3 par le National Physical Laboratory (Royaume-Uni). A ce jour, les essais en laboratoire et sur le terrain sont terminés. Le rapport d'essais associé a été révisé par les experts du MCERTS et il est disponible en téléchargement sur les sites internet du SIRA et du constructeur. Une commission devrait valider le certificat d'approbation de type pour ces analyseurs courant 2013.
- **Ecomesure** qui distribue en France les analyseurs fabriqués par AMA Instruments GmbH (Allemagne). Les analyseurs GC 5000 BTX en version FID (Détecteur à Ionisation de Flamme) et en version PID (Détecteur à Photo-ionisation) ont été évalués au regard de critères de performances donnés dans la norme EN 14662-3. Les essais en laboratoire et sur le terrain ont été effectués par le laboratoire allemand « Landesanstalt für Umwelt, Messungen und Naturschutz Baden-Württemberg (LUBW) en 2009 (FID) et 2010 (PID). En 2009 (FID) et en 2011 (PID), l'Agence Fédérale pour l'Environnement (UBA) a ajouté ces 2 analyseurs à sa liste des appareils homologués pour la surveillance réglementaire du benzène. En 2012, le TÜV a certifié les deux appareils selon le référentiel « QAL1 », qui intègre en outre le respect des critères de performances issues de la norme EN 14662-3, des critères concernant la gestion du système qualité du fabricant et une obligation de suivi de fabrication et d'information concernant les éventuelles modifications (EN 15267-1 et EN 15267-2).
- **Environnement SA** qui fabrique l'analyseur VOC72M (disponible uniquement en version avec détecteur à ionisation de flamme). Cet analyseur a été évalué au regard de la norme EN 14662-3 par le TÜV au cours de l'année 2012. A ce jour, les essais en laboratoire et sur le terrain sont terminés. Les rapports d'essais associés sont en cours de traduction et de validation. Par conséquent, le certificat d'approbation de type pour cet analyseur sera disponible courant février 2013.
- **Syntech Spectras B.V** qui fabrique l'analyseur GC 955 équipé d'un détecteur à ionisation de flamme. Cet analyseur a été évalué selon les critères de

performance indiqués dans la norme EN 14662-3 par le laboratoire allemand « Umweltmessungen Umwelterhebungen und Gerätesicherheit » (UMEG) en 2005. A la suite de ces travaux, l'Agence Fédérale pour l'Environnement (UBA) a ajouté cet analyseur à sa liste des appareils homologués pour la surveillance réglementaire du benzène (voir Annexe 3). Pour finir, en 2007, le LCSQA a réalisé une étude concernant la « Mesure du benzène : test d'évaluation des analyseurs automatiques de BTEX » [3], à laquelle le GC 955 de Synspec avait prit part.

Le Tableau 1 ci-dessous présente un comparatif technique des différents instruments mentionnés ci-dessus.

Tableau 1 : Comparatif technique des différents analyseurs automatiques pour la mesure du benzène ayant subi des essais d'approbation de type.

	Environnement SA	Chromatotec		Synspec	AMA	
	VOC72M	AirmoVOC	AirToxic	GC 955 - Serie 601	GC 5000 BTX (PID)	GC 5000 BTX (FID)
Dimensions	606 x 483 x 133 mm	730 x 480 x 220 mm	730 x 480 x 220 mm	372 x 480 x 232 mm	600 x 480 x 272 mm	600 x 480 x 272 mm
Poids	12,5 kg	25 kg	25 kg	-	33 kg	33 kg
Température de fonctionnement	5 - 35°C	10 - 35°C Certification sur 18 - 24°C	10 - 35°C Certification sur 18 - 24°C	5 - 40°C	0 - 40°C Certification sur 5 - 35°C	0 - 40°C Certification sur 5 - 35°C
Interface	Ecran LCD monochrome ou Ethernet	Ecran LCD couleur ou Ethernet	Ecran LCD couleur ou Ethernet	Ecran LCD monochrome	Ecran LCD couleur ou Ethernet	Ecran LCD couleur ou Ethernet
Temps de réponse (min)	15	30	30	15	30	30
Pompe	interne	externe	externe	interne	interne	interne
Piège	Carbopack	L = 8 cm, diamètre = 1,5 mm	L = 8 cm, diamètre = 1,5 mm	Tenax	Carbotrap	Carbotrap
Prélèvement (durée, volume, température)	13,5 min, 165 mL, 35°C	10 min, 435 mL	22,5 min, 382,3 mL	5 prélèvements de 35 mL soit 175 mL, répartis sur 15 min (20 s)	15 min, 300 mL, 30°C	15 min, 300 mL, 30°C
Couverture temporelle (échantillonnage)	90%	33%	75%	≅ 11%	50%	50%
Gaz vecteur	azote	hydrogène	azote	azote	azote	azote
Autres gaz de fonctionnement	-	air zéro (FID), azote (vanne pneumatique)	air zéro (nettoyage PID)	-	-	air zéro (FID), hydrogène (FID)
Désorption (température, durée, débit)	380°C, 2s	240s	240s	180°C, 30s	230°C, 5s	230°C, 5s
2nd piège	non	non	non	non	en option	en option
Colonne de dégazage	oui (purge piège)	non	non	oui (rétention composés lourds)	en option	en option
Colonne analytique (phase, longueur, diamètre)	Colonne métallique apolaire 15 m x 0,25 mm x 1 µm	Colonne métallique à polarité intermédiaire 30 m x 0,28 mm x 1 µm	Colonne métallique à polarité intermédiaire 30 m x 0,28 mm x 1 µm	Colonne à polarité intermédiaire 13 m x 0,32 mm x 1,8 µm	Colonne apolaire 30 m x 0,32 mm x 1,5 µm	Colonne apolaire 30 m x 0,32 mm x 1,5 µm
Conditions analytiques (programmation température)	25°C --> 160°C	36°C --> 190°C	36°C --> 190°C	60°C --> 80°C	50°C --> 130°C	50°C --> 130°C
Détecteur	PID 10,6 eV - 140°C - balayage azote	FID - 170°C	PID 10,6 eV - balayage air - 150°C	PID 10,6 eV	PID - 120°C	FID - 180°C
Gamme de mesure (µg/m³)	0 - 1000	0 - 380	0 - 3250	0 - 1000	-	-
Gamme de certification (µg/m³)	0 - 50	0 - 50	0 - 50	0 - 50	0 - 50	0 - 50
Limite de détection (benzène)	≤ 0,05 µg/m ³	≤ 0,16 µg/m ³	10 ppt (≅ 0,3 µg/m ³)	0,1 µg/m ³	30 ppt (≅ 0,9 µg/m ³)	30 ppt (≅ 0,9 µg/m ³)
Autres fonctionnalités - Options	- flux échantillon maintenu en dehors des périodes de prélèvement sur piège (bypass) - colonne refroidie par échangeur thermique liquide (jusqu'à 20°C)	- possibilité ajout étalon interne (tube à perméation)	- possibilité ajout étalon interne (tube à perméation)	-	- durée et débit d'échantillonnage ajustables - température de désorption ajustable - paramétrage possible de la température four	- durée et débit d'échantillonnage ajustables - température de désorption ajustable - paramétrage possible de la température four

L'ensemble des rapports de tests émis par le TÜV, le MCERTS, l'UMEG, etc. ont été analysés et pour chacun des critères de la norme EN 14662-3 (2005), une analyse de l'adéquation à la fois de la méthode utilisée pour évaluer ce critère mais aussi des résultats en termes de performances a été menée.

3.3. Comparaison des différents analyseurs approuvés vis-à-vis des critères de la norme NF EN 14662-3 (2005)

La partie des résultats disponibles à ce jour sont présentés dans les tableaux qui suivent. Les couleurs de remplissage des cases indiquent l'adéquation entre les essais, leurs résultats et la norme en vigueur. Ainsi, la couleur de remplissage jaune indique qu'une légère déviance, la couleur orange indique une déviance importante qui pourrait conduire à des résultats différents si les conditions réelles étaient appliquées et la couleur rouge indique des résultats en dehors des tolérances acceptées.

3.3.1. Analyseurs de marque AMA

a. Essais en laboratoire

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		AMA GC 5000 BTX - FID (selon rapport TUV-QAL 1 N°000034862 et		AMA GC 5000 BTX - PID (selon rapport TUV-QAL1 N°000034863 et LUBW)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques	2	N/A	2 analyseurs N° de série : GC 5004 et GC 5005		2 analyseurs N° de série : GC 5006 et GC 5007	
Calcul de l'incertitude de mesure selon ENV 13005:1999 et/ou ISO 5725-2 et/ou EN ISO 14956	ENV 13005:1999 et ISO 5725-2					
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité		Oui --> LUBW (champs de certification 14.1 - 14.3 - 23.2 - 62 - 64 + champs étendus 34 + 61)		Oui --> LUBW (champs de certification 14.1 - 14.3 - 23.2 - 62 - 64 + champs étendus 34 + 61)	
Surveillance, contrôle et enregistrement des conditions environnementales et conditions d'essais	selon les spécifications : Température ambiante = (293 ± 2) K Pression de prélèvement = Ambiante ± 0,2 kPa Tension d'alimentation = (230 ± 2,5) V Humidité relative du prélèvement = (50 ± 10) %					
Temps d'attente avant démarrage des essais	Selon directives du constructeur ou à minima 2 h					
Système de génération de gaz pour étalonnage	- Méthode gravimétrique (bouteille) selon ISO 6142 - Tubes à perméation selon ISO 6145-10 - Dilution statique (liquide dans gaz diluant) selon ISO 6144 - Dilution dynamique (gaz dans air) selon ISO 6145-7 - Diffusion (tubes à diffusion) selon ISO 6145-8					
Ecart de linéarité, plus grand résidu	< ± 5 %	- Evaluation dans une plage comprise entre 0 et 90 % de la limite maximale de l'étendue de mesure certifiée - 6 points de concentration (0 ; 5 ; 15 ; 25 ; 35 ; 45 µg/m ³ ± 10 % dans le cas d'une étendue de mesure 0-50 µg/m ³) - Réalisation de 6 mesures indépendantes (la première série est exclue de l'analyse des données) - Incertitude des rapports de dilution des concentrations appliquées < ± 1 %	GC 5004 = 2,3 % GC 5005 = 1,8 %	Selon référentiel EN 14662 -3 (2005)	GC 5006 = 2,9 % GC 5007 = 3,8 %	Un point à 6,0 µg/m ³ (au lieu de 5,0±0,5 µg/m ³)

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		AMA GC 5000 BTX - FID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°0000034862 et		AMA GC 5000 BTX - PID (selon rapport TÜV-QAL1 N°0000034863 et LUBW)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Répétabilité à 0,5 µg/m ³ ou écart-type de répétabilité à 10% du niveau de la valeur limite	< ± 0,3 µg/m ³	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 0,5 µg/m ³ (approximativement 1/10 de la valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	GC 5004 = 0,05 µg/m ³ GC 5005 = 0,12 µg/m ³	GC 5004 --> incertitude = 0,02 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude = 0,05 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène Essais réalisés à 0,75 µg/m³ (au lieu de 0,5 µg/m³)	GC 5006 = 0,15 µg/m ³ GC 5007 = 0,16 µg/m ³	GC 5006 --> incertitude = 0,07 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,07 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène Essais réalisés à 0,75 µg/m³ (au lieu de 0,5 µg/m³)
Répétabilité à la valeur limite ou écart-type de répétabilité au niveau de la valeur limite annuelle	< ± 5 %	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 5 µg/m ³ (= valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	GC 5004 = 1,4 % GC 5005 = 1,1 %	GC 5004 --> incertitude = 0,08 µg/m ³ @ 5,9 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude = 0,06 µg/m ³ @ 5,9 µg/m ³ de benzène Essais réalisés à 5,9 µg/m³ (au lieu de 5 µg/m³ de benzène)	GC 5006 = 0,4 % GC 5007 = 1,1 %	GC 5006 --> incertitude = 0,02 µg/m ³ @ 5,9 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,06 µg/m ³ @ 5,9 µg/m ³ de benzène Essais réalisés à 5,9 µg/m³ (au lieu de 5 µg/m³ de benzène)
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 %	Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à V _i /10 soit environ 0,5 µg/m ³ (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> dans ces nouvelles conditions (moyenne) Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> dans ces nouvelles conditions (moyenne)	GC 5004 = 0,03 % GC 5005 = 0,04 %	GC 5004 --> incertitude = 0,01 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude = 0,02 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène ----- GC 5004 --> incertitude < 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude < 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène	GC 5006 = 0,02 % GC 5007 = 0,16 %	GC 5006 --> incertitude = 0,01 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,06 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène ----- GC 5006 --> incertitude = 0,006 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,009 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point d'échelle	< ± 5 %	Se procurer un mélange étalon contenant du méthylcyclopentane, du 2,2,3-triméthylpentane, de 2,4-diméthylpentane, du tétrachlorométhane, du cyclohexane, du 2,3-diméthylpentane, du 2-méthylhexane, du 3-éthylpentane, du trichloréthylène et du n-heptane à des concentrations connues (incertitude < 10%) comprises entre 3 et 10 µg/m ³ Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite (moyenne) Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Remplacer le gaz de dilution (air) par le mélange de composés organiques Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite dans ces nouvelles conditions Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle	GC 5004 = 0,4 % GC 5005 = 0,5 % Correspond à critère calculé uniquement sur la somme de 4 interférents (au lieu de 10)	Les essais ont été réalisés en 4 étapes : - Evaluation de l'interférence au 2-méthylhexane (=isoheptane) @ 4,5 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au méthylcyclopentane @ 7,8 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au 2,4-diméthylpentane @ 9,5 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence à un mélange : tétrachlorométhane @ 10,3 µg/m ³ ; n-heptane @ 4,5 µg/m ³ ; trichloréthylène @ 5,9 µg/m ³ et au cyclohexane @ 3,9 µg/m ³ Pas d'essai sur le mélange complet des 10 COV comme demandé dans la norme ----- GC 5004 --> incertitude _{max} = 0,14 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène (max = mélange de 4 COV) GC 5005 --> incertitude _{max} = 0,20 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène (max = mélange de 4 COV) ----- GC 5004 --> incertitude _{max} = 0,03 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max = méthylcyclopentane) GC 5005 --> incertitude _{max} = 0,03 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max = 2-méthylhexane et mélange 4 COV)	GC 5006 = 1,04 % GC 5007 = 0,82 % Correspond à critère calculé uniquement sur la somme des 4 interférences individuelles (et non sur un mélange réel contenant 10 COV)	Les essais ont été réalisés en 4 étapes : - Evaluation de l'interférence au 2-méthylhexane (=isoheptane) @ 4,5 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au méthylcyclopentane @ 7,8 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au 2,4-diméthylpentane @ 9,5 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence à un mélange : tétrachlorométhane @ 10,3 µg/m ³ ; n-heptane @ 4,5 µg/m ³ ; trichloréthylène @ 5,9 µg/m ³ et au cyclohexane @ 3,9 µg/m ³ Pas d'essai sur le mélange complet des 10 COV comme demandé dans la norme ----- GC 5006 --> somme des 4 incertitudes individuelles = 0,41 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> somme des 4 incertitudes individuelles = 0,32 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène ----- GC 5006 --> incertitude _{max} = 0,026 µg/m ³ et somme des 4 incertitudes individuelles = 0,077 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max = méthylcyclopentane) GC 5007 --> incertitude _{max} = 0,029 µg/m ³ et somme des 4 incertitudes individuelles = 0,056 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max = mélange 4 COV)

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		AMA GC 5000 BTX - FID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°0000034862 et		AMA GC 5000 BTX - PID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°0000034863 et LUBW)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Influence de l'interférence due à l'humidité relative ou à une concentration de 19 mmol/mol d'eau	< ± 4 %	Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=20% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=20% (moyenne) Ajuster l'HR à 80% Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=80% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=80% (moyenne)	GC 5004 = 0,4 % GC 5005 = 0,2 % Correspond à des critères calculés selon une formule erronée --> Cependant l'utilisation de la "bonne" formule ne remet pas en cause la validité	4 mesurages élémentaires effectués Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) Essais pour 2 Δ HR différentes (3,6-93,0% et 3,6-23,5%) Pas d'essai avec Δ HR entre 20 et 80% comme demandé dans la norme --> cependant on peut considérer que cette condition est incluse dans la condition Δ HR entre 3,6 et 93,0% ? ----- GC 5004 --> incertitude _{max} = 0,15 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène (max pour HR=93%) GC 5005 --> incertitude _{max} = 0,09 µg/m ³ @ 41,7 µg/m ³ de benzène (max pour HR=93%) ----- GC 5004 --> incertitude _{max} = 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max pour HR=93%) GC 5005 --> incertitude _{max} = 0,02 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max pour HR=93%) Erreur dans le calcul de b_{rh} et u_{rh} (formules 18 et 19 dans la norme) --> il y a eu confusion entre $C_{rh,max}$ et $C_{int,rh,max}$ et entre $C_{rh,min}$ et $C_{int,rh,min}$	GC 5006 = 0,85 % GC 5007 = 0,21 % Correspond à des critères calculés selon une formule erronée --> Cependant l'utilisation de la "bonne" formule ne remet pas en cause la validité	4 mesurages élémentaires effectués Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) Essais pour 2 Δ HR différentes (2,9-75,6% et 2,9-19,6%) Pas d'essai avec Δ HR entre 20 et 80% comme demandé dans la norme --> cependant on peut considérer que cette condition est proche de la condition Δ HR entre 2,9 et 75,6% ? ----- GC 5006 --> incertitude _{max} = 0,33 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène (max pour HR=75,6%) GC 5007 --> incertitude _{max} = 0,08 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène (max pour HR=75,6%) ----- GC 5006 --> incertitude _{max} = 0,019 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max pour HR=75,6%) GC 5007 --> incertitude _{max} = 0,021 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène (max pour HR=75,6%) Erreur dans le calcul de b_{rh} et u_{rh} (formules 18 et 19 dans la norme) --> il y a eu confusion entre $C_{rh,max}$ et $C_{int,rh,max}$ et entre $C_{rh,min}$ et $C_{int,rh,min}$
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la température environnante à la valeur au point d'échelle	< ± 0,2 %/K	Vérifier la plage de fonctionnement en température spécifiée par le fabricant Placer l'analyseur dans une enceinte thermostatée à la température minimale de la plage de température constructeur Laisser stabiliser l'appareil (temps de stabilisation fabricant ou à défaut 2h) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= 0,5 µg/m ³ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la température de l'enceinte pour l'amener à la température maximale de la plage de température constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	GC 5004 = 0,03 %/K GC 5005 = 0,02 %/K Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.19.2 p.47 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5004 = 0,09%/K et GC 5005 = 0,03%/K Incohérence entre les valeurs données dans les différents documents	5 mesurages élémentaires de 2h effectués Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) Essais pour 5 paliers de température avec 7,5h de stabilisation (20°C - 5°C - 20°C - 35°C - 20°C) Pas d'essai aux températures max et min de la plage de fonctionnement donnée par le fabricant (0 - 40°C) Pas d'essai pratiqué comme demandé dans la norme càd passage direct de 5 à 35°C (ou 0 à 40°C) --> peut-on considérer que cette condition est reprise par la condition 5 - 20 - 35°C ? ----- GC 5004 --> incertitude = 0,31 µg/m ³ @ 38,1 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude = 0,10 µg/m ³ @ 38,1 µg/m ³ de benzène ----- GC 5004 --> incertitude < 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5005 --> incertitude = 0,03 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène	GC 5006 = 0,02 %/K GC 5007 = 0,02 %/K Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.19.2 p.44 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5006 < 0,03%/K et GC 5007 < 0,03%/K Incohérence entre les valeurs données dans les différents documents Incohérence entre les valeurs données pour les paliers 5-20°C et 20-35°C par rapport aux valeurs données pour le palier 5-35°C --> En toute rigueur compte tenu de la façon de réaliser l'essai, les incertitudes devraient s'additionner et non se retrancher (travail en valeurs absolues !) --> on devrait donc plutôt avoir GC 5006 = 0,08%/K et GC 5007 = 0,06%/K	6 mesurages élémentaires de 2h effectués Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) Essais pour 5 paliers de températures avec 3h de stabilisation (20°C - 5°C - 20°C - 35°C - 20°C) Pas d'essai aux températures max et min de la plage de fonctionnement donnée par le fabricant (0 - 40°C) Pas d'essai pratiqué comme demandé dans la norme càd passage direct de 5 à 35°C (ou 0 à 40°C) --> peut-on considérer que cette condition est reprise par la condition 5 - 20 - 35°C ? ----- GC 5006 --> incertitude = 0,12 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,11 µg/m ³ @ 39,1 µg/m ³ de benzène ----- GC 5006 --> incertitude < 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène GC 5007 --> incertitude = 0,01 µg/m ³ @ 0,75 µg/m ³ de benzène

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		AMA GC 5000 BTX - FID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°000034862 et LUBW)		AMA GC 5000 BTX - PID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°000034863 et LUBW)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la pression ambiante à la valeur au point d'échelle (= dépendance par rapport à la pression du gaz prélevé)	$\pm 1 \text{ %/kPa}$	Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à la valeur limite (= $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène) à une pression comprise entre 80 et 110 kPa (moyenne) Modifier la pression du gaz étalon (toujours dans la gamme 80-110 kPa) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires à cette nouvelle pression (moyenne)	GC 5004 < 0,01 %/kPa GC 5005 < 0,01 %/kPa Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.18.1 p.44 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5004 = 0,03%/kPa et GC 5005 = 0,16%/kPa Incohérence entre les valeurs données dans les différents documents	A priori 1 seul mesurage élémentaire pour chaque pression (A confirmer) Mesures aux 2 pressions espacées de 3 mois (A confirmer) Pmin = 97 kPa et Pmax = 101,9 kPa Essais réalisés au point d'échelle ----- GC 5004 --> incertitude = $0,03 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5005 --> incertitude = $0,16 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène Erreur dans les calculs, si on reprend les valeurs données dans le Tableau 6.18.2 p.44 du document LUBW, on trouve GC 5004 = 0,04 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ et GC 5005 = 0,23 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	GC 5006 = 0,02 %/kPa GC 5007 = 0,04 %/kPa Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.18.1 p.40 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5006 = 0,75%/kPa et GC 5007 = 1,25%/kPa	A priori 1 seul mesurage élémentaire pour chaque pression (A confirmer) Mesures aux 2 pressions espacées de 3 mois (A confirmer) Pmin = 99,2 kPa et Pmax = 101,7 kPa Essais réalisés au point d'échelle GC 5006 --> incertitude = $0,22 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $40,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5007 --> incertitude = $0,37 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $40,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la tension à la valeur au point d'échelle	$\pm 0,2 \text{ %/V}$	Vérifier la gamme de tension électrique spécifiée par le fabricant alimenter l'analyseur à la tension minimale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la tension d'alimentation pour l'amener à la tension maximale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	GC 5004 < 0,01 %/V GC 5005 < 0,01 %/V Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.20.2 p.50 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5004 = 0,03%/V et GC 5005 < 0,03%/V (calcul sur le passage 210 à 245 V) Incohérence entre les valeurs données dans les différents documents	Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) 4 mesurages élémentaires pour chaque tension Essais pour 4 tensions : 230 V - 210 V - 245 V - 230 V Pas d'essai aux tension max et min de la gamme de fonctionnement donnée par le fabricant (220 - 250 V) --> il faut reconsidérer la gamme de tension et modifier les documents en conséquence (gamme 210 - 245 V) GC 5004 --> incertitude = $0,13 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5005 --> incertitude = $0,01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène	GC 5006 = 0,01 %/V GC 5007 = 0,01 %/V Erreur dans le calcul, selon Tableau 6.20.2 p.47 du document LUBW, les valeurs devraient être GC 5006 = 0,03%/V et GC 5007 < 0,03%/V (calcul sur le passage 210 à 245 V) Incohérence entre les valeurs données dans les différents documents	Essais pour 2 concentrations en benzène (VL/10 et point d'échelle) x mesurages élémentaires pour chaque tension (A compléter) Essais pour 4 tensions : 230 V - 210 V - 245 V - 230 V Pas d'essai aux tension max et min de la gamme de fonctionnement donnée par le fabricant (220 - 250 V) --> il faut reconsidérer la gamme de tension et modifier les documents en conséquence (gamme 210 - 245 V) GC 5006 --> incertitude = $0,12 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $39,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5007 --> incertitude = $0,06 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $39,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène
Dérive à court terme (24 h ou 12 h) à la valeur au point d'échelle	$\pm 5 \text{ %}$	Effectuer au moins 4 mesurages successifs sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Laisser l'analyseur en fonctionnement normal sur un prélèvement de l'air du laboratoire pendant 24 h Effectuer au moins 4 nouveaux mesurages successifs sur gaz étalon à la concentration au point d'échelle (moyenne)	GC 5004 = 0,1 % GC 5005 = 0,7 %	5 mesurages élémentaires à chaque période ----- GC 5004 --> incertitude = $-0,02 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5005 --> incertitude = $-0,08 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ 41,7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène	GC 5006 = 0,4 % GC 5007 = 0,4 %	5 mesurages élémentaires à chaque période ----- GC 5006 --> incertitude = $-0,04 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $39,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5007 --> incertitude = $-0,04 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $39,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène
Effet mémoire	< 10 % de la valeur limite pour la première analyse après le temps de réponse --> Valeur limite pour le benzène = $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ soit effet mémoire < $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Essai à réaliser à la suite de l'essai de linéarité ou à défaut à réaliser après avoir réalisé 6 mesures indépendantes avec un gaz étalon à une concentration de $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ($\pm 10 \text{ %}$) Alimenter le système avec de l'air zéro Réaliser une première analyse --> la valeur doit indiquée par l'appareil doit être inférieure à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène Réaliser une seconde analyse --> la valeur indiquée par l'appareil doit être inférieure à $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène	GC 5004 < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ GC 5005 < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Concentration benzène utilisée = $42 \mu\text{g}/\text{m}^3$ L'essai a été répété 6 fois ----- GC 5004 : après le premier passage d'air zéro, les concentrations sont toujours < $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ [0,5-0,9] GC 5005 : après le premier passage d'air zéro, les concentrations sont toujours < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$	GC 5006 < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ GC 5007 < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Concentration benzène utilisée = $43,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ L'essai a été répété 6 fois ----- GC 5006 : après le premier passage d'air zéro, les concentrations sont toujours < $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ GC 5007 : après le premier passage d'air zéro, les concentrations sont toujours < $0,2 \mu\text{g}/\text{m}^3$
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	< 25 % (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	GC 5004 = 4,3 % GC 5005 = 3,6 %	Calculs à refaire en fonction des résultats de calculs des différents tests	GC 5006 = 5,2 % GC 5007 = 6,0 %	Calculs à refaire en fonction des résultats de calculs des différents tests

b. Essais sur site

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		AMA GC 5000 BTX - FID (selon rapport TÜV-QAL 1 N°0000034862 et		AMA GC 5000 BTX - PID (selon rapport TÜV-QAL1 N°0000034863 et LUBW)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques, de même type et issus de la même série	2	N/A	2 analyseurs N° de série : GC 5004 et GC 5005		2 analyseurs N° de série : GC 5006 et GC 5007	
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité		Oui -> LUBW (champs de certification 14.1 - 14.3 - 23.2 - 62 - 64 + champs étendus 34 + 61)		Oui -> LUBW (champs de certification 14.1 - 14.3 - 23.2 - 62 - 64 + champs étendus 34 + 61)	
Localisation du site	Site urbain à 4-5 m du bord du trottoir					
Equipement de la station de mesure	Contrôle de la température de l'air environnant					
Critères d'installation	- Vérification du bon fonctionnement des analyseurs - Contrôle des facteurs de réponse avec un mélange gazeux à la valeur au point d'échelle (= 70-90% du maximum de l'étendue de mesure certifiée)					
Durée de l'essai	Au moins 3 mois consécutifs					
Ecart type de reproductibilité	$< \pm 0,25 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Calculs à effectuer à partir des données fournies en parallèle par les 2 analyseurs	GC 5004 / GC 5005 = $0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$		GC 5006 / GC 5007 = $0,19 \mu\text{g}/\text{m}^3$	
Développement d'un blanc de système	-	-	-	-	-	-
Dérive à long terme, à la valeur au point d'échelle sur 14 jours	$< \pm 10 \%$	- Durant les 14 premiers jours suivants l'installation, effectuer au moins tous les 2 jours, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne) - Pendant la durée restante, effectuer au moins toutes les 2 semaines, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne)	GC 5004 = 1,4 % GC 5005 = 2,2 %	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs ----- GC 5004 -> incertitude = $0,17 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $41,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5005 -> incertitude = $0,27 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $41,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène	GC 5006 = 3,9 % GC 5007 = 5,7 %	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs ----- GC 5006 -> incertitude = $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $40,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène GC 5007 -> incertitude = $0,7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ @ $40,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène
Intervalle de maintenance ou période de fonctionnement sans intervention	> 14 jours	Pendant cette période, aucune maintenance ou aucun ajustement ne doit être réalisé	28 jours		28 jours	
Disponibilité	> 90 %	Le calcul de la disponibilité de l'appareil ne doit pas prendre en compte les périodes de contrôle de zéro ou de point d'échelle ou de maintenance	GC 5004 = 100 % GC 5005 = 99,9 %		GC 5006 = 100 % GC 5007 = 99,2 %	
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	< 25 % (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	GC 5004 = 3,4 % GC 5005 = 3,2 %	Calculs à refaire en fonction des résultats de calculs des différents tests labo	GC 5006 = 5,7 % GC 5007 = 6,7 %	Calculs à refaire en fonction des résultats de calculs des différents tests labo

3.3.2. Analyseur de marque Syntech

a. Essais en laboratoire

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Syntech Spectras GC 955 - PID (selon rapport UMEG n°53-09/05)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques	2	N/A	2 analyseurs N° de série : GC 1545 et GC 1561	
Calcul de l'incertitude de mesure selon ENV 13005:1999 et/ou ISO 5725-2 et/ou EN ISO 14956	ENV 13005:1999 et ISO 5725-2			
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité		Oui --> UMEG	
Surveillance, contrôle et enregistrement des conditions environnementales et conditions d'essais	selon les spécifications : Température ambiante = (293 ± 2) K Pression de prélèvement = Ambiante $\pm 0,2$ kPa Tension d'alimentation = $(230 \pm 2,5)$ V Humidité relative du prélèvement = (50 ± 10) %			
Temps d'attente avant démarrage des essais	Selon directives du constructeur ou à minima 2 h			
Système de génération de gaz pour étalonnage	- Méthode gravimétrique (bouteille) selon ISO 6142 - Tubes à perméation selon ISO 6145-10 - Dilution statique (liquide dans gaz diluant) selon ISO 6144 - Dilution dynamique (gaz dans air) selon ISO 6145-7			
Ecart de linéarité, plus grand résidu	$< \pm 5$ %	- Evaluation dans une plage comprise entre 0 et 90 % de la limite maximale de l'étendue de mesure certifiée - 6 points de concentration (0 ; 5 ; 15 ; 25 ; 35 ; 45 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) ± 10 % dans le cas d'une étendue de mesure 0-50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ - Réalisation de 6 mesures indépendantes (la première série est exclue de l'analyse des données) - Incertitude des rapports de dilution des concentrations appliquées $< \pm 1$ %	GC 1545 = 0,51 % GC 1561 = 1,09 %	Points de linéarité réalisés à 7,16 et 12,77 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (au lieu de $5,0 \pm 0,5$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ et $15,0 \pm 1,5$ $\mu\text{g}/\text{m}^3$)

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Syntech Spectras GC 955 - PID (selon rapport UMEG n°53-09/05)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Répétabilité à 0,5 µg/m ³ ou écart-type de répétabilité à 10% du niveau de la valeur limite	< ± 0,3 µg/m ³	Effectuer 10 mesurages élémentaires successifs sur gaz étalon à une concentration de 0,5 µg/m ³ (approximativement 1/10 de la valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	GC 1545 = 0,04 µg/m ³ GC 1561 = 0,02 µg/m ³	Pas d'information sur la concentration en benzène utilisée pour l'essai
Répétabilité à la valeur limite ou écart-type de répétabilité au niveau de la valeur limite annuelle	< ± 5 %	Effectuer 10 mesurages élémentaires successifs sur gaz étalon à une concentration de 5 µg/m ³ (= valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	GC 1545 = 0,23 % GC 1561 = 0,76 %	Pas d'information sur la concentration en benzène utilisée pour l'essai
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 %	Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à V _L /10 soit environ 0,5 µg/m ³ (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x mesurages élémentaires dans ces nouvelles conditions (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x mesurages élémentaires dans ces nouvelles conditions (moyenne)	Au point zéro : GC 1545 = 0,07 % GC 1561 = 0,04 % ----- A une concentration de l'ordre de 90 µg/m ³ : GC 1545 = 0,03 % GC 1561 = 0,26 %	Essai réalisé par ajout d'un flux contenant 180 µg/m ³ d'ozone à un flux contenant uniquement de l'air zéro puis à un flux de gaz étalon à une concentration de l'ordre de 90 µg/m ³ ----- Chaque essai a été réalisés à partir de 4 mesurages élémentaires --> essai réaliser avec des concentrations en gaz étalon différentes de celles données dans la norme
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point d'échelle	< ± 5 %	Se procurer un mélange étalon contenant du méthylcyclopentane, du 2,2,3-triméthylpentane, de 2,4-diméthylpentane, du tétrachlorométhane, du cyclohexane, du 2,3-diméthylpentane, du 2-méthylhexane, du 3-éthylpentane, du trichloréthylène et du n-heptane à des concentrations connues (incertitude < 10%) comprises entre 3 et 10 µg/m ³ Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Remplacer le gaz de dilution (air) par le mélange de composés organiques Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite dans ces nouvelles conditions Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	Au point zéro, écart maximum (pour ajout 2,4-diméthylpentane): GC 1545 = 0,043 µg/m ³ GC 1561 = 0,068 µg/m ³ --> impossible calculer écart relatif car utilisation gaz zéro ----- A une concentration de l'ordre de 85 µg/m ³ , écart maximum (pour ajout mélange 4 COV) : GC 1545 = 29,25 % GC 1561 = 29,42 % --> comme les essais ont été pratiqué avec des concentrations en gaz étalon trop importantes, de nouveaux essais ont été pratiqués en diluant d'un facteur 10 puis 25 le mélange de 4 COV interférents et en l'ajoutant à un flux de gaz étalon correspondant entre 27 et 82 µg/m ³ de benzène. Des écarts entre 1,2 et 9,2% sont calculés	Les essais ont été réalisés en 4 étapes : - Evaluation de l'interférence au 2-méthylhexane (=isooeptane) @ 13,5 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au méthylcyclopentane @ 12,4 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence au 2,4-diméthylpentane @ 15,3 µg/m ³ - Evaluation de l'interférence à un mélange : tétrachlorométhane @ 34,7 µg/m ³ ; n-heptane @ 7,4 µg/m ³ ; trichloréthylène @ 9,7 µg/m ³ et au cyclohexane @ 6,2 µg/m ³ Pas d'essai sur le mélange complet des 10 COV comme demandé dans la norme Concentrations des gaz interférents au dessous de la gamme spécifiée dans la norme ----- Essai réalisé par ajout d'un flux contenant l'un des gaz ou mélange de gaz donnés ci-dessus à une flux contenant uniquement de l'air zéro puis à un flux de gaz étalon à une concentration de l'ordre de 85 µg/m ³ Chaque essai a été réalisés à partir de 4 mesurages élémentaires --> essai réaliser avec des concentrations en gaz étalon différentes de celles données dans la norme

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Syntech Spectras GC 955 - PID (selon rapport UMEG n°53-09/05)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Influence de l'interférence due à l'humidité relative ou à une concentration de 19 mmol/mol d'eau	$< \pm 4 \%$	<p>Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=20% (moyenne)</p> <p>Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=20% (moyenne)</p> <p>Ajuster l'HR à 80%</p> <p>Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=80% (moyenne)</p> <p>Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=80% (moyenne)</p>	<p>GC 1545 = 0,13 %</p> <p>GC 1561 = 0,42 %</p>	<p>4 mesurages élémentaires effectués</p> <p>Essais pour 2 concentrations en benzène (0 et 85 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) --> ATTENTION pas d'essai à 1/10 de la valeur limite ni au point d'échelle</p> <p>Essais pour DHR = 3,8-81,7%</p> <p>Pas d'essai avec DHR entre 20 et 80% comme demandé dans la norme --> cependant on peut considérer que ces conditions sont incluses dans la plage d'étude</p>
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la température environnante à la valeur au point d'échelle	$< \pm 0,2 \%/K$	<p>Vérifier la plage de fonctionnement en température spécifiée par le fabricant</p> <p>Placer l'analyseur dans une enceinte thermostatée à la température minimale de la plage de température constructeur</p> <p>Laisser stabiliser l'appareil (temps de stabilisation fabricant ou à défaut 2h)</p> <p>Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= 0,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène)</p> <p>Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale)</p> <p>Modifier la température de l'enceinte pour l'ammener à la température maximale de la plage de température constructeur</p> <p>Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite</p> <p>Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle</p>	<p>GC 1545 = 0,14 %/K</p> <p>GC 1561 = 0,08 %/K</p> <p>Essai à pratiquer de nouveau à la valeur au point d'échelle</p>	<p>6 mesurages élémentaires de 2h effectués</p> <p>Essais pour 2 concentrations en benzène ($V_L/10$ et 12,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$)</p> <p>ATTENTION par s'essai à la valeur au point d'échelle</p> <p>Essais pour 5 paliers de températures avec 3h de stabilisation (20°C - 5°C - 20°C - 40°C - 20°C)</p> <p>Pas d'essai pratiqué comme demandé dans la norme càd passage direct de 5°C à 40°C --> cependant on doit pouvoir considérer que cela est repris dans la condition 5 -20 - 35 °C</p>

b. Essais sur site

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Syntech Spectras GC 955 - PID (selon rapport UMEG n°53-09/05)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques, de même type et issus de la même série	2	N/A	2 analyseurs N° de série : GC 1545 et GC 1561	
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité			
Localisation du site	Site urbain à 4-5 m du bord du trottoir		Oui --> UMEG	
Equipement de la station de mesure	Contrôle de la température de l'air environnant			
Critères d'installation	- Vérification du bon fonctionnement des analyseurs - Contrôle des facteurs de réponse avec un mélange gazeux à la valeur au point d'échelle (= 70-90% du maximum de l'étendue de mesure certifiée)			
Durée de l'essai	Au moins 3 mois consécutifs			
Ecart type de reproductibilité	$< \pm 0,25 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Calculs à effectuer à partir des données fournies en parallèle par les 2 analyseurs	GC 1545 / GC 1561 = $0,23 \mu\text{g}/\text{m}^3$	
Développement d'un blanc de système	-	-	-	-
Dérive à long terme, à la valeur au point d'échelle sur 14 jours	$< \pm 10 \%$	- Durant les 14 premiers jours suivants l'installation, effectuer au moins tous les 2 jours, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne) - Pendant la durée restante, effectuer au moins toutes les 2 semaines, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne)	GC 1545 = 4,76 % GC 1561 = 4,29 % Essais à pratiquer de nouveau à la valeur au point d'échelle	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs Concentration benzène utilisée = $10,8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ --> ATTENTION selon norme essai à réaliser à $40\text{-}5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ Moyenne sur 3 mesures élémentaires
Intervalle de maintenance ou période de fonctionnement sans intervention	> 14 jours	Pendant cette période, aucune maintenance ou aucun ajustement ne doit être réalisé	28 jours	
Disponibilité	> 90 %	Le calcul de la disponibilité de l'appareil ne doit pas prendre en compte les périodes de contrôle de zéro ou de point d'échelle ou de maintenance	GC 1545 = 99,8 % GC 1561 = 96,6 %	
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	< 25 % (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	GC 1545 = 11,0 % GC 1561 = 11,2 %	Calculs à refaire en fonction des résultats de calculs des différents tests labo

3.3.3. Analyseur de marque Environnement SA

a. Essais en laboratoire

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Environnement SA VOC72M - PID (selon rapport TÜV N°936/21217807/A)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques	2	N/A	2 analyseurs N° de série : SN 005 et SN 006	
Calcul de l'incertitude de mesure selon ENV 13005:1999 et/ou ISO 5725-2 et/ou EN ISO 14956	ENV 13005:1999 et ISO 5725-2			
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité		Oui --> TÜV accréditation valide jusqu'au 31/03/2013 (N°D-PL-11120-02-00)	
Surveillance, contrôle et enregistrement des conditions environnementales et conditions d'essais	selon les spécifications : Température ambiante = (293 ± 2) K Pression de prélèvement = Ambiante $\pm 0,2$ kPa Tension d'alimentation = $(230 \pm 2,5)$ V Humidité relative du prélèvement = (50 ± 10) %			
Temps d'attente avant démarrage des essais	Selon directives du constructeur ou à minima 2 h			
Système de génération de gaz pour étalonnage	- Méthode gravimétrique (bouteille) selon ISO 6142 - Tubes à perméation selon ISO 6145-10 - Dilution statique (liquide dans gaz diluant) selon ISO 6144 - Dilution dynamique (gaz dans air) selon ISO 6145-7 - Diffusion (tubes à diffusion) selon ISO 6145-8		Four à perméation. Contrôle du taux de perméation par pesée mensuelle	
Ecart de linéarité, plus grand résidu	$< \pm 5$ %	- Evaluation dans une plage comprise entre 0 et 90 % de la limite maximale de l'étendue de mesure certifiée - 6 points de concentration (0 ; 5 ; 15 ; 25 ; 35 ; 45 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) ± 10 % dans le cas d'une étendue de mesure 0-50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) - Réalisation de 6 mesures indépendantes (la première série est exclue de l'analyse des données) - Incertitude des rapports de dilution des concentrations appliquées $< \pm 1$ %	SN 005 = 1,7 % SN 006 = 2,1 % ----- SN 005 = 1,0 % SN 006 = 0,7 %	5 mesures élémentaires réalisées aux concentrations nominales suivantes : 40,0 ; 20,0 ; 0,5 ; 30,0 ; 10,0 et 47,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ SN 005 --> écart max = 1,7 % @ 10,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène SN 006 --> écart max = 2,1 % @ 10,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de benzène ----- 5 mesures élémentaires réalisées aux concentrations nominales suivantes : 35,0 ; 15,0 ; 0,5 ; 25,0 ; 5,0 et 45,0

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Environnement SA VOC72M - PID (selon rapport TÜV N°936/21217807/A)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Répétabilité à 0,5 µg/m ³ ou écart-type de répétabilité à 10% du niveau de la valeur limite	< ± 0,3 µg/m ³	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 0,5 µg/m ³ (approximativement 1/10 de la valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	SN 005 = 0,03 µg/m ³ SN 006 = 0,03 µg/m ³	Essais réalisés à 0,50 µg/m ³ de benzène Calcul des écart-types sur 10 mesures élémentaires
Répétabilité à la valeur limite ou écart-type de répétabilité au niveau de la valeur limite annuelle	< ± 5 %	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 5 µg/m ³ (= valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	SN 005 = 0,04 µg/m ³ SN 006 = 0,03 µg/m ³	Essais réalisés à 5,0 µg/m ³ de benzène Calcul des écart-types sur 10 mesures élémentaires
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 %	Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à V _L /10 soit environ 0,5 µg/m ³ (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> dans ces nouvelles conditions (moyenne) Effectuer <u>x</u> <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer <u>x</u> <u>mesurages élémentaires</u> dans ces nouvelles conditions (moyenne)	Au point zéro : SN 005 = 0,00 µg/m ³ /nmol/mol SN 006 = 0,00 µg/m ³ /nmol/mol ----- Au point d'échelle : SN 005 = 0,00 µg/m ³ /nmol/mol SN 006 = 0,00 µg/m ³ /nmol/mol -> soit SN 005 = 0,00 % et SN 006 = 0,00 %	Essai réalisé par ajout d'un flux contenant 180 µg/m ³ d'ozone à un flux de gaz étalon contenant au point zéro (0,5 µg/m ³ de benzène) puis au point d'échelle (35 µg/m ³) ----- Chaque essai a été reproduit 2 fois et 4 mesurages élémentaires ont été réalisés
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point d'échelle	< ± 5 %	Se procurer un mélange étalon contenant du méthylcyclopentane, du 2,2,3-triméthylpentane, de 2,4-diméthylpentane, du tétrachlorométhane, du cyclohexane, du 2,3-diméthylpentane, du 2-méthylhexane, du 3-éthylpentane, du trichloréthylène et du n-heptane à des concentrations connues (incertitude < 10%) comprises entre 3 et 10 µg/m ³ Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite (moyenne) Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Remplacer le gaz de dilution (air) par le mélange de composés organiques Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite dans ces nouvelles conditions Effectuer x <u>mesurages élémentaires</u> sur gaz étalon au point d'échelle	Au point zéro : SN 005 = 0,01 µg/m ³ SN 006 = 0,01 µg/m ³ -> soit SN 005 = 2,00 % et SN 006 = 2,00 % ----- Au point d'échelle : SN 005 = -0,22 µg/m ³ SN 006 = -0,16 µg/m ³ -> soit SN 005 = 0,62 % et SN 006 = 0,45 %	Essai réalisé par ajout d'un flux contenant entre 3 et 10 µg/m ³ de chacun des COV contenu dans un mélange de méthylcyclopentane ; 2,2,3-triméthylbutane ; 2,4-diméthylpentane ; tétrachlorométhane ; cyclohexane ; 2,3-diméthylpentane ; 2-méthylhexane ; 3-éthylpentane ; trichloréthylène et n-heptane à un flux de gaz étalon contenant au point zéro (0,5 µg/m ³ de benzène) puis au point d'échelle (35 µg/m ³) ----- Chaque essai a été reproduit 2 fois (plus grand écart) et 4 mesurages élémentaires ont été réalisés (moyenne)

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Environnement SA VOC72M - PID (selon rapport TÜV N°936/21217807/A)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Influence de l'interférence due à l'humidité relative ou à une concentration de 19 mmol/mol d'eau	< ± 4 %	Effectuer \underline{x} mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=20% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=20% (moyenne) Ajuster l'HR à 80% Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=80% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=80% (moyenne)	Au point zéro : SN 005 = 3,9 % SN 006 = 0,0 % ----- Au point d'échelle : SN 005 = 1,02 % SN 006 = 0,51 % --> soit SN 005 = 0,62 % et SN 006 = 0,45 %	Essai réalisé par ajout d'un flux contenant 20 ou 80 % d'humidité relative à un flux de gaz étalon contenant au point zéro (0,5 µg/m ³ de benzène) puis au point d'échelle (35 µg/m ³) ----- Chaque essai a été reproduit 2 fois (plus grand écart) et 4 mesurages élémentaires ont été réalisés (moyenne)
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la température environnante à la valeur au point d'échelle	< ± 0,2 %/K	Vérifier la plage de fonctionnement en température spécifiée par le fabricant Placer l'analyseur dans une enceinte thermostatée à la température minimale de la plage de température constructeur Laisser stabiliser l'appareil (temps de stabilisation fabricant ou à défaut 2h) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= 0,5 µg/m ³ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la température de l'enceinte pour l'amener à la température maximale de la plage de température constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	Au point zéro (0,5 µg/m ³) : SN 005 et SN 006 = -0,0009 µg/m ³ /K Au point d'échelle (35,5 µg/m ³) : SN 005 et SN 006 = 0,0041 µg/m ³ /K	Les résultats ci-contre ont été déterminés à partir de la moyenne de 3 mesures élémentaires à chacune des températures (5°C puis 35°C) pour un gaz de zéro (0,50 µg/m ³) et pour un gaz étalon à une concentration proche du point d'échelle (35,5 µg/m ³). Chacune des série de mesure a été répétée 3 fois et c'est l'écart le plus grand qui a été retenu. ----- Les essais en température ont été réalisés en repassant à chaque fois par la température ambiante. Si on le tient pas compte de cela, les critères pour la valeur au point d'échelle sont les suivants : SN 005 = 0,0013 µg/m ³ /K et SN 006 = 0,0017 µg/m ³ /K
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la pression ambiante à la valeur au point d'échelle (= dépendance par rapport à la pression du gaz prélevé)	< ± 1 %/kPa	Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à la valeur limite (= 5 µg/m ³ pour le benzène) à une pression comprise entre 80 et 110 kPa (moyenne) Modifier la pression du gaz étalon (toujours dans la gamme 80-110 kPa) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires à cette nouvelle pression (moyenne)	SN 005 = -0,045 µg/m ³ /kPa SN 006 = -0,010 µg/m ³ /kPa	Les résultats ci-contre ont été déterminés lors des essais sur le terrain. Lors des contrôles de dérive au point d'échelle (autour de 35 µg/m ³) pour les 2 jours où l'écart de pression atmosphérique était le plus important. Pmin = 100,7 kPa et Pmax = 103,6 kPa. Une mesure élémentaire au point d'échelle espacées de 2 mois ----- La valeur donnée pour la mesure au point d'échelle de l'appareil SN 005 (34,33 µg/m ³) n'est pas la bonne, selon le Tableau 46 cette valeur est de 34,22 µg/m ³

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Environnement SA VOC72M - PID (selon rapport TÜV N°936/21217807/A)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la tension à la valeur au point d'échelle	$< \pm 0,2 \text{ \%}/V$	Vérifier la gamme de tension électrique spécifiée par le fabricant alimenter l'analyseur à la tension minimale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la tension d'alimentation pour l'amener à la tension maximale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	Au point zéro ($0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$) : SN 005 et SN 006 = $-0,0003 \mu\text{g}/\text{m}^3/V$ Au point d'échelle ($35,3 \mu\text{g}/\text{m}^3$) : SN 005 et SN 006 = $0,0007 \mu\text{g}/\text{m}^3/K$	Les résultats ci-contre ont été déterminés à partir de la moyenne de 3 mesures élémentaires à chacune des tensions (210 V puis 245V) pour un gaz de zéro ($0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$) et pour un gaz étalon à une concentration proche du point d'échelle ($35,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$). ----- Les essais en tension ont été réalisés en repassant à chaque fois par la tension de référence 230V. Si on ne tient pas compte de cela, les critères pour la valeur au point d'échelle sont les suivants : SN 005 = $0,0003 \mu\text{g}/\text{m}^3/V$ et SN 006 = $0,0006 \mu\text{g}/\text{m}^3/V$
Dérive à court terme (24 h ou 12 h) à la valeur au point d'échelle	$< \pm 5 \text{ \%}$	Effectuer au moins 4 mesurages successifs sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Laisser l'analyseur en fonctionnement normal sur un prélèvement de l'air du laboratoire pendant 24 h Effectuer au moins 4 nouveaux mesurages successifs sur gaz étalon à la concentration au point d'échelle (moyenne)	SN 005 = 0,08 % SN 006 = 0,06 %	4 mesurages élémentaires à chaque période (espacées de 24h)
Effet mémoire	$< 10 \text{ \%}$ de la valeur limite pour la première analyse après le temps de réponse --> Valeur limite pour le benzène = $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ soit effet mémoire $< 0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Essai à réaliser à la suite de l'essai de linéarité ou à défaut à réaliser après avoir réalisé 6 mesures indépendantes avec un gaz étalon à une concentration de $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ($\pm 10 \text{ \%}$) Alimenter le système avec de l'air zéro Réaliser une première analyse --> la valeur doit indiquée par l'appareil doit être inférieure à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène Réaliser une seconde analyse --> la valeur indiquée par l'appareil doit être inférieure à $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène	SN 005 = $0,042 \mu\text{g}/\text{m}^3$ SN 006 = $0,023 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Alimentation de l'analyseur avec un gaz étalon à une concentration d'environ $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ puis alimentation avec du gaz de zéro, L'essai a été reproduit trois fois (plus mauvais résultat)
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	$< 25 \text{ \%}$ (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	SN 005 = 5,11 % SN 006 = 5,00 %	-

b. *Essais sur site*

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Environnement SA VOC72M - PID (selon rapport TÜV N°936/21217807/A)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques, de même type et issus de la même série	2	N/A	2 analyseurs N° de série : SN 005 et SN 006	
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité		Oui --> TÜV accréditation valide jusqu'au 31/03/2013 (N°D-PL-11120-02-00)	
Localisation du site	Site urbain à 4-5 m du bord du trottoir			4 sites trafic différents + dopage benzène épisodique pour démontrer critères à concentrations plus élevées
Equipement de la station de mesure	Contrôle de la température de l'air environnant			
Critères d'installation	- Vérification du bon fonctionnement des analyseurs - Contrôle des facteurs de réponse avec un mélange gazeux à la valeur au point d'échelle (= 70-90% du maximum de l'étendue de mesure certifiée)			
Durée de l'essai	Au moins 3 mois consécutifs		104 jours	
Ecart type de reproductibilité	$< \pm 0,25 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Calculs à effectuer à partir des données fournies en parallèle par les 2 analyseurs	SN 005 / SN 006 = $0,035 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Cette essai a été réalisé en dopant de temps à autre l'air ambiant avec un gaz étalon de façon à pouvoir couvrir la gamme de certification entière
Développement d'un blanc de système	-	-	-	-
Dérive à long terme, à la valeur au point d'échelle sur 14 jours	$< \pm 10 \%$	- Durant les 14 premiers jours suivants l'installation, effectuer au moins tous les 2 jours, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne) - Pendant la durée restante, effectuer au moins toutes les 2 semaines, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne)	SN 005 = 2,35 % SN 006 = 2,53 %	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs - Concentration gaz étalon = $35,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 4 mesurages indépendants espacés de 14 jours
Intervalle de maintenance ou période de fonctionnement sans intervention	> 14 jours	Pendant cette période, aucune maintenance ou aucun ajustement ne doit être réalisé	28 jours	
Disponibilité	$> 90 \%$	Le calcul de la disponibilité de l'appareil ne doit pas prendre en compte les périodes de contrôle de zéro ou de point d'échelle ou de maintenance	SN 005 = 98,4 % SN 006 = 98,4 %	Calculs effectués en prenant en compte les périodes de maintenance, Sans cette prise en compte, la disponibilité des 2 analyseurs est de 100 %
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	$< 25 \%$ (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	SN 005 = 6,28 % SN 006 = 6,30 %	-

3.3.4. Analyseurs de marque Chromatotec

a. Essais en laboratoire

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Airmotec/Chromatotec AirmoVOC GC 866 - FID (selon rapport mCERTS)		Airmotec/Chromatotec AirToxic GC 866 - PID (selon rapport mCERTS)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques	2	N/A	2 analyseurs N° de série : SN 20730509 et SN 20190309		2 analyseurs N° de série : SN 20430309 et SN 20720509	
Calcul de l'incertitude de mesure selon ENV 13005:1999 et/ou ISO 5725-2 et/ou EN ISO 14956	ENV 13005:1999 et ISO 5725-2					
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité					
Surveillance, contrôle et enregistrement des conditions environnementales et conditions d'essais	selon les spécifications : Température ambiante = (293 ± 2) K Pression de prélèvement = Ambiante ± 0,2 kPa Tension d'alimentation = (230 ± 2,5) V Humidité relative du prélèvement = (50 ± 10) %		Analyseurs placés dans une chambre environnementale à 20°C		Analyseurs placés dans une chambre environnementale à 20°C	
Temps d'attente avant démarrage des essais	Selon directives du constructeur ou à minima 2 h					
Système de génération de gaz pour étalonnage	- Méthode gravimétrique (bouteille) selon ISO 6142 - Tubes à perméation selon ISO 6145-10 - Dilution statique (liquide dans gaz diluant) selon ISO 6144 - Dilution dynamique (gaz dans air) selon ISO 6145-7 - Diffusion (tubes à diffusion) selon ISO 6145-8					
Ecart de linéarité, plus grand résidu	< ± 5 %	- Evaluation dans une plage comprise entre 0 et 90 % de la limite maximale de l'étendue de mesure certifiée - 6 points de concentration (0 ; 5 ; 15 ; 25 ; 35 ; 45 µg/m ³ ± 10 % dans le cas d'une étendue de mesure 0-50 µg/m ³) - Réalisation de 6 mesures indépendantes (la première série est exclue de l'analyse des données) - Incertitude des rapports de dilution des concentrations appliquées < ± 1 %	SN 20730509 = 2,54 % SN 20190309 = 2,12 %	8 mesurages indépendants effectués (seuls les 6 derniers sont pris en compte) sur un mélange étalon de 12 COV dont benzène aux concentrations suivantes : 0 ; 4,90 ; 14,98 ; 24,88 ; 34,87 et 44,23 µg/m ³ .	SN 20430309 = 4,60 % SN 20720509 = 4,42 %	8 mesurages indépendants effectués (seuls les 6 derniers sont pris en compte) sur un mélange étalon de 12 COV dont benzène aux concentrations suivantes : 0 ; 4,90 ; 14,98 ; 24,88 ; 34,87 et 44,23 µg/m ³ .

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Airmotec/Chromatotec AirmoVOC GC 866 - FID (selon rapport mCERTS)		Airmotec/Chromatotec AirToxic GC 866 - PID (selon rapport mCERTS)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Répétabilité à 0,5 µg/m ³ ou écart-type de répétabilité à 10% du niveau de la valeur limite	< ± 0,3 µg/m ³	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 0,5 µg/m ³ (approximativement 1/10 de la valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	SN 20730509 = 0,2 µg/m ³ SN 20190309 = 0,06 µg/m ³	12 mesurages élémentaires effectués. Les 10 derniers sont pris en compte Essais réalisés pour un mélange de COV en parallèle Concentration en benzène = 0,50 µg/m ³ -> Si prise en compte des 10 premiers mesurages : SN 20730509 = 0,22 µg/m ³ SN 20190309 = 0,05 µg/m ³	SN 20430309 = 0,02 µg/m ³ SN 20720509 = 0,03 µg/m ³	12 mesurages élémentaires effectués. Les 10 derniers sont pris en compte Essais réalisés pour un mélange de BTEX en parallèle Concentration en benzène = 0,50 µg/m ³ -> Si prise en compte des 10 premiers mesurages : SN 20430309 = 0,10 µg/m ³ SN 20720509 = 0,20 µg/m ³
Répétabilité à la valeur limite ou écart-type de répétabilité à 10% du niveau de la valeur limite annuelle	< ± 5 %	Effectuer 10 <u>mesurages élémentaires</u> successifs sur gaz étalon à une concentration de 5 µg/m ³ (= valeur limite pour le benzène) (ecart-type)	SN 20730509 = 0,71 % SN 20190309 = 1,84 %	12 mesurages élémentaires effectués. Les 10 derniers sont pris en compte Essais réalisés pour un mélange de COV en parallèle Concentration en benzène = 5,47 µg/m ³ -> Si prise en compte des 10 premiers mesurages : SN 20730509 = 0,43% SN 20190309 = 0,61%	SN 20430309 = 3,74 % SN 20720509 = 1,34 %	12 mesurages élémentaires effectués. Les 10 derniers sont pris en compte Essais réalisés pour un mélange de BTEX en parallèle Concentration en benzène = 4,98 µg/m ³ -> Si prise en compte des 10 premiers mesurages : SN 20430309 = 1,63% SN 20720509 = 0,81%
Influence de l'interférence due à l'ozone	< ± 5 %	Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à V _L /10 soit environ 0,5 µg/m ³ (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x mesurages élémentaires dans ces nouvelles conditions (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Ajouter environ 180 µg/m ³ d'ozone au flux dilué de gaz étalon Effectuer x mesurages élémentaires dans ces nouvelles conditions (moyenne)	A 37,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 1,25 % SN 20190309 = 1,18 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 37,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 4,31 % SN 20190309 = 4,88%	Mesures réalisées sans ozone et avec une concentration en ozone de 180 µg/m ³ . 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 37 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 37,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 4,22 % SN 20190309 = 4,08 % ->> La formule de calcul de l'influence a été adaptée de celle de l'influence des composés organiques	A 37,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,87 % SN 20720509 = 1,00 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 37,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 3,02 % SN 20720509 = 3,44 %	Mesures réalisées à 18 et 24°C. 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 37 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 37,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 3,66 %/K SN 20720509 = 3,46 %/K ->> La formule de calcul de l'influence a été adaptée de celle de l'influence des composés organiques
Influence de l'interférence due à la somme des composés organiques interférents potentiels à la valeur au point d'échelle	< ± 5 %	Se procurer un mélange étalon contenant du méthylcyclopentane, du 2,2,3-triméthylpentane, de 2,4-diméthylpentane, du tétrachlorométhane, du cyclohexane, du 2,3-diméthylpentane, du 2-méthylhexane, du 3-éthylpentane, du trichloréthylène et du n-heptane à des concentrations connues (incertitude < 10%) comprises entre 3 et 10 µg/m ³ Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Remplacer le gaz de dilution (air) par le mélange de composés organiques Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite dans ces nouvelles conditions Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 4,58 % SN 20190309 = 3,84 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 1,91 % SN 20190309 = 15,06 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 7,95 % SN 20190309 = 6,65 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 3,32 % SN 20190309 = 26,09 %	Mesures réalisées avec un mélange de COV (non désignés dans le document) et sans. 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 45 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/√3) : A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 7,90 % SN 20190309 = 6,65 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 3,88 % SN 20190309 = 27,96 %	A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 5,06 % (une explication donnée à cette valeur haute) SN 20720509 = 2,81 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 5,07% SN 20720509 = 1,72 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 8,76% SN 20720509 = 4,83 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 8,78 % SN 20720509 = 2,99%	Mesures réalisées avec un mélange de COV (non désignés dans le document) et sans. 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 45 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/√3) : A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 8,81 % SN 20720509 = 4,78 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 15,25 % SN 20720509 = 13,54%

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Airmotec/Chromatotec AirmoVOC GC 866 - FID (selon rapport mCERTS)		Airmotec/Chromatotec AirToxic GC 866 - PID (selon rapport mCERTS)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Influence de l'interférence due à l'humidité relative ou à une concentration de 19 mmol/mol d'eau	< ± 4 %	Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=20% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=20% (moyenne) Ajuster l'HR à 80% Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon à 1/10 de la valeur limite et avec une HR=80% (moyenne) Effectuer x mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle et avec une HR=80% (moyenne)	A 43,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,001 % SN 20190309 = 0,001 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,45 % SN 20190309 = 0,15 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 43,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,006 % SN 20190309 = 0,006 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 1,57 % SN 20190309 = 0,52 %	Mesures réalisées avec (80%) et sans vapeur d'eau (20%). 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 43 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte --> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 43,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,05 % SN 20190309 = 0,04 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 1,58 % SN 20190309 = 0,00 %	A 43,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,78 % SN 20720509 = 1,15 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 1,18% SN 20720509 = 0,29 % ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 43,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 2,67 % SN 20720509 = 3,88 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 4,10 % SN 20720509 = 1,02%	Mesures réalisées avec (80%) et sans vapeur d'eau (20%). 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 43 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte --> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 43,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 2,44 % SN 20720509 = 3,83 % A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 7,00 % SN 20720509 = 0,51 %
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la température environnante à la valeur au point d'échelle	< ± 0,2 %/K	Vérifier la plage de fonctionnement en température spécifiée par le fabricant Placer l'analyseur dans une enceinte thermostatée à la température minimale de la plage de température constructeur Laisser stabiliser l'appareil (temps de stabilisation fabricant ou à défaut 2h) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= 0,5 µg/m ³ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la température de l'enceinte pour l'amener à la température maximale de la plage de température constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,04 %/K SN 20190309 = 0,04 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 1,87 %/K SN 20190309 = 0,01 %/K ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,12 %/K SN 20190309 = 0,12 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 9,54 %/K SN 20190309 = 0,08 %/K	Mesures réalisées à 18 et 24°C. 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 45 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte --> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 45,0 µg/m ³ : SN 20730509 = 0,13 %/K SN 20190309 = 0,12 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20730509 = 13,26 %/K SN 20190309 = 0,17 %/K	A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,15 %/K SN 20720509 = 0,10 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,00 %/K SN 20720509 = 0,40 %/K ----- Les calculs ont été effectués en affectant un coefficient 1/2√3 aux résultats. Sans prendre en compte ce facteur les résultats seraient : A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,51 %/K SN 20720509 = 0,32 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,08 %/K SN 20720509 = 1,38 %/K	Mesures réalisées à 18 et 24°C. 6 mesurages élémentaires effectués sur une matrice étalon 12 COV dont benzène à une concentration de 45 et 0,5 µg/m ³ , seuls les 4 derniers sont pris en compte --> si prise en compte des 4 premiers mesurages (sans le facteur 1/2√3) : A 45,0 µg/m ³ : SN 20430309 = 0,62 %/K SN 20720509 = 0,24 %/K A 0,5 µg/m ³ : SN 20430309 = 1,21 %/K SN 20720509 = 0,83 %/K

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Airmotec/Chromatotec AirmoVOC GC 866 - FID (selon rapport mCERTS)		Airmotec/Chromatotec AirToxic GC 866 - PID (selon rapport mCERTS)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la pression ambiante à la valeur au point d'échelle (= dépendance par rapport à la pression du gaz prélevé)	$< \pm 1 \text{ %/kPa}$	Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à la valeur limite (= $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène) à une pression comprise entre 80 et 110 kPa (moyenne) Modifier la pression du gaz étalon (toujours dans la gamme 80-110 kPa) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires à cette nouvelle pression (moyenne)	SN 20730509 = 0,34 %/kPa SN 20190309 = 0,64 %/kPa	Mesures réalisées à 80,12 et 110,32 kPa. 6 mesurages élémentaires effectués, seuls les 4 derniers sont pris en compte (à condition que les pics soient identifiés, parfois uniquement 3 mesures) -> si prise en compte des 4 premiers mesurages : SN 20730509 = 0,46 %/kPa SN 20190309 = 0,64 %/kPa	SN 20430309 = 0,89 %/kPa SN 20720509 = 0,53%/kPa	Mesures réalisées à 80,12 et 110,32 kPa. 6 mesurages élémentaires effectués, seuls les 4 derniers sont pris en compte (à condition que les pics soient identifiés, parfois uniquement 3 mesures) -> si prise en compte des 4 premiers mesurages : SN 20430309 = 0,85 %/kPa SN 20720509 = 0,51 %/kPa
Coefficient de sensibilité pour l'influence de la tension à la valeur au point d'échelle	$< \pm 0,2 \text{ %/V}$	Vérifier la gamme de tension électrique spécifiée par le fabricant alimenter l'analyseur à la tension minimale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite (= $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène) Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle (= entre 70% et 90% de l'étendue de mesure certifiée maximale) Modifier la tension d'alimentation pour l'amener à la tension maximale de la gamme de tension constructeur Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon à environ 1/10 de la valeur limite Effectuer au moins 4 mesurages élémentaires sur gaz étalon au point d'échelle	SN 20730509 = 0,01 %/V SN 20190309 = 0,02 %/V -> Erreur dans la détermination de ces valeurs SN 20730509 = 0,03%/V SN 20190309 = 0,07%/V	Mesures réalisées à 220 et 240V (gamme constructeur) sur matrice étalon comprenant 12 COV dont benzène à $44,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$. 6 mesurages élémentaires effectués, seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages : SN 20730509 = 0,01 %/V SN 20190309 = 0,06 %/V	SN 20430309 = 0,03 %/V SN 20720509 = 0,03%/V -> Erreur dans la détermination de ces valeurs SN 20430309 = 0,11%/V SN 20720509 = 0,09%/V	Mesures réalisées à 220 et 240V (gamme constructeur) sur matrice étalon comprenant 12 COV dont benzène à $44,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$. 6 mesurages élémentaires effectués, seuls les 4 derniers sont pris en compte -> si prise en compte des 4 premiers mesurages : SN 20430309 = 0,11 %/V SN 20720509 = 0,08 %/V
Dérive à court terme (24 h ou 12 h) à la valeur au point d'échelle	$< \pm 5 \text{ %}$	Effectuer au moins 4 mesurages successifs sur gaz étalon au point d'échelle (moyenne) Laisser l'analyseur en fonctionnement normal sur un prélèvement de l'air du laboratoire pendant 24 h Effectuer au moins 4 nouveaux mesurages successifs sur gaz étalon à la concentration au point d'échelle (moyenne)	SN 20730509 = 0,15 % SN 20190309 = 1,82 %	5 mesurages élémentaires sont réalisés sur gaz étalon à une concentration de $45,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et seuls les 4 derniers sont pris en compte L'intervalle entre la fin de la première série de mesure et le début de la seconde série de mesure est de 20h30 (et non 24h)	SN 20430309 = 0,96 % SN 20720509 = 0,79 %	5 mesurages élémentaires sont réalisés sur gaz étalon à une concentration de $45,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et seuls les 4 derniers sont pris en compte L'intervalle entre la fin de la première série de mesure et le début de la seconde série de mesure est de 22h (et non 24h)
Effet mémoire	$< 10 \text{ %}$ de la valeur limite pour la première analyse après le temps de réponse -> Valeur limite pour le benzène = $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ soit effet mémoire $< 0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Essai à réaliser à la suite de l'essai de linéarité ou à défaut à réaliser après avoir réalisé 6 mesures indépendantes avec un gaz étalon à une concentration de $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ($\pm 10 \text{ %}$) Alimenter le système avec de l'air zéro Réaliser une première analyse -> la valeur doit indiquée par l'appareil doit être inférieure à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène Réaliser une seconde analyse -> la valeur indiquée par l'appareil doit être inférieure à $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le benzène	SN 20730509 = $0,41 \mu\text{g}/\text{m}^3$ SN 20190309 = $0,36 \mu\text{g}/\text{m}^3$ Les résultats de la première analyse de gaz de zéro sont toujours inférieurs à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Alimentation de l'analyseur avec un gaz étalon à une concentration d'environ $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ puis alimentation avec du gaz de zéro, 2 analyses successives	SN 20430309 = $0,35 \mu\text{g}/\text{m}^3$ SN 20720509 = $0,35 \mu\text{g}/\text{m}^3$ Les résultats de la première analyse de gaz de zéro sont toujours inférieurs à $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Alimentation de l'analyseur avec un gaz étalon à une concentration d'environ $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ puis alimentation avec du gaz de zéro, 2 analyses successives
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	$< 25 \text{ %}$ (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	SN 20730509 = 11,8 % SN 20190309 = 14,3 %		SN 20430309 = 19,5 % SN 20720509 = 11,7 %	

b. Essais sur site

Caractéristiques de performances	Norme EN14662-3 déc. 2005		Airmotec/Chromatotec AirmoVOC GC 866 - FID (selon rapport mCERTS N°E09040018)		Airmotec/Chromatotec AirToxic GC 866 - PID (selon rapport mCERTS N°E09040018)	
	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai	Critère de performance	Conditions de mise en œuvre de l'essai
Nombre d'analyseurs identiques, de même type et issus de la même série	2	N/A	2 analyseurs N° de série : SN 20730509 et SN 20190309		2 analyseurs N° de série : SN 20430309 et SN 20720509	
Essais réalisés par organisme accrédité ISO 17025	souhaité					
Localisation du site	Site urbain à 4-5 m du bord du trottoir		A proximité axe de circulation Londres		A proximité axe de circulation Londres	
Equipement de la station de mesure	Contrôle de la température de l'air environnant					
Critères d'installation	- Vérification du bon fonctionnement des analyseurs - Contrôle des facteurs de réponse avec un mélange gazeux à la valeur au point d'échelle (= 70-90% du maximum de l'étendue de mesure certifiée)					
Durée de l'essai	Au moins 3 mois consécutifs					
Ecart type de reproductibilité	$< \pm 0,25 \mu\text{g}/\text{m}^3$	Calculs à effectuer à partir des données fournies en parallèle par les 2 analyseurs	SN 20730509 / SN 20190309 = $0,24 \mu\text{g}/\text{m}^3$		SN 20730509 / SN 20190309 = $0,08 \mu\text{g}/\text{m}^3$	
Développement d'un blanc de système	-	-	-	-	-	-
Dérive à long terme, à la valeur au point d'échelle sur 14 jours	$< \pm 10 \%$	- Durant les 14 premiers jours suivants l'installation, effectuer au moins tous les 2 jours, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne) - Pendant la durée restante, effectuer au moins toutes les 2 semaines, 4 mesurages indépendants successifs sur un gaz au point d'échelle (moyenne)	SN 20730509 = 4,42 % SN 20190309 = 1,54 %	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs - Concentration gaz étalon = $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 4 mesurages indépendants espacés de 14 jours	SN 20430309 = 7,52 % SN 20720509 = 4,68 %	Essai réalisé conformément à la norme sur 90 jours successifs - Concentration gaz étalon = $45 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 4 mesurages indépendants espacés de 14 jours
Intervalle de maintenance ou période de fonctionnement sans intervention	> 14 jours	Pendant cette période, aucune maintenance ou aucun ajustement ne doit être réalisé	90 jours		90 jours	
Disponibilité	$> 90 \%$	Le calcul de la disponibilité de l'appareil ne doit pas prendre en compte les périodes de contrôle de zéro ou de point d'échelle ou de maintenance	SN 20730509 = 99,7 % SN 20190309 = 99,8 %		SN 20430309 = 100,0 % SN 20720509 = 99,9 %	
Incertitude élargie de mesure calculée pour le benzène	$< 25 \%$ (selon Directive 2008/50/CE)	Calcul effectué à partir de la combinaison de toutes les caractéristiques de performance	SN 20730509 = 15,0 % SN 20190309 = 17,1 %		SN 20430309 = 19,6 % SN 20720509 = 12,1 %	

3.3.5. Conclusion

Par ailleurs, il convient de mentionner que les approbations de type sont valables pour tous les analyseurs fabriqués à la suite des analyseurs utilisés lors des tests d'approbation de type (numéro de série postérieur). Ceci exclu par exemple, sauf mention contraire du fabricant, les analyseurs AIRMOBTX et AIRTOXIC fabriqués avant les analyseurs portant les numéros de série suivants : 20730509 ou 201390509 (AIRMOBTX – FID) et 20430309 ou 20720509 (AIRTOXIC – PID). De même, les analyseurs Syntech portant un numéro de série antérieur au GC 1545 ne sont pas approuvés par type.

Pour finir, les analyseurs VOC71M d'Environnement SA n'ont fait l'objet d'aucune démarche d'approbation de type, ils ont juste étaient intégrés à l'étude LCSQA de 2007 [1]. Ils ne peuvent donc pas être considérés comme conforme à la norme EN 14667-3 et ne peuvent donc pas être utilisé pour la surveillance réglementaire du benzène conformément à la Directive 2008/50/CE.

4. METHODE INDICATIVE : UTILISATION DE TUBES PASSIFS EN CONDITIONS HIVERNALES

4.1. Contexte et objectif

En 2008, une campagne d'intercomparaison, réalisée à la station de L'Hôpital-Mairie de l'association Air Lorraine et impliquant les trois techniques de mesure du benzène (prélèvement actif sur tube de Carbopack X, échantillonneurs passifs Perkin Elmer et Radiello et analyseurs automatiques BTEX Chromatotec/FID) a montré des résultats contrastés pour le tube Radiello avec des mesures estivales en assez bon accord avec les valeurs des analyseurs automatiques et à l'inverse des mesures hivernales qui présentent une forte sous-estimation. L'origine de cette sous-estimation a été identifiée comme étant des dépôts d'eau (gel, rosée) sur l'échantillonneur passif liés à des conditions météorologiques particulières (faibles températures < 10°C combinées à des humidités élevées > 80%).

En 2010, l'EMD a réalisé une série d'expositions de tubes Radiello sous ces conditions défavorables en chambre d'exposition et a établi des conditions analytiques mieux adaptées à l'analyse de ces échantillons prélevés dans des conditions de faible température et de forte humidité relative. La mise en œuvre d'un « inlet split » permet de limiter la quantité d'échantillon envoyée vers le détecteur et d'améliorer l'analyse.

L'EMD a donc réalisé au cours de l'année 2012 une campagne de mesures sur le terrain dans des conditions environnementales défavorables (c'est-à-dire en conditions hivernales) sur un site sur lequel les concentrations en benzène sont réputées pour être supérieures au seuil supérieur d'évaluation ($3,5 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Une comparaison des teneurs évaluées par la méthode de référence (analyseur automatique) et l'échantillonnage passif (échantillonneurs passifs Perkin Elmer et Radiello) a également été menée. Le but de cette campagne est de s'assurer à partir de mesures en atmosphère réelle de l'amélioration de l'accord entre les valeurs des analyseurs automatiques et celles de l'échantillonnage passif basée sur l'analyse des tubes via la méthode analytique développée en 2010.

4.2. Choix du site de mesure

L'environnement industriel de la station de L'Hôpital-Mairie de l'association Air Lorraine a changé entre 2008 et 2012 et la Figure 3 présente les teneurs mesurées au cours de plusieurs semaines de 2012.

Il apparait ainsi que sur le site urbain de « l'Hôpital-Mairie » sur lequel avait été conduite l'étude en 2008, les concentrations moyennes sur plusieurs semaines sont de $1,7 \mu\text{g.m}^{-3}$ et que sur le site de proximité industrielle de « l'Hôpital-Puits II » les concentrations moyennes sont de l'ordre de $2,5 \mu\text{g.m}^{-3}$. Ainsi compte tenu des faibles teneurs mesurées sur ces deux sites, il n'a pas été jugé judicieux de mener l'étude de comparaison entre les techniques actives et passives sur de ces deux sites.

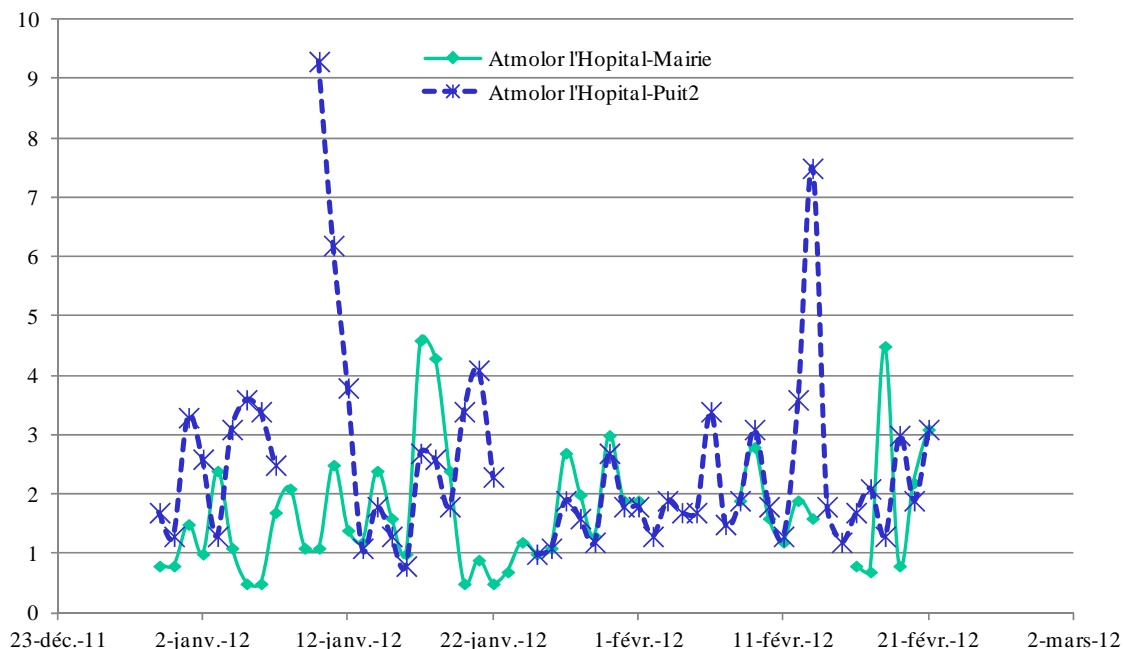


Figure 3 : Concentrations journalières en benzène sur deux sites d'Air Lorraine

Par conséquent, afin de pouvoir bénéficier d'un site sur lequel des conditions environnementales correspondent à celles attendues (à savoir $T^{\circ}_{\text{moy}} < 5^{\circ}\text{C}$ et $\text{RH}_{\text{moy}} \cong 80\%$), il est apparu judicieux de choisir un site sous la responsabilité d'Atmo Rhône-Alpes pour lequel des teneurs proches du seuil supérieur d'évaluation en benzène de $3,5 \mu\text{g.m}^{-3}$ sont attendues. Le site de proximité industrielle de Feyzin est équipé d'un analyseur automatique qui permet de mesurer à un pas de temps horaire les concentrations en 31 COV dont le benzène. Les résultats obtenus sur plusieurs mois sont présentés sur la Figure 4.

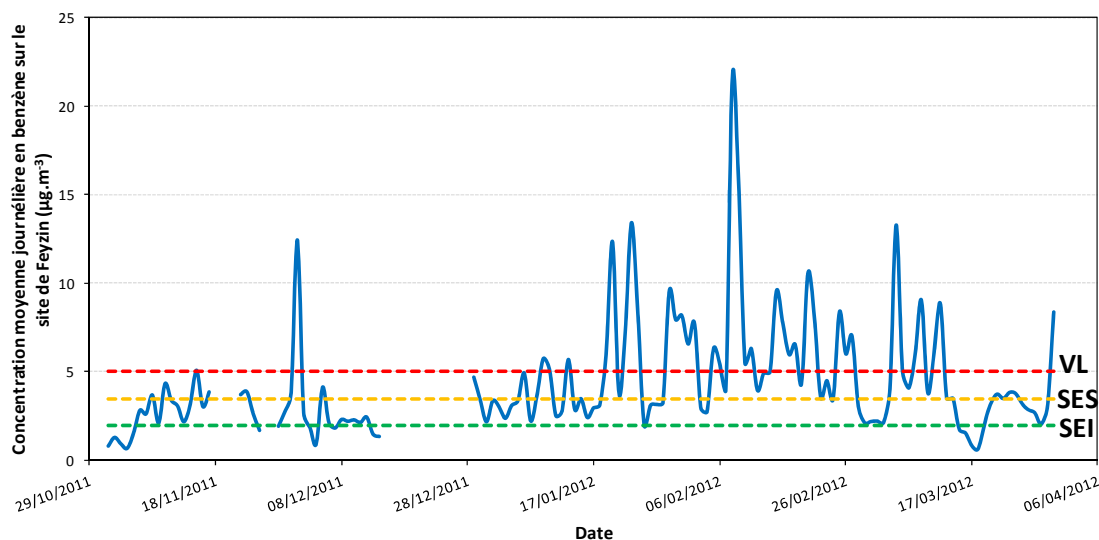


Figure 4 : Concentrations journalières en benzène sur le site de Feyzin (Sud Lyonnais) d'Air Rhône-Alpes

Il apparaît ainsi que sur le site de proximité industrielle de Feyzin, la concentration moyenne sur plusieurs semaines est égale à $4,4 \mu\text{g.m}^{-3}$. Avec des dépassements journaliers de la valeur du seuil d'évaluation supérieur ($3,5 \mu\text{g.m}^{-3}$) pendant plus de 40% du temps et des dépassements journaliers de la valeur limite annuelle ($5 \mu\text{g.m}^{-3}$) dans 25% des cas.

Compte tenu des teneurs moyennes mesurées globalement supérieures au seuil supérieur d'évaluation, il a été décidé de mener l'étude concernant l'utilisation des tubes passifs en conditions hivernales sur ce site.

4.3. Matériels et méthodes

4.3.1. Méthode de mesure du benzène à l'aide du tube Radiello

L'échantillonnage du benzène est réalisé à l'aide d'un tube Radiello constitué d'une membrane poreuse en polyéthylène de forme cylindrique (référence : 120-2), dans laquelle est insérée au moment du prélèvement une cartouche (code 145) contenant du Carbograph 4 (adsorbant). Il s'effectue par diffusion à travers une membrane poreuse jusqu'à une surface de piégeage. Cet échantillonnage n'implique aucun mouvement actif de l'air. Quand l'échantillonneur est exposé, un gradient de concentration s'établit entre l'air à l'extérieur du tube (où $C=C_{\text{air}}$) et l'air en contact avec la surface de l'adsorbant (où C tend vers 0 sous l'effet de l'adsorption du composé sur le matériau adsorbant). Ce différentiel de concentration va entraîner une diffusion du composé à travers la membrane poreuse, de la zone la plus concentrée en benzène (air ambiant) vers la surface de l'adsorbant où il est capté et accumulé. La symétrie radiale de l'échantillonneur lui confère des débits d'échantillonnage élevés de plusieurs dizaines de $\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$.

La procédure de conditionnement des cartouches de Carbograph 4 consiste en un balayage du tube à adsorption par de l'air zéro sec à un débit de 10 à 30 mL.min^{-1} et à une température de 290°C. La durée du conditionnement est d'au moins 24 heures. Les essais menés sur les blancs ont montré que la masse en benzène était en moyenne de 5 ng et qu'elle correspondait à une quantité résiduelle de benzène présente sur la cartouche. Les cartouches d'adsorbant préalablement conditionnées sont conservées avant le prélèvement à température ambiante dans des tubes à essai en verre hermétiquement fermés par des bouchons en plastique pendant une durée maximale de trois mois. Après l'exposition, les cartouches d'adsorbant (code 145) sont replacées dans

leur tube à essai fermé hermétiquement et conservées au réfrigérateur (2-6°C) pendant une durée de conservation maximale de 4 semaines [2].

La durée de prélèvement retenu pour cet échantillonneur est de 7 jours.

La quantité de benzène échantillonnée sur la cartouche est thermodésorbée à l'aide d'une unité de référence Turbomatrix et de marque Perkin Elmer, puis séparée par chromatographie en phase gazeuse et quantifiée par un détecteur à ionisation de flamme. Les conditions opératoires utilisées pour le dosage du benzène sont données dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Conditions utilisées pour l'analyse du benzène avec la cartouche Radiello Carbograph 4 (code 145) par une unité Turbomatrix Perkin Elmer

Turbomatrix	Type de cartouche	Cartouche de Carbograph 4 dans un tube à désorption Perkin Elmer
	Piège de préconcentration	80 mg de Carbopack B (60/80 mesh)
	Vanne A	Température : 210°C
	Étape 1 : test de fuite	Pression en tête de colonne : 30 psi
	Étape 2 : purge	Durée : 1 min
	Étape 3 : désorption primaire	Durée : 15 min Débit de désorption : 45 mL/min Température de désorption : 400°C Température du piège : 10°C
	Étape 4 : désorption/injection	Durée : 15 min Débit d'outlet split : 20 mL/min Température du piège : 350°C Vitesse de chauffage du piège : 40°C/s
Ligne de transfert		Température : 210°C
Chromatographe en phase gazeuse	Colonne capillaire silice fondue	Type : Rtx-1 Dimensions : 105 m x 0,53 mm x 3 µm
	Programmation en température de la colonne	35 °C (10 min) 5 °C/min jusqu'à 140 °C 15 °C/min jusqu'à 250 °C 250 °C (3 min)
	Gaz vecteur : He	Débit colonne : 7 mL/min
	Débit H ₂ (mL/min)	40
Détecteur FID	Débit air (mL/min)	400
	Température (°C)	250

L'analyse du tube permet de déterminer la masse en benzène échantillonnée ($m_{\text{benzène}}$) par le tube Radiello. L'étalonnage est réalisé en analysant des cartouches préalablement conditionnées et chargées avec des masses connues de benzène. Le mode de chargement des cartouches est celui du dopage par voie gazeuse d'un mélange étalon comprimé en bouteille dont la concentration en benzène est certifiée. Des détails sur cette validation de cet étalonnage sont donnés dans deux rapports LCSQA [4-5].

La concentration en benzène dans les conditions d'exposition du tube est déterminée à partir de l'équation générale, dérivée de la 1^{ère} loi de Fick, qui s'applique à tout type d'échantillonneur passif :

$$C = \frac{(m_{\text{benzène}}) \times 10^3}{D_{\text{éch}} \times t}$$

$m_{\text{benzène}}$: masse de composé échantillonnée sur la cartouche exposée (ng),

C : concentration du composé i dans l'air pendant l'exposition ($\mu\text{g} \cdot \text{m}^{-3}$),

$D_{\text{éch}}$: débit d'échantillonnage du capteur passif pour le benzène ($\text{cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$),

t : durée du prélèvement (min).

Un débit d'échantillonnage modélisé simplifié tel que présenté dans le guide de recommandation pour la surveillance du benzène a été appliqué [2]. L'équation régissant le débit d'échantillonnage dépend de la température moyenne, T , sur la durée de l'exposition et est calculé selon l'équation suivante : $D_{\text{éch}} = 31,4 - 0,18 \times T$.

Dans l'expression finale du résultat, la concentration en benzène est ramenée dans les conditions standard de pression et de température, à savoir 101,3 kPa et 20°C (293 K). Pour normaliser la concentration, l'équation suivante doit être appliquée:

$$C_{P,T} = C \times \frac{101,3}{P_{\text{atm}}} \times \frac{\bar{T}}{293}$$

$C_{P,T}$: la concentration en benzène ramenée aux conditions standard de température et de pression ($\mu\text{g} \cdot \text{m}^{-3}$),

P_{atm} : la pression atmosphérique moyenne lors du prélèvement (kPa),

\bar{T} : la température moyenne lors du prélèvement (K).

4.3.2. Méthode de mesure du benzène par échantillonnage passif axial (tube Perkin-Elmer)

En ce qui concerne l'utilisation du tube Perkin Elmer les recommandations sont similaires à celles données pour les tubes Radiello à l'exception des débits de prélèvements et des valeurs de blancs.

Pour le Carbo-pack B, les débits sont indiqués dans la norme NF EN 14662-4. C'est un débit de $0,67 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ qui a donc été appliqué dans le cas présent pour des expositions de 7 jours. Les niveaux de blanc doivent être inférieurs à 2 ng. Les conditions analytiques qui ont été utilisées sont les mêmes que celles indiquées dans le Tableau 2 ci-dessus.

4.3.3. Méthode de mesure du benzène à l'aide d'un prélèvement actif sur cartouche de Carbo-pack X

Un échantillon d'air est aspiré à un débit contrôlé de $10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ au travers d'un tube en acier inoxydable (de diamètre interne = 5 mm et de longueur = 89 mm), contenant 500 mg de Carbo-pack X de granulométrie 40-60 mesh. La durée de prélèvement est de 7 jours pour un volume total d'environ 100 L. Les molécules de benzène sont retenues par adsorption sur le Carbo-pack X. Un préleveur automatique (SYPACv1, Tera Environnement) a été installé sur site et utilisé pour réaliser les prélèvements actifs.

Avant le prélèvement, les tubes d'adsorbant sont conditionnés selon la procédure donnée dans le guide de recommandation pour la surveillance du benzène [2]. Les tubes à adsorption sont fermés avec des bouchons Swagelok à chacune des extrémités et

conservés à température ambiante pendant une durée maximale de 3 mois avant le prélèvement.

Le débit d'échantillonnage est mesuré au début et à la fin de chaque période de prélèvement à l'aide d'un débitmètre raccordé à l'étalon national (réf. : Definer 220, Bios). Le benzène piégé sur la cartouche est thermodésorbé puis analysé selon les mêmes conditions que celles indiquées dans le Tableau 2. De même, la même méthode d'étalonnage que celle utilisée pour l'analyse des cartouches Radiello a été utilisée.

Dans l'expression finale du résultat, la concentration en benzène doit être ramenée aux conditions standards de pression et de température, à savoir 101,3 kPa et 20°C (293 K). Comme le dispositif utilisé pour effectuer le prélèvement est équipé d'un régulateur de débit massique (RDM), les débits d'échantillonnage mesurés au début ou à la fin de la période de prélèvement ont été convertis aux conditions standard par l'application des relations suivantes :

$$\varphi_{start,std} = \varphi_{start} \times \frac{P_{start}}{101,3} \times \frac{293}{T_{start}} \quad \text{et} \quad \varphi_{end,std} = \varphi_{end} \times \frac{P_{end}}{101,3} \times \frac{293}{T_{end}}$$

Avec :

$\varphi_{start,std}$ et $\varphi_{end,std}$: les débits d'échantillonnage mesurés respectivement au début et à la fin de la période de prélèvement ramenés dans les conditions standard (293 K et 101,3 kPa) ($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$),

φ_{start} et φ_{end} : le débit d'échantillonnage mesuré respectivement au début et à la fin de la période de prélèvement aux conditions réelles de température et de pression du site ($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$),

P_{start} et P_{end} : la pression réelle de l'air durant les mesurages du débit d'échantillonnage respectivement au début et à la fin du prélèvement (kPa),

T_{start} et T_{end} : la température réelle de l'air durant les mesurages du débit d'échantillonnage respectivement au début et à la fin du prélèvement (K).

La concentration en benzène est exprimée dans les conditions standard de 101,3 kPa et 20°C (293 K) en appliquant la relation suivante :

$$C_{std} = \frac{m_{\text{benzène}} \times 10^6}{\left(\frac{\varphi_{start,std} + \varphi_{end,std}}{2} \right) \times t}$$

C_{std} : concentration en benzène exprimée dans les conditions standard ($\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$)

$m_{\text{benzène}}$: masse de benzène échantillonnée sur le tube d'adsorbant (en μg),

t : durée de prélèvement (en min),

4.3.4. Analyseur automatique on-line Perkin-Elmer

Il s'agit d'un analyseur automatique constitué de deux modules :

- Une unité de préconcentration/thermodésorption/injection qui permet le prélèvement automatique d'un volume d'air de 600mL, la préconcentration des COV sur un tube contenant 2 adsorbants : Carbosieve S3 et Carbopack B, la thermodésorption à une température optimisée de 350°C et l'injection dans un dispositif chromatographique.

- Une unité de séparation/détection qui permet la séparation des COV visés équipée de deux colonnes : colonne CP Sil 5 CB et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{KCl}$ reliées chacune à un détecteur à ionisation de flamme.

L'échantillon d'air est aspiré à l'aide d'une pompe externe à l'analyseur à un débit constant de 20 mL.min⁻¹. Ce débit est régulé à l'aide d'un régulateur de débit massique. Le pas de mesure est horaire et la durée d'échantillonnage de l'air est de 30 minutes.

4.4. Conditions environnementales durant les périodes d'échantillonnage

4 séries d'exposition consécutives ont été réalisées sur la période du 13 décembre 2012 au 10 janvier 2013 et 3 autres sur la période du 6 au 20 février 2013 à la station de type industrielle de Feyzin gérée par Air Rhône-Alpes. Pour chacune des séries exposition d'une durée de 7 jours, 6 tubes Radiello, 3 tubes passifs Perkin-Elmer, 2 prélèvements actifs sur cartouche de Carbopack X et l'analyseur automatique Perkin Elmer ont fonctionné en parallèle sur le site. Les conditions environnementales obtenues durant les périodes d'exposition sont regroupées dans le Tableau 3. Les conditions météorologiques des 2 campagnes sont marquées par la combinaison de températures basses (majoritairement inférieures à 10 °C et passant parfois en dessous de 0°C) et d'humidités relatives très élevées (comprises entre de 86-98 % en moyenne).

Tableau 3 : Conditions environnementales durant les périodes d'exposition

<i>Dates des expositions</i>	<i>T (°C)</i> <i>(min_max)</i>	<i>HR (%)</i> <i>(min_max)</i>
13 au 20 déc. 2012	6,9 (0,1_14,0)	90,9 (54_99,9)
20 au 27 déc. 2012	7,8 (3,1_14,5)	91,9 (55,3_99,9)
27 déc. 2012 au 3 janv. 2013	6,1 (-1,7_14,1)	86,8 (33,2_99,9)
3 au 10 janv. 2013	4,1 (0,1_8,2)	98,2 (89,9_99,9)
6 au 13 fév. 2013	0,5 (-3,0_2,0)	96,3 (65,6_99,9)
13 au 20 fév. 2013	1,1 (-5,0_6,0)	93,9 (63,6_100,0)
20 au 27 fév. 2013	-1,6 (-5,0_4,0)	86,1 (53,8_100,0)

4.5. Résultats

Le Tableau 4 regroupe l'ensemble des résultats des 4 méthodes de mesure pour les 7 semaines d'expositions pour le benzène. Les résultats pour les autres composés : toluène, éthylbenzène, o-xylène et m-p-xylènes sont donnés en Annexe A.

Tableau 4 : Ensemble des concentrations en benzène (en $\mu\text{g.m}^{-3}$) obtenues à partir des quatre méthodes de prélèvements/analyses mises en parallèle

Semaines d'exposition	Sypac voie A2	Sypac voie B2	Tubes Perkin (moyenne sur 3 tubes)	Tubes Radiellos (moyenne sur 6 tubes)	Analyseur automatique
semaine 1	5,27	5,60	Pb. Tube	5,18	4,26
semaine 2	4,36	4,30	5,03	6,25	5,01
semaine 3	6,51	6,29	5,96	5,55	5,78
semaine 4	3,70	3,72	3,25	3,87	3,60
semaine 5	13,88	14,02	14,34	11,59	16,17
semaine 6	4,60	4,87	4,50	4,95	4,23
semaine 7	9,46	9,51	10,42	9,12	9,42

Au regard des incertitudes associées aux méthodes de référence que sont l'échantillonnage actif sur tube Carbo-pack X et la mesure par analyseur automatique, de l'ordre de 10 à 20%, les écarts observés entre les concentrations déterminées par les différentes techniques ne sont pas significatifs. Pour ce qui est de l'échantillonnage passif, au regard de l'incertitude associée à cette méthode de mesure (de l'ordre de 25%), les écarts entre actif et passif ne sont pas non plus significatifs. Il est important de noter que l'analyse des tubes Radiello par la méthode dédiée et développée en 2010, permet d'obtenir des valeurs de concentrations en benzène du même ordre de grandeur que celles obtenues par les autres méthodes sans perte d'échantillon lors de l'analyse.

5. CONCLUSION

A ce jour, une version provisoire du cahier des charges de conception qui sera à terme intégrée dans le guide méthodologique pour la surveillance du benzène (à paraître au 2nd semestre 2013) est en cours de relecture par l'ensemble des AASQA impliquées dans ce travail. Il a donc été prévu de le finaliser au cours de l'année 2013 mais aussi de le compléter en y intégrant notamment des tests de réception métrologique qui s'avèreraient utiles pour valider la phase de conception des différents préleveurs et pour garantir un fonctionnement optimal sur site.

Concernant l'évaluation des rapports et certificats d'approbation de type des différents analyseurs automatiques utilisés en France pour la surveillance du benzène, la totalité des rapports de tests émis par le TÜV, le MCERTS, l'UMEG a été communiquée au LCSQA/EMD après leur validation par les organismes évaluateurs. Ainsi, une analyse de l'adéquation à la fois de la méthode utilisée pour évaluer les différents critères inscrits dans la norme en vigueur (EN 14662-3, 2005) mais aussi des résultats en termes de performances a été menée. Les résultats pour chacun des critères ont été rassemblés dans des tableaux pour chacun des fabricants. Une analyse fine des rapports a permis de mettre en avant quelques points pour lesquels des écarts à la norme sont constatés et pour lesquels des compléments ont été demandés auprès des constructeurs.

En dernier lieu, l'étude concernant l'utilisation des tubes passifs en conditions hivernales a été menée entre décembre 2012 et février 2013 sur le site de Feyzin. Les résultats obtenus sur les 7 semaines de campagne par 4 méthodes différentes (2 actives et 2 passives) montrent des valeurs de concentrations en benzène très similaires. Cette étude permet par conséquent de valider l'utilisation de la méthode d'analyse des tubes qui a été développée en 2010 et d'en généraliser l'utilisation dans les laboratoires d'analyse des AASQA.

6. BIBLIOGRAPHIE

[1] NF EN ISO 16017-1 ; mars 2001 ; Air intérieur, air ambiant et air des lieux de travail ; Échantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/désorption thermique/chromatographie en phase gazeuse sur capillaire - Partie 1 : échantillonnage par pompage.

[2] Locoge N., H. Plaisance et L. Chiappini « Mesure du benzène : Guide technique de recommandations concernant la mesure du benzène dans l'air ambiant », 32 p., 2009.

[3] Locoge N. et T. Léonardis « Etude LCSQA 3/3 : Mesure du benzène – Test d'évaluation des analyseurs automatiques de BTEX », 60 p., 2007, disponible à l'adresse suivante : <http://www.lcsqa.org/rapport/2007/emd-ineris/mesure-benzene>

[4] Badol C., N. Locoge, E. Leoz et H. Plaisance « Surveillance du benzène », 125 p., 2006, disponible à l'adresse suivante : <http://www.lcsqa.org/rapport/2006/emd-ineris/surveillance-benzene>

[5] Locoge N., C. Badol et L. Chiappini « Mesure du benzène. 1/3 : Surveillance du benzène par la méthode d'échantillonnage actif : Application de la norme 14662-1 », 74 p., 2007, disponible à l'adresse suivante : <http://www.lcsqa.org/rapport/2007/emd-ineris/mesure-benzene>

ANNEXES

Tableau A1 : Ensemble des concentrations en toluène (en $\mu\text{g.m}^{-3}$) obtenues à partir des quatre méthodes de prélèvements/analyses mises en parallèle

<i>date expo</i>	Sypac voie A2	Sypac voie B2	Tubes Perkin (moyenne sur 3 tubes)	Tubes Radiellos (moyenne sur 6 tubes)	Analyseur automatique
semaine 1	4,61	4,77	Pb. Tube	4,23	4,05
semaine 2	3,78	4,33	3,46	4,64	5,73
semaine 3	5,20	5,11	4,04	4,25	6,22
semaine 4	3,55	3,52	2,73	3,71	3,68
semaine 5	4,72	4,63	4,31	4,74	3,90
semaine 6	4,35	4,25	4,53	4,78	3,90
semaine 7	5,36	5,40	5,27	5,40	4,23

Tableau A2 : Ensemble des concentrations en éthylbenzène (en $\mu\text{g.m}^{-3}$) obtenues à partir des quatre méthodes de prélèvements/analyses mises en parallèle

<i>date expo</i>	Sypac voie A2	Sypac voie B2	Tubes Perkin (moyenne sur 3 tubes)	Tubes Radiellos (moyenne sur 6 tubes)	Analyseur automatique
semaine 1	1,46	1,41	Pb. Tube	1,18	0,91
semaine 2	1,11	1,29	0,82	1,35	1,62
semaine 3	1,40	1,36	0,85	1,09	1,62
semaine 4	0,83	0,93	0,51	1,06	0,87
semaine 5	1,30	1,42	0,86	1,31	1,37
semaine 6	1,01	0,95	0,99	1,16	1,09
semaine 7	1,91	1,87	1,57	1,94	1,66

Tableau A3 : Ensemble des concentrations en méta+para-xylènes (en $\mu\text{g.m}^{-3}$) obtenues à partir des quatre méthodes de prélèvements/analyses mises en parallèle

<i>date expo</i>	Sypac voie A2	Sypac voie B2	Tubes Perkin (moyenne sur 3 tubes)	Tubes Radiellos (moyenne sur 6 tubes)	Analyseur automatique
semaine 1	3,96	3,75	Pb. Tube	3,58	3,64
semaine 2	3,04	3,48	2,19	4,11	5,26
semaine 3	3,63	3,81	2,08	3,24	4,78
semaine 4	2,09	2,34	1,21	3,03	2,80
semaine 5	2,77	3,05	1,89	3,26	3,02
semaine 6	2,59	2,40	2,53	3,17	2,67
semaine 7	3,36	3,26	2,69	3,65	2,89

Tableau A4 : Ensemble des concentrations en ortho-xylène (en $\mu\text{g.m}^{-3}$) obtenues à partir des quatre méthodes de prélèvements/analyses mises en parallèle

<i>date expo</i>	Sypac voie A2	Sypac voie B2	Tubes Perkin (moyenne sur 3 tubes)	Tubes Radiellos (moyenne sur 6 tubes)	Analyseur automatique
semaine 1	1,42	1,26	Pb. Tube	1,31	1,46
semaine 2	1,17	1,23	0,74	1,33	1,99
semaine 3	1,32	1,33	0,73	1,04	1,71
semaine 4	0,75	0,83	0,46	0,98	1,16
semaine 5	0,90	1,02	0,57	1,01	1,08
semaine 6	0,95	0,90	0,81	1,10	1,05
semaine 7	1,13	1,08	0,87	1,26	0,98