



Validation du protocole de détermination des caractéristiques de performance métrologique des micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux réglementaires - Etude comparative des performances en laboratoire de micro-capteurs NO₂

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

**VALIDATION DU PROTOCOLE DE DETERMINATION DES
CARACTERISTIQUES DE PERFORMANCE METROLOGIQUE DES
MICRO-CAPTEURS POUR LA MESURE INDICATIVE DES POLLUANTS
GAZEUX REGLEMENTAIRES - ÉTUDE COMPARATIVE DES
PERFORMANCES EN LABORATOIRE DE MICRO-CAPTEURS NO₂**

N. REDON, F. DELCOURT, S. CRUNAIRE, N. LOCOGE

Mars 2017



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

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

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

TABLE DES MATIERES

RESUME	9
REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS.....	10
1. INTRODUCTION	11
2. PERIMETRE DU PROTOCOLE.....	11
2.1 Définition d'un micro-capteur « low cost » de gaz	11
2.2 Bibliographie/Données constructeurs	12
2.3 Définition de la typologie de déploiement	12
3. PRE-REQUIS DU PROTOCOLE	13
3.1 Pré-requis pour la chambre d'exposition.....	13
3.1.1 Recommandations générales.....	13
3.1.2 Application à différentes structures de chambres d'exposition	16
3.2 Pré-requis pour les paramètres environnementaux (T, HR).....	21
3.3 Pré-requis pour la génération des gaz	22
3.4 Pré-requis sur les mesures de référence	22
3.5 Validation des pré-requis sur O ₃ et NO ₂ :.....	24
4. OBJECTIFS DE QUALITE DE DONNEES ET PARAMETRES METROLOGIQUES	27
4.1 Objectifs de Qualité de Données (OQD):	27
4.2 Définition des paramètres métrologiques du protocole	28
4.2.1 Temps de réponse	29
4.2.2 Courbe de calibrage	29
i. Sensibilité.....	30
ii. Limite de détection.....	30
iii. Limite de quantification.....	30
4.2.3 Erreur de mesure.....	30
i. Répétabilité.....	31
ii. Reproductibilité	31
4.2.4 Dérive	31
4.2.5 Facteurs d'influence	32
5. APPLICATIONS DU PROTOCOLE A DES CAPTEURS D'OZONE ET DE DIOXYDE D'AZOTE	34

5.1	Cas du dioxyde d'azote	34
5.1.1	Résultats Caisens O ₃ /NO ₂	35
5.1.2	Aeroqual Séries 500 équipé de la tête de mesure ENW / ENW2	41
5.1.3	AQMesh.....	42
5.1.4	Alphasense	43
5.1.5	Libélium.....	43
5.2	Résultats Enquête AASQA 2016.....	44
6.	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	47
7.	REFERENCES.....	47
8.	LISTE DES ANNEXES	49

TABLE DES FIGURES

<i>Figure 1- Chambre d'exposition du JRC [3]</i>	<i>14</i>
<i>Figure 2- Calcul du temps de remplissage de la chambre d'exposition.....</i>	<i>15</i>
<i>Figure 3- Illustration de l'impact des pertes sur le temps de remplissage de la chambre d'exposition.....</i>	<i>16</i>
<i>Figure 4- Les différentes typologies de chambres d'exposition testées durant le protocole : a- réacteur 1L, b- réacteur 6,5L, c- chambre d'exposition 36L, d- chambre Climpaq 51L</i>	<i>17</i>
<i>Figure 5 – Calcul de l'inverse du taux de chargement $1/\tau$ en fonction des différentes chambres testées et du débit total de mélange gazeux injecté</i>	<i>17</i>
<i>Figure 6 – Mesures du taux de renouvellement d'air de la chambre Climpaq pour deux injections de 12000ppm de CO₂ sans et avec ventilation</i>	<i>19</i>
<i>Figure 7 – Profil des vitesses de vent au centre de la chambre en fonction de la position du volet</i>	<i>20</i>
<i>Figure 8 - Système complet de contrôle des paramètres environnementaux de la chambre d'exposition, de génération des gaz et de comparaison à une référence.</i>	<i>21</i>
<i>Figure 9 – Générateurs d'ozone ANSYCO - KT-O3M.....</i>	<i>22</i>
<i>Figure 10 – Analyseur d'ozone O342M – Environnement SA</i>	<i>23</i>
<i>Figure 11 – Analyseur d'oxydes d'azote 42i-TL – Thermo Fisher Scientific</i>	<i>23</i>
<i>Figure 12 – Courbe de validation du générateur d'ozone ANSYCO - KT-O3M par l'analyseur de référence O342M</i>	<i>24</i>
<i>Figure 13 – Courbe de validation en ozone de la chambre Climpaq (courbe rouge) et du réacteur 1L (bleu).....</i>	<i>25</i>
<i>Figure 14 – a. Courbe de validation de la dilution de NO₂ par l'analyseur de référence 42i-TL b. Temps de réponse de l'analyseur à des échelons de concentration en NO₂.....</i>	<i>26</i>
<i>Figure 15 – Courbe de validation en dioxyde d'azote de la chambre d'exposition de 36L..</i>	<i>26</i>
<i>Figure 16 – a/ Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1 dans le réacteur 6,5L. b/ Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1 selon protocole version 1 dans le réacteur 6,5L</i>	<i>35</i>
<i>Figure 17 – Dérive long terme au NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1.....</i>	<i>37</i>
<i>Figure 18 – Impact de la température et de l'humidité relative (sous [NO₂]=100ppb à 25°C/50%HR) du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1</i>	<i>37</i>
<i>Figure 19 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1</i>	<i>38</i>
<i>Figure 20 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ à la valeur pleine échelle (données récupérées sur le protocole version 1)</i>	<i>39</i>
<i>Figure 21 – Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ calculée selon protocole version 1 (à gauche) et version 2 (à droite)</i>	<i>39</i>

<i>Figure 22 – Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ (compensé en température et humidité) calculée selon protocole version 1 (à gauche) et version 2 (à droite)</i>	<i>40</i>
<i>Figure 23 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Aeroqual version 1</i>	<i>41</i>
<i>Figure 24 – Courbes de calibrage NO₂ du capteur Aeroqual calculées selon protocole version 2</i>	<i>42</i>
<i>Figure 25 – Courbe de calibrage NO₂ du capteur AQMesh calculée selon protocole version 2 – Répétabilité sur 3 tests</i>	<i>42</i>
<i>Figure 26 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Alphasense ; b. Courbe de calibrage NO₂ du capteur α-sense selon protocole version 2</i>	<i>43</i>
<i>Figure 27 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Libélium MICS2714 ; b. Courbe de calibrage NO₂ du capteur Libélium MICS2714 selon protocole version 2 (en bleu : cycle n°1, en rouge : cycle n°2)</i>	<i>44</i>
<i>Figure 28 – Répartition géographique des réponses à l'enquête AASQA 2016</i>	<i>44</i>

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

Ce rapport rend compte de l'évolution des réflexions menées sur les différentes étapes de la première version du protocole éditée en Mars 2016 [4] : la définition des types de capteurs entrant dans le périmètre de la caractérisation y est révisée, tout comme la liste des paramètres métrologiques de caractérisation. Des précisions ont été apportées quant à la configuration optimale de la chambre d'exposition nécessaire à cette démarche. La pertinence, ainsi que la robustesse du protocole proposé ont été testées par des essais de validation de capteurs de dioxyde d'azote (NO₂). Ce protocole pour l'évaluation métrologique de micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux réglementaires, évoluera et sera remis à jour régulièrement en fonction des remarques et propositions des utilisateurs. Les modalités d'évolution de ce document sont à définir collectivement. En attendant, toutes les remarques peuvent être adressées directement par email à Nathalie Redon (nathalie.redon@imt-lille-douai.fr), ou Sabine Crunaire (sabine.crunaire@imt-lille-douai.fr).

REMERCIEMENTS ET COLLABORATIONS

Merci à l'ensemble des AASQA qui ont participé à l'enquête préliminaire qui a permis d'affiner le protocole aux regards des pratiques en cours et des attentes des utilisateurs.

1. INTRODUCTION

L'objectif de ce travail est de faire évoluer le protocole, proposé dans sa première version en Mars 2016 [4] et qui permet d'évaluer la capacité de micro-capteurs de gaz « low cost » à mesurer la concentration des polluants gazeux réglementés de manière « indicative ». La démarche proposée ici est de réviser pas à pas le processus simplifié du rapport d'étude de 2016 en tenant compte des limites et/ou contraintes spécifiques au contexte de ce travail. Si dans sa version actuelle, le protocole reste destiné avant tout aux utilisateurs de micro-capteurs de gaz (AASQA, bureaux d'études, organismes de recherche, etc.), il pourra aider les constructeurs/distributeurs eux-mêmes à mieux qualifier leurs produits, mais également par la suite servir de base commune à la construction de référentiel de certification ou de vérification technique.

2. PERIMETRE DU PROTOCOLE

Ce protocole se restreint pour l'instant aux polluants gazeux réglementés, mais son adaptation à l'évaluation des micro-capteurs de particules sera envisagée lors de travaux complémentaires du LCSQA en 2017.

2.1 Définition d'un micro-capteur « low cost » de gaz

La définition des instruments entrant dans le cadre de cette étude a légèrement évolué par rapport à la version antérieure du protocole, notamment au niveau du critère de coût.

- « **Low cost** » : le prix du capteur doit être significativement inférieur aux outils d'analyse préconisés pour la méthode de référence pour chaque gaz ciblé. On peut estimer qu'un rapport **d'un cinquième** entre le prix d'achat d'un capteur et l'instrumentation équivalente nécessaire à la mise en œuvre de la méthode de référence est un ratio raisonnable pour être rentable (ce coût intégrant par ailleurs tous les maillons de la chaîne qui permettent d'aboutir *in fine* à une valeur de concentration exploitable par l'utilisateur).
- « **Micro** » : le poids, les dimensions, et l'encombrement des capteurs doivent être suffisamment modestes pour envisager la portabilité sans gêne de l'instrument par un individu. Les limites maximales proposées dans ce travail pourront être ajustées à terme en fonction des réflexions menées par la Commission Européenne de Normalisation :
 - poids maximal proposé : 2kg
 - volume maximal proposé : 30x30x30cm.

- « **de gaz** » : l'information délivrée par le capteur, considéré comme une boîte noire, doit être directement lisible, que ce soit via un afficheur positionné sur le boîtier du capteur ou via une interface logicielle fournie par le constructeur, sans autre forme de traitement de signal. La donnée délivrée est donc nécessairement une concentration en ppb, ppm, $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ou mg/m^3 . Les capteurs qui donneraient une réponse dans une quelconque autre unité qui serait à rattacher par ailleurs d'une étape propre de caractérisation/étalonnage sont, pour l'instant, écartés du périmètre de ce rapport.

2.2 Bibliographie/Données constructeurs

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

Attention, l'objectif visé par l'évaluation d'un capteur par le protocole peut être différent du cadre dans lequel il aura été qualifié par le fabricant ou l'utilisateur à l'origine de la publication des données. Par exemple, certains systèmes peuvent présenter d'excellentes performances à des concentrations proches de l'ambiante ($\mu\text{g}.\text{m}^{-3}$) alors que leur domaine d'application cible initialement des teneurs plutôt rencontrées en milieu industriel ou pour des mesures d'exposition du personnel ($\text{mg}.\text{m}^{-3}$).

2.3 Définition de la typologie de déploiement

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

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

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

3. PRE-REQUIS DU PROTOCOLE

3.1 Pré-requis pour la chambre d'exposition

3.1.1 Recommandations générales

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

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

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

Le protocole JRC propose l'utilisation d'une chambre d'exposition qui forme un anneau d'environ 1 m de diamètre intérieur constitué de tubes de verre de section de 20 cm. Cette chambre présente l'avantage de permettre un écoulement laminaire constant, grâce à des ventilateurs contrôlés en vitesse et la présence d'un nid d'abeille pour l'homogénéisation du flux [3].

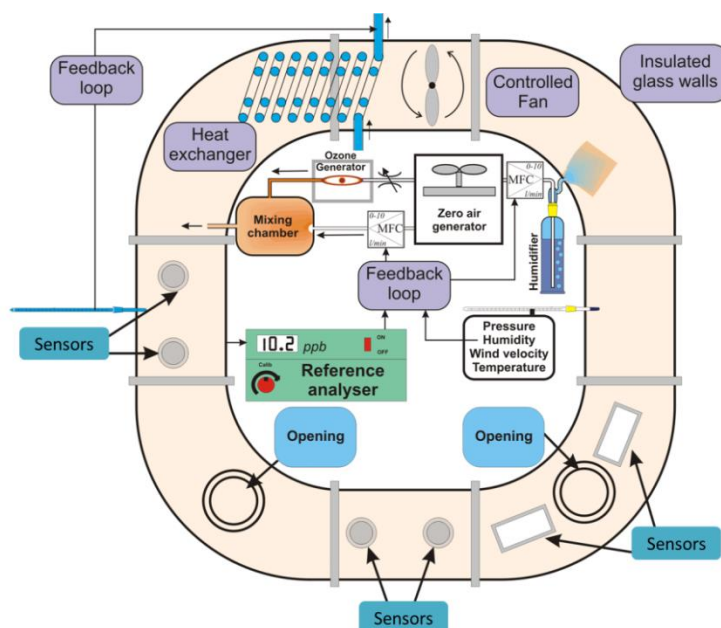


Figure 1- Chambre d'exposition du JRC [3]

Cette configuration particulière n'est cependant pas facilement accessible (coût de réalisation, encombrement) à la plupart des laboratoires et utilisateurs potentiels du protocole. D'autres configurations sont possibles et peuvent être proposées par les qualificateurs eux-mêmes sous réserve d'effectuer l'étape de pré-qualification des caractéristiques physiques de leur chambre d'exposition, comme présentée ci après.

Pour estimer si ces chambres sont adaptées ou non à la mise en œuvre du protocole, leur **pré-qualification est une étape préalable incontournable du protocole**. Cette validation permet de s'assurer que, lors de la mise en œuvre du capteur, les mesures ne subissent pas de biais dus à la chambre. En conséquence, la liste des paramètres qu'il est apparu essentiel d'évaluer sont :

- le **taux de renouvellement d'air** afin d'estimer les fuites ou la dilution par l'air extérieur. Ce taux de renouvellement doit être déterminé si possible dans toutes les configurations d'utilisation de la chambre d'exposition. Par exemple si la chambre d'exposition dispose d'un système d'homogénéisation par ventilateur, il doit être mesuré dans les deux situations : ventilation à l'arrêt et ventilation activée (voir exemple donné pour le cas de la chambre Climpaq). Le taux de renouvellement d'air peut être évalué par plusieurs méthodes :
 - en mode statique, par l'injection de CO₂ en fortes concentrations (plusieurs milliers de ppm) et par la mesure de son taux de décroissance. Le taux doit être le plus faible possible, la limite maximale étant fixée à 0,25 h⁻¹, ce qui correspond à une perte d'un quart de la concentration initiale en une heure de temps.
 - En mode dynamique, par le calcul de l'écart de débit entre l'amont et l'aval de la chambre d'exposition. Les pertes ne doivent pas dépasser 25% du débit amont.

- **La cartographie des vitesses de vent** en différents points de la chambre, afin de s'assurer que l'écoulement est homogène et qu'il n'existe pas de gradients de concentrations dans la chambre. Il faut que l'écart relatif entre les différents points de la chambre ne dépasse pas $\pm 5 \%$ autour de la consigne. On pourra éventuellement limiter l'usage de la chambre en plaçant les μ capteurs à caractériser dans la zone où l'homogénéité est la meilleure.
- **La stabilité des vitesses de vents** en un point de la chambre. Les variations de vitesse de vent risquent d'entraîner des gradients de concentrations dans le temps. Il faut donc que ces variations aient une valeur moyenne stable avec un écart relatif inférieur à $\pm 5 \%$.
- Le **temps de remplissage** de la chambre, autrement dit le temps qu'il faut à la chambre pour atteindre, pour un débit donné, 90% de la consigne de concentration en gaz ciblée. Ce temps doit être inférieur au temps de réponse des capteurs testés. Il est calculé à partir du taux de chargement τ dans la chambre (eq.1) et de la concentration de consigne souhaitée.

○ $\text{taux}_{\text{chargement}} = \tau = \frac{\text{Débit}_{\text{total}}}{\text{Volume}_{\text{chambre}}} \text{ (Équation 1)}$

○ $[\text{gaz}]_{\text{chambre}} = [\text{gaz}]_{\text{consigne}}(1 - e^{-\tau \cdot t}) \text{ (Équation 2)}$

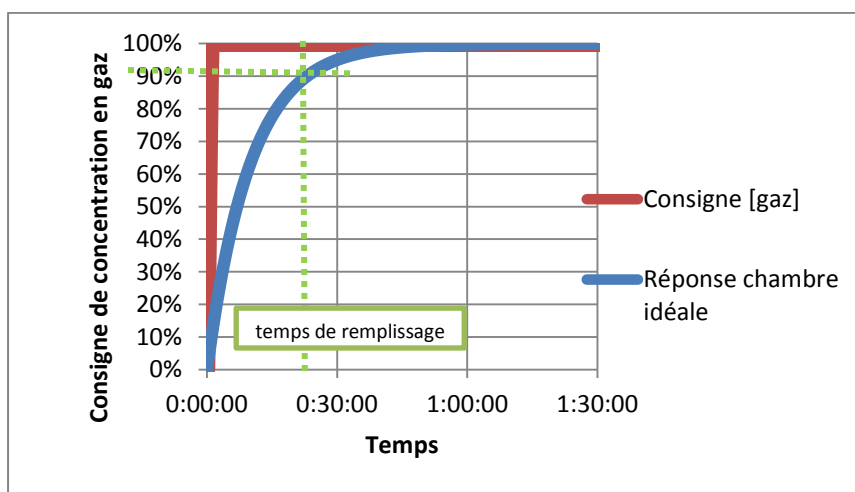


Figure 2- Calcul du temps de remplissage de la chambre d'exposition

Si $0,9[\text{gaz}]_{\text{consigne}} = [\text{gaz}]_{\text{consigne}}(1 - e^{-\tau \cdot t_{\text{rempl}}}) \rightarrow (1 - e^{-\tau \cdot t_{\text{rempl}}}) = 0,9$

Alors $e^{-\tau \cdot t_{\text{rempl}}} = 0,1 \rightarrow -\tau \cdot t_{\text{rempl}} = -2,3$ donc **$t_{\text{rempl}} \cong 2,5/\tau$**

Par sécurité, on considérera que le **temps de remplissage correspond à trois fois l'inverse du taux de chargement dynamique.**

Plus le volume de la chambre est grand, plus le taux de chargement τ est grand, et plus le temps de remplissage augmente dans les mêmes proportions.

- **Evaluation des pertes** aux parois ou par réactivité en phase gaz, par l'établissement de la courbe réelle donnant la concentration en gaz cible à la sortie en fonction de la concentration en gaz cible injectée en entrée, sans capteurs dans la chambre pour un débit fixé.
 - $[gaz]_{sortie} = f[gaz]_{entrée}$ sans capteurs pour un débit fixé.
 - la quantité adsorbée est évaluée par l'écart entre la courbe théorique du temps de remplissage en mode dynamique, et la courbe réelle.
 - Si cette courbe a pu être établie, on remplacera alors le temps de remplissage théorique calculé précédemment par le temps réel nécessaire pour atteindre 90% de la concentration de consigne.

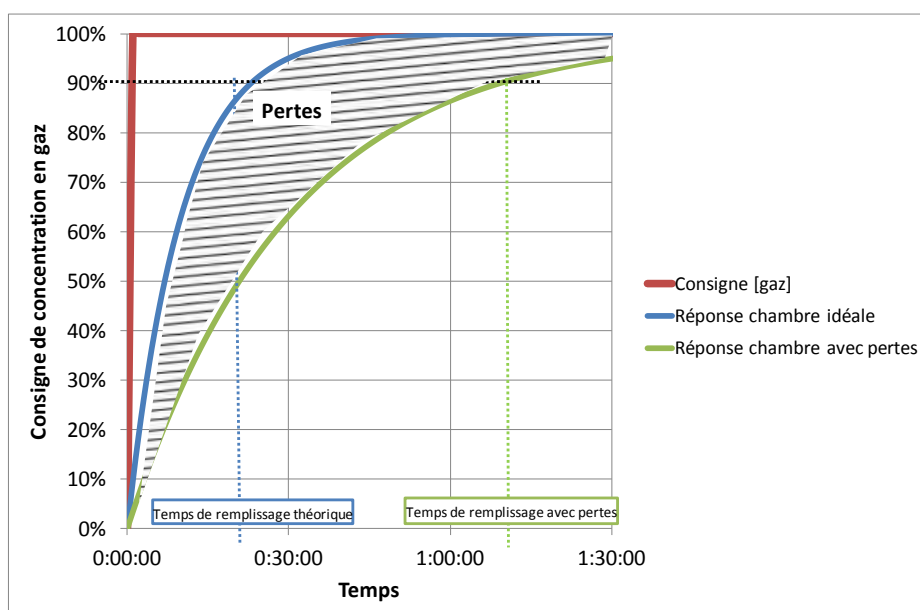


Figure 3- Illustration de l'impact des pertes sur le temps de remplissage de la chambre d'exposition

3.1.2 Application à différentes structures de chambres d'exposition

Afin d'étudier l'impact de la structure de la chambre d'exposition sur la qualité de mise en œuvre du protocole, quatre types de chambres de diverses formes et représentatives de différentes échelles ont ainsi été testées :

- un réacteur cylindrique en Pyrex de faible volume (1L) à ouverture frontale
- un réacteur cylindrique en Pyrex de volume médian (6,5L) à ouverture centrale
- une chambre d'essai d'émission cylindrique en Pyrex de grand volume (36L) à ouverture frontale
- une chambre cubique en verre de grand volume (51L) à ouverture sur le dessus



Figure 4- Les différentes typologies de chambres d'exposition testées durant le protocole : a- réacteur 1L, b- réacteur 6,5L, c- chambre d'exposition 36L, d- chambre Climpaq 51L

a. Cas du réacteur faible volume 1L

Le réacteur cylindrique en verre a été choisi pour son volume faible de 1L, ce qui permet un temps de renouvellement d'air nettement plus rapide que pour des réacteurs de plus grands volumes à débit constant, et **évite les pertes aux parois** par réactivité (temps de séjour réduit) pour les espèces oxydantes, notamment O_3 et NO_2 .

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

Le **taux de chargement en mode dynamique** est calculé à l'aide de l'équation 1, avec un volume de 1L et un débit maximal de 20L/min. On obtient alors une valeur de $1/\tau$ inférieure à 3s soit un temps de remplissage d'environ 10s. La Figure 5 présente un bilan de l'inverse des taux de renouvellement en mode dynamique en fonction des différents volumes de chambre étudiés dans ce travail et pour différents débits.

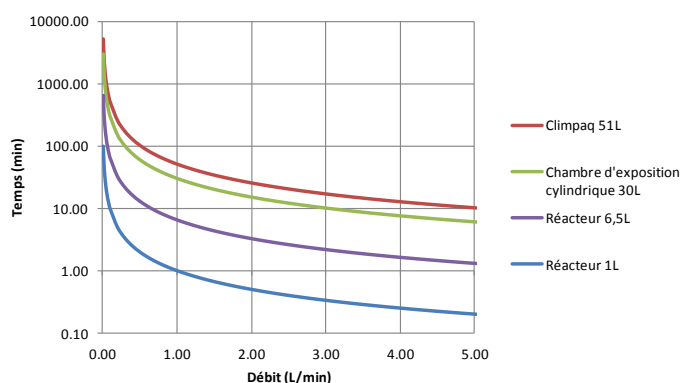


Figure 5 – Calcul de l'inverse du taux de chargement $1/\tau$ en fonction des différentes chambres testées et du débit total de mélange gazeux injecté

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

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

b. Cas du réacteur moyen volume 6,5L

Ce réacteur cylindrique s'ouvre par le centre, ce qui permet l'introduction de micro-capteurs d'encombrement plus conséquent que dans le cas du réacteur de 1L. Son volume réduit autorise un temps de renouvellement d'air rapide, et sa structure en Pyrex permet également d'**éviter les pertes aux parois** par réactivité (temps de séjour réduit) pour les espèces oxydantes, notamment O₃ et NO₂. Cependant le système d'ouverture centrale engendre des problèmes de fuite et on observe près de 25% de pertes entre l'entrée et la sortie du système, comme le montre le tableau :

Tableau 1 – Erreur relative associée aux écarts de débits entrée/sortie du réacteur de 6,5L

Débit en entrée (mL/min)	Débit en sortie (mL/min)	Erreur relative
1189,5	881,1	26%
2296,9	1748,3	24%
3042,4	2563,3	16%
4523,9	3362,6	26%
5058,2	3771,5	25%

Le **taux de renouvellement** d'air naturel en statique n'a pas été évalué pour cette morphologie de chambre.

L'**homogénéité des profils de vitesse de vent** de cette chambre n'a pas été vérifié, mais comme aucun ventilateur n'assure le brassage des polluants, il est probable que des gradients de concentrations se créent entre le point d'entrée des gaz et leur point de sortie ; ce phénomène risque d'être d'autant plus accentué que les fuites relevées précédemment sont importantes.

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre pourraient convenir aux exigences du protocole ciblé ici, mais l'absence de ventilation et les fuites risquent d'engendrer des incertitudes fortes dans la cartographie des concentrations dans la chambre.

c. Cas de la chambre d'essai cylindrique 36L

Cette chambre, réalisée intégralement en verre, de forme cylindrique, présente un volume de 36L, une longueur de 60cm pour un diamètre de 25cm. Elle s'ouvre totalement en façade et permet donc l'introduction de capteurs de taille et de forme variée. Elle présente également plusieurs points de piquage pour l'introduction de sondes de température/humidité par exemple, ou encore pour l'échantillonnage de gaz.

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

Le **temps de chargement** est calculé à l'aide de l'équation 1, avec un volume de 36L et un débit maximal de 20L/min. On obtient alors une valeur inférieure à 2min.

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

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

d. Cas de la Chambre Climpaq

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

Le **taux de renouvellement** d'air naturel de la chambre a été mesuré pour une injection instantanée de 12000ppm de CO_2 . Sans ventilation, le taux de renouvellement d'air mesuré est $\tau < 0,006\text{ h}^{-1}$, autrement dit, la chambre est très hermétique. Lorsqu'on active la ventilation, on constate à nouveau très peu de fuites puisque τ ne dépasse pas la valeur de $0,015\text{ h}^{-1}$.

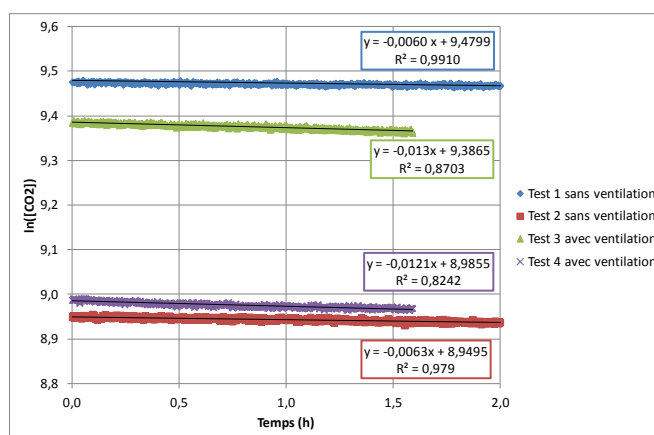


Figure 6 – Mesures du taux de renouvellement d'air de la chambre Climpaq pour deux injections de 12000ppm de CO_2 sans et avec ventilation

Le **temps de remplissage** est calculé à l'aide des équations 1 et 2, avec un volume de 51L et un débit maximal de 20L/min. On obtient alors une valeur inférieure à 5 min. Si les temps de réponse des capteurs sont inférieurs à cette valeur, ils ne seront pas mesurables dans ces conditions. Pour éviter ce type de problème, il faudrait passer à une chambre d'exposition de volume plus faible ou pouvoir augmenter encore le débit, au risque d'augmenter également les vitesses de vent associées.

La **stabilité des vitesses de vent** au centre de la chambre a été testée pour trois positions du panneau de contrôle - Figure 7.

- Ouverture max : $v = 0,15$ à $0,45\text{m/s}$: on constate une inhomogénéité en fonction de la hauteur (bas centre haut), et de la position (gauche milieu droit).
- Ouverture à moitié : $v = 0,15$ à $0,4\text{m/s}$: on constate également une inhomogénéité en fonction de la hauteur (bas centre haut), et de la position (gauche milieu droit).
- Fermeture : $v = 0,1$ à $0,25\text{m/s}$: la répartition est bien plus homogène, c'est donc dans cette configuration qu'est testé le protocole.

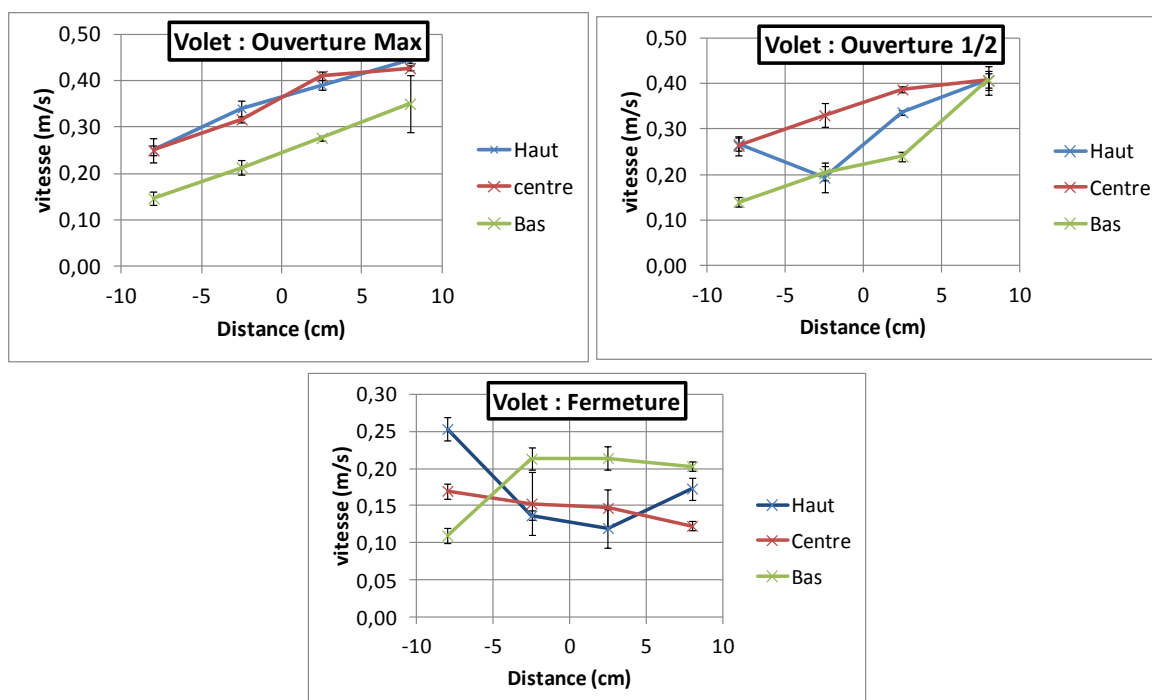


Figure 7 – Profil des vitesses de vent au centre de la chambre en fonction de la position du volet

Bilan : les caractéristiques métrologiques de ce type de chambre ne conviennent donc pas aux exigences du protocole ciblé ici, essentiellement en raison d'un temps de remplissage beaucoup trop long au regard des temps de réponse des micro-capteurs de gaz. Par ailleurs, étant donné la surface très importante d'interaction aux gaz qu'offrent les parois, la neutralité à l'exposition au gaz risque d'être compromise, comme on le verra dans le §3.4.

3.2 Pré-requis pour les paramètres environnementaux (T, HR)

Afin de **contrôler les paramètres environnementaux**, dont la **température** durant les essais, la chambre d'exposition, quel que soit son type, est placée dans une enceinte climatique. Dans notre cas, nous avons utilisé deux enceintes climatiques de volume 100L ou 500L de type Vötsch et capables de réguler la température de -40°C à +200°C.

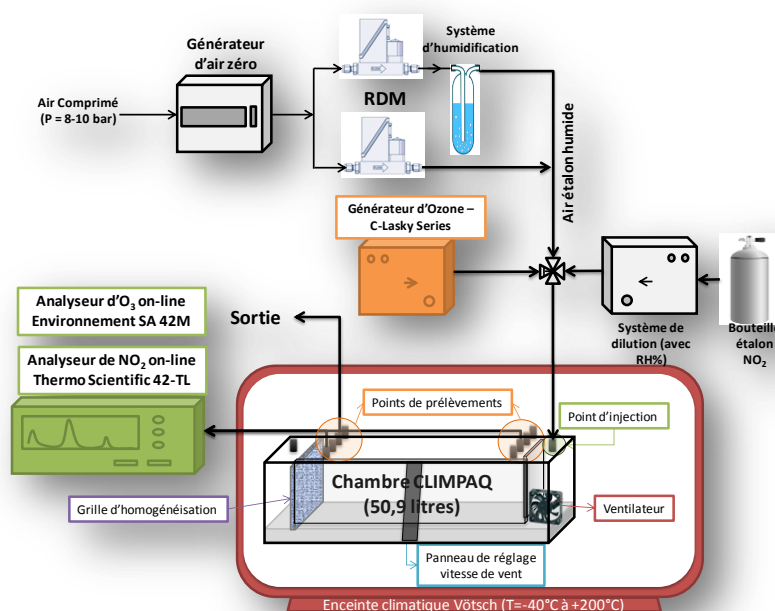


Figure 8 - Système complet de contrôle des paramètres environnementaux de la chambre d'exposition, de génération des gaz et de comparaison à une référence.

Le système présenté sur la Figure 8 montre comment est réalisée la **dilution du gaz**, ainsi que le **contrôle du taux d'humidité relative** dans la chambre. Le flux issu d'un générateur d'air zéro est splitté en deux voies, l'une dite voie « air sec », l'autre passant par un bulleur qui charge l'air à 100% d'humidité relative est dite voie « air humide ». Le taux d'humidité relative globale dans la chambre d'exposition correspond donc au ratio suivant :

$$\%HR = \frac{\text{Débit}_{\text{Air humide}}}{\text{Débit}_{\text{Total}}} * 100$$

$$\text{avec } \text{Débit}_{\text{Total}} = \text{Débit}_{\text{Air sec}} + \text{Débit}_{\text{Air humide}} + \text{Débit}_{\text{gaz}}$$

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

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

3.3 Pré-requis pour la génération des gaz

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

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

Dans le cadre de cette étude, des tests de qualification de capteurs de gaz sensible à l'**ozone** et au **dioxyde d'azote** ont été menés. Ce choix est justifié par le fait qu'il s'agit de gaz réglementés faciles à générer.

i. Cas de la génération de l'ozone

Comme pour les chambres, le choix du générateur doit être guidé par des critères de qualité au regard de l'application ciblée. Pour la campagne 2016, nous avons utilisé un générateur de type ANSYCO - KT-O3M. Ce générateur est largement utilisé par les AASQA pour le réglage de leurs analyseurs d'ozone. Il respecte le critère de la norme NF EN 14625 sur l'écart-type au point de réglage de la chaîne nationale d'étalonnage. Il sert pour des tests à plus faibles concentrations en ozone, typiquement de 0 à 200ppb – Figure 9 :



Figure 9 – Générateurs d'ozone ANSYCO - KT-O3M

ii. Cas de la génération de dioxyde d'azote

La génération de NO₂ a été assurée par une bouteille étalonnée et certifiée par le LNE, de concentration initiale 100ppm et diluée par le système décrit sur la Figure 8.

3.4 Pré-requis sur les mesures de référence

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

- La méthode de référence pour la mesure du dioxyde d'azote et les oxydes d'azote est décrite dans la norme EN14211: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et monoxyde d'azote par chimiluminescence - Qualité de l'air ambiant.
- La méthode de référence pour la mesure de l'ozone est décrite dans la norme EN 14625: 2013 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en ozone par photométrie U.V - Qualité de l'air ambiant.
- La méthode de référence pour la mesure du benzène est décrite dans les normes EN 14662, parties 1, 2 (2005) et 3 (2015) - Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène.
- La méthode de référence pour la mesure du monoxyde de carbone est décrite dans EN 14626: 2012 - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en monoxyde de carbone par spectroscopie à rayonnement infrarouge non dispersif - Qualité de l'air ambiant.

i. Cas de la mesure de l'ozone

Pour cette étude, nous avons utilisé un analyseur automatique d'ozone en ligne de type O342M de chez Environnement SA. Cet instrument s'appuie sur une technologie par absorption UV et permet des mesures de l'ozone (O_3) à faible teneur de 0,4 ppb à 10 ppm. Il est en conformité avec la norme EN 14625 - Figure 10.



Figure 10 – Analyseur d'ozone O342M – Environnement SA

ii. Cas de la mesure du dioxyde d'azote

Pour cette étude, nous avons utilisé un analyseur automatique d'oxydes d'azote ($NO/NO_2/NO_x$) en ligne de type 42i-TL de chez Thermo Fisher Scientific. Cet instrument s'appuie sur une technologie par chimiluminescence et permet des mesures de NO_2 à très faible teneur de 0,05 ppb à 200 ppb. Même si cet équipement n'est pas approuvé par type TUV, notre laboratoire s'est assuré qu'il est bien en conformité avec la norme EN 14211 au même titre qu'un 42i standard - Figure 11.



Figure 11 – Analyseur d'oxydes d'azote 42i-TL – Thermo Fisher Scientific

3.5 Validation des pré-requis sur O₃ et NO₂ :

Avant de procéder à la mise en œuvre du protocole sur les micro-capteurs, il faut procéder à une validation des pré-requis, dans des conditions de température et d'humidité relative standards, i.e. 25°C et 50%HR. Cette validation comporte plusieurs points :

- Estimation du temps de remplissage réel du couple (analyseur/chambre d'exposition) à un échelon de concentration du générateur
- Vérification de la corrélation entre les concentrations générées en gaz et la valeur « vraie » mesurée en sortie par l'analyseur de référence en mode by-pass
- Vérification de la corrélation entre les concentrations générées en gaz et la valeur vraie mesurée en sortie par l'analyseur de référence en passant par la chambre d'exposition sous test, en l'absence de capteurs. Ceci correspond à l'évaluation des pertes dans la chambre (cf. §3.1.1)

i. Cas de l'ozone

- Validation en by-pass :

La Figure 12 présente tout d'abord les mesures obtenues directement en sortie du générateur ANSYCO - KT-O3M (mode « by-pass »), sans passer par les chambres d'exposition. On note que la valeur vraie de la concentration en ozone (générateur vérifiée et raccordé) correspond à 0,885 de la concentration générée. L'erreur de gain provient de l'analyseur et non du générateur. L'analyseur a donc été réétalonné avec correction, appliquée par la suite aux consignes de concentration en ozone générée dans les chambres d'exposition.

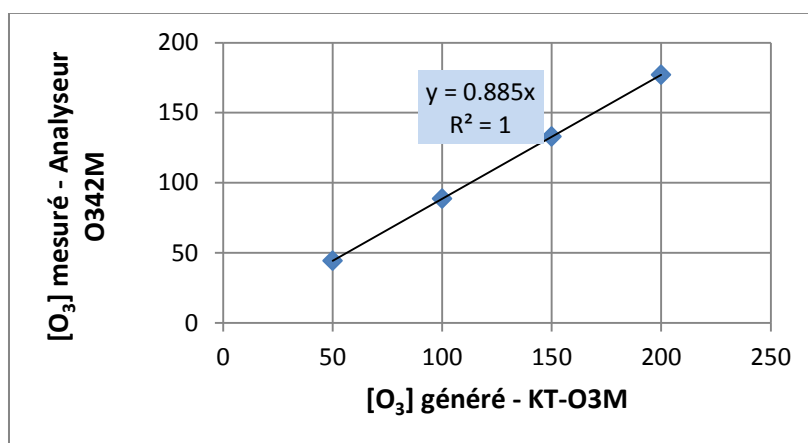


Figure 12 – Courbe de validation du générateur d'ozone ANSYCO - KT-O3M par l'analyseur de référence O342M

- Validation via les chambres d'exposition :

De la même façon, avant de procéder aux essais directs, nous devons tester la corrélation entre les concentrations générées en ozone (consignes corrigées) et la valeur mesurée en sortie des différentes chambres d'exposition possibles, par l'analyseur de référence.

La Figure 13 présente la courbe de validation entrée/sortie obtenue, sans capteurs, à une température de 25°C, une humidité relative de 50%, une vitesse de vent de 0,15m/s et un débit total de 20L/min pour le réacteur de 1L et la chambre Climpaq. La durée de passivation est de 6h.

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

Le réacteur de 6,5L présente de fortes pertes en ozone à l'injection, de l'ordre de 50%. Bien que cette chambre soit en Pyrex, ses parois n'ont pas été nettoyées préalablement à l'exposition à l'ozone, provoquant ainsi de la réactivité en surface qui peut expliquer une partie de ces pertes. Par ailleurs, de possibles fuites au niveau de la zone de fermeture centrale sont possiblement à l'origine de ces difficultés. La forte réactivité de l'ozone a également certainement impacté les performances.

La chambre d'exposition de 36L de par son volume élevé et la forte réactivité de l'ozone, induit des temps de réponse à un échelon de concentration en ozone de plusieurs heures. Elle ne convient donc pas non plus à des qualifications de capteurs pour ce gaz.

Comparée à la mesure en by-pass, la chambre Climpaq se comporte également comme un puits d'ozone, avec près de 70% de pertes sur l'ensemble des concentrations testées. Comme pour la chambre d'exposition de 36L, ces pertes sont probablement dues au caractère particulièrement réactif de l'ozone et à la présence de grilles métalliques et de joints en silicone qui facilitent les réactions d'oxydation à l'ozone. C'est pourquoi elle n'a finalement pas été retenue pour la suite de l'étude. Ceci était de toute façon pressenti dans le bilan initial, de par son grand volume conduisant à des temps de remplissage beaucoup trop lents pour permettre d'accéder au temps de réponse des capteurs.

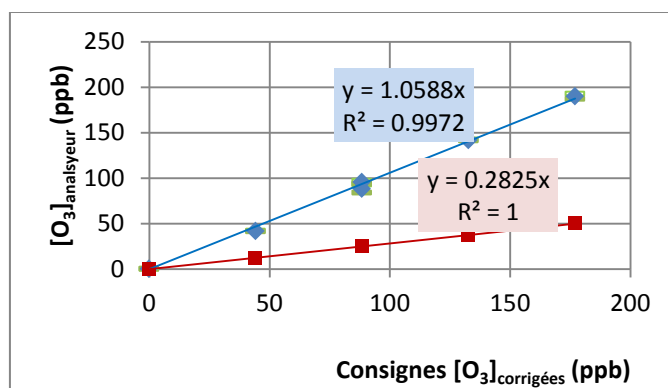


Figure 13 – Courbe de validation en ozone de la chambre Climpaq (courbe rouge) et du réacteur 1L (bleu)

ii. Cas du dioxyde d'azote

- Validation en by-pass :

La Figure 14-a présente tout d'abord les mesures obtenues directement en sortie du système de dilution et mesurer par l'analyseur 42i-TL de chez Thermo Fisher Scientific (mode « by-pass »), sans passer par les chambres d'exposition. On note que la valeur vraie de la concentration en dioxyde d'azote correspond à 1.0185 de la concentration

générée. Cette correction sera donc appliquée par la suite aux consignes de concentration en dioxyde générées dans les chambres d'exposition.

La Figure 14-b présente également le temps de réponse de l'analyseur à différents échelons de concentration en dioxyde d'azote. On note que pour les plus faibles concentrations ce temps de réponse peut s'allonger et être supérieur à 10 minutes, ce qui peut poser problème si les capteurs à caractériser répondent plus rapidement.

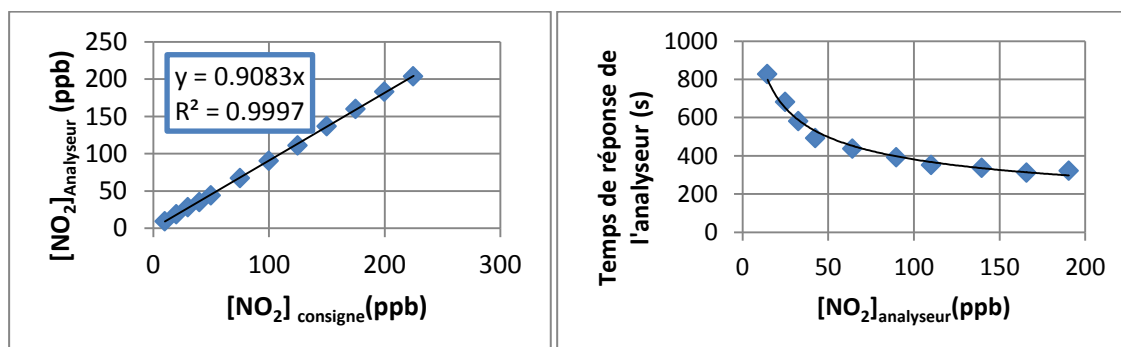


Figure 14 – a. Courbe de validation de la dilution de NO₂ par l'analyseur de référence 42i-TL b. Temps de réponse de l'analyseur à des échelons de concentration en NO₂

- Validation via les chambres d'exposition :

De la même façon que pour l'ozone, avant de procéder aux essais directs, nous devons tester la corrélation entre les concentrations générées en dioxyde d'azote (consignes corrigées) et la valeur mesurée en sortie des différentes chambres d'exposition possibles, par l'analyseur de référence.

Seuls les réacteurs de 6,5L et la chambre d'exposition de 36L ont été testés. Comme déjà indiqué plus haut, le réacteur de 6,5L a été rapidement écarté en raison de problème de fuites liées à son ouverture centrale. La Figure 15 présente les résultats obtenus

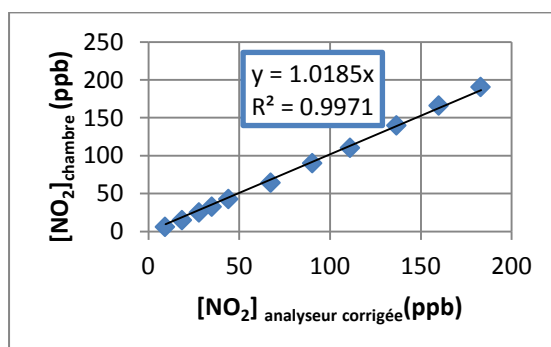


Figure 15 – Courbe de validation en dioxyde d'azote de la chambre d'exposition de 36L.

4. OBJECTIFS DE QUALITE DE DONNEES ET PARAMETRES METROLOGIQUES

L'objectif du protocole est de répondre aux exigences de la Directive européenne concernant la qualité de l'air [1] en matière de mesures indicatives. Il est donc nécessaire d'établir la liste des paramètres métrologiques des capteurs qui doivent être absolument caractérisés dans ce contexte, et ceux qui peuvent être écartés du périmètre. Même lorsque les critères de la Directive vis-à-vis de la définition des mesures indicatives ne peuvent être respectés, l'application du protocole est toujours d'intérêt puisque la méthode proposée ici produit une estimation complète en laboratoire des performances des capteurs. La partie essais terrain est pour l'instant toujours exclue du périmètre du présent protocole et pourra faire l'objet d'un volet complémentaire lorsqu'un retour d'expériences significatif pourra être obtenu.

4.1 Objectifs de Qualité de Données (OQD):

Pour établir la liste de paramètres métrologiques à évaluer, il faut tenir compte des valeurs limites ou valeurs cibles définies par la Directive européenne [1] : les seuils d'alerte et d'information, les niveaux critiques pour la protection de la végétation, les seuils de validité supérieur et inférieur. Ces niveaux sont répertoriés dans le tableau ci-après :

Tableau 2 – Valeurs cibles de la Directive européenne concernant la qualité de l'air ambiant

Polluant	Périodicité moyenne	Valeur limite ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Seuil d'information ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Seuil d'alerte ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Niveau critique pour la végétation ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Seuil d'évaluation inférieur ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Seuil d'évaluation supérieur ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
O ₃	8h	120	180 (1h)	240 (1h)			
NO ₂	1h	200		400	30 (NO _x)	100	140
	1an	40				32	26
CO	8H	10000				7	5
SO ₂	1h	350		500	20		
	1 jour	125				50	75
Benzène	1 an	5				3,5	2

Au regard de ces informations, la définition des Objectifs de Qualité de Données (OQD) du protocole, sont guidée par la directive européenne sur la qualité de l'air, et sont en accord avec les travaux en cours dans le WG42 du Comité Européen de Normalisation. Le Tableau 3 présente les incertitudes attendues par type de gaz (*NB : les particules ne sont pas abordées dans ces travaux*).

Tableau 3 – Objectifs de Qualité de Données définis par le WG42 du CEN

Polluant	Méthode de « mesure »			
	<i>Fixe (référence)</i>	Indicative	<i>Modélisation</i>	Estimation objective
SO ₂ , NO ₂ /NO _x , CO	± 15 %	± 25 %	± 50 %	± 75 %
Benzène	± 25 %	± 30 %	± 50 %	± 100 %
O ₃	± 15 %	± 30 %	± 50 %	± 100 %
À utiliser quand les concentrations en polluant sont				
	> SES	SEI ≤ [] ≤ SES	< SEI	< SEI

On entend par :

- **SES**, le Seuil d’Evaluation Supérieur et par **SEI**, le Seuil d’Evaluation Inférieur
- **Méthode indicative** : mesure qui respecte des OQD moins stricts que ceux qui sont requis pour les mesures fixes.
- **Estimation objective** : toute méthode formalisée permettant d’obtenir l’ordre de grandeur en polluant en un point donné ou sur une aire géographique sans nécessairement recourir à des outils mathématiques complexes ou aux équations de la physique.

Dans le cas où ce protocole aboutirait à un outil de vérification technique, les micro-capteurs testés pourront donc être classés en deux catégories selon leurs performances : soit en tant que méthode « indicative » de mesure, soit en tant qu’outils « d’estimation objective ».

4.2 Définition des paramètres métrologiques du protocole

Les conditions standards de qualification des micro-capteurs appliquées à la chambre d’exposition, sont fixées à une température de 25°C, une humidité relative de 50%. Le contrôle de la vitesse de vent de 0,15m/s, initialement prévu dans la version 1 du protocole, a été exclu des conditions standards au profit d’une homogénéisation des concentrations dans la chambre d’exposition.

Les variations de pression, les effets de fluctuations sur l’alimentation des capteurs, de perturbations électromagnétiques, et les phénomènes d’hystérésis, c’est-à-dire des réponses dépendantes du sens d’évolution des concentrations en gaz, ne sont pour l’instant pas traités. Si impact de ces grandeurs il y a, l’incertitude générée doit rester dans le cadre des exigences citées au tableau 3.

La mise en œuvre de capteurs sur le terrain peut drastiquement modifier leur réponse. Afin de prévoir au mieux cette modification de comportement, nous proposons **d’attacher une grande importance au choix de la liste des interférents** auxquels seront soumis les capteurs sous tests.

Le tableau des paramètres métrologiques a été modifié par rapport à la première version du protocole. Les modifications générales sont rapportées ci-après, tandis que les modifications propres à chaque étape sont décrites dans les paragraphes correspondants :

- Elimination de la contrainte sur la vitesse de vent au profit d'une homogénéisation des concentrations dans la chambre d'exposition, dont l'effet peut-être évalué via la courbe d'étalonnage (voir § résultats)
- Ordre des étapes : la qualification du temps de réponse précède désormais l'établissement de la courbe d'étalonnage ; en effet, l'information sur le temps de montée est un préalable indispensable à l'étalonnage.

4.2.1 Temps de réponse

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

On tiendra compte de trois étapes successives :

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

Modifications apportées au protocole version 2 :

- Les bornes pour l'estimation du temps de montée sont désormais prises entre 0 et 90% de la valeur pleine échelle au lieu de 0 à 80%
- Les bornes pour l'estimation du temps de recouvrement sont désormais prises entre 100% et 10% de la valeur pleine échelle.

4.2.2 Courbe de calibrage

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

Modifications apportées au protocole version 2 :

- La courbe de calibrage est maintenant établie en un seul passage de 0 à la valeur pleine échelle, sous réserve d'avoir une résolution temporelle suffisamment fine pour exploiter l'ensemble de concentrations intermédiaires, ce qui est généralement le cas pour les micro-capteurs de gaz comme pour les analyseurs automatiques de référence.
- Il a été démontré que l'évaluation de l'incertitude de mesure n'est pas détériorée par rapport à une évaluation en 3 points de concentrations (moins de 3,5% d'écart) et cette modification réduit fortement le nombre de manipulations à effectuer.

i. Sensibilité

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

ii. Limite de détection

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

iii. Limite de quantification

La limite de quantification correspond à la plus petite valeur du mesurande quantifiable par le système de mesure. Sa valeur est établie lorsqu'on dépasse dix fois le niveau de bruit.

4.2.3 Erreur de mesure

Modifications apportées au protocole version 2 :

L'étape 3, initialement dénommée « Stabilité », a été renommée en « Erreur de mesure » pour éviter la confusion avec l'étape 4 qui concerne la dérive.

i. Répétabilité

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

Modifications apportées au protocole version 2 :

La répétabilité est établie en répétant 3 fois la mesure de la courbe de calibrage.

ii. Reproductibilité

Modifications apportées au protocole version 2 :

La reproductibilité est établie en effectuant le calibrage de 3 capteurs de même référence. Par sécurité, il est conseillé d'évaluer préalablement la répétabilité sur chacun des 3 capteurs.

Par la suite, il pourrait s'avérer pertinent d'évaluer la reproductibilité, en suivant les recommandations données dans les normes ISO 5725-1: 1994 et ISO 5725-2: 1994, notamment si on complète ce protocole par un volet de qualification « terrain ».

4.2.4 Dérive

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

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

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

Modifications apportées au protocole version 2 :

A ce stade des études, cette étape n'a pas été modifiée. Il est cependant envisagé de la simplifier pour ne conserver que la dérive de base, c'est-à-dire à concentration nulle, et la dérive à un seul pourcentage de la valeur pleine échelle (50 ou 80% à déterminer).

4.2.5 Facteurs d'influence

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

- **Température** : le capteur pouvant être destiné à une utilisation extérieure, il est important qu'il fonctionne aussi bien par temps de gel que par temps de canicule, il est donc proposé d'étudier l'impact d'écarts de température allant de -10°C à +40°C.
- **Humidité** : de la même façon, les essais doivent tenir compte d'une grande variabilité des conditions d'humidité relative. Le protocole prévoit donc des tests à trois niveaux d'humidité relative : 20%, 50% et 80%.
 - Modifications apportées au protocole version 2 : pour clarifier l'impact des paramètres température **et** humidité relative, il a été ajouté l'estimation calculée de l'influence de l'humidité absolue, beaucoup plus représentative et dont la correction sera plus simple à appliquer lors d'utilisation du micro-capteur qualifié sur le terrain, sous réserve que ces deux paramètres aient été mesurés simultanément aux concentrations en gaz.
- **Vitesse de vent** : la plupart des micro-capteurs se présentant dans des boîtiers de protection, ils sont soumis à des variations moins brutales de vitesse de vent.
 - Modifications apportées au protocole version 2 : effectuer des essais à la valeur moyenne annuelle susceptible d'être rencontrée lors de l'usage prévu sur le terrain.
- **Gaz interférents** : la liste est à préciser en fonction de la typologie d'utilisation des micro-capteurs sous tests. La sélectivité d'un système de mesure, doit permettre d'établir si les valeurs de la grandeur mesurée sont bien indépendantes de tout autre mesurande intervenant simultanément à la mesure. En pollution de l'air, les quantités mesurées impliquent souvent différents composés organiques volatils, gaz inorganiques ou particules, et la sélectivité d'un système de mesure est habituellement obtenue en fixant des intervalles de concentrations bien déterminés pour chaque interférent potentiel.
- Sensibilité aux **ondes électromagnétiques** (à l'exclusion du rayonnement lumineux) : ce paramètre ne sera à prendre en compte que si l'environnement d'utilisation directe du micro-capteur sous test est proche de fortes sources de rayonnement électromagnétique (en extérieur, présence d'antennes de transmission des télécommunications par exemple, ou encore de câbles de transport électrique à très haute tension).
- Sensibilité au **rayonnement lumineux** : ce paramètre n'est à prendre en compte que si le principe physique du capteur est basé sur de la détection optique ou si la technologie utilisé est connue pour être photosensible.
- Sensibilité aux **vibrations acoustiques** : ce paramètre n'est à prendre en compte que si le principe physique même du capteur peut-être affecté.

	Paramètre métrologique		Température	Humidité Relative	Commentaires	
1	Temps de réponse	Temps de mise en route	25°C	50%	Temps de stabilisation sous air zéro à la mise sous tension	
		Temps de montée			de 0 à 90% de la valeur finale pleine échelle	
		Temps de recouvrement			de 100% de la valeur pleine échelle à 10% de la valeur pleine échelle	
2	Courbe de calibrage	Offset			Etablie en un seul passage de 0 à la valeur pleine échelle ou la valeur maximale d'usage souhaitée.	
		Gain				
		Sensibilité				
		Limites de détection et de quantification				
3	Erreur de mesure	Répétabilité			Etablie en répétant 3 fois l'étape 2 sur un même capteur	
		Reproductibilité				Etablie sur 3 capteurs (différents) selon le processus de l'étape 2
4	Dérive	Court terme			Evolution de la réponse à 3 niveaux de concentration (0-50%-80% de la valeur pleine échelle) après une semaine d'utilisation « normale »	
		Moyen terme				Evolution de la réponse à 3 niveaux de concentration après un mois d'utilisation « normale »
		Long terme				Evolution de la réponse à 3 niveaux de concentration après 6 mois d'utilisation « normale »
5	Grandeurs d'influence	Température	de -10°C à 40°C	20% - 50% - 80%	A 0 et 50% de la valeur pleine échelle Calculer l'influence de l'humidité absolue	
		Humidité relative	25°C			50%
		Vitesse de vent		Vitesse de vent = valeur maximale in situ, à une concentration de 50% de la valeur pleine échelle		
				Interférents		

Tableau 4 – Récapitulatif de la liste des paramètres métrologiques à tester dans le protocole version 2

5. APPLICATIONS DU PROTOCOLE A DES CAPTEURS D'OZONE ET DE DIOXYDE D'AZOTE

Le protocole d'évaluation des paramètres métrologiques proposé dans ce document a été testé pour la qualification de capteurs de dioxyde d'azote et d'ozone, sélectionnés parmi les solutions commerciales les plus couramment utilisées ou identifiées dans les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air.

5.1 Cas du dioxyde d'azote

Dans le cas de cette étude, cinq micro-capteurs issus de cinq fabricants différents ont été sélectionnés sur la base de l'enquête menée auprès des AASQA (§5.2) et qualifiés à l'aide du protocole version 1 et version 2. La documentation, lorsqu'elle existe, est donnée en annexe de ce rapport.

- Aeroqual Séries 500 équipé de la tête de mesure ENW / ENW2 – Annexe 1 :
 - Technologie : cellule sensible électrochimique, circulation d'air assurée par un micro-ventilateur.
- Cairpol Cairsens O₃/NO₂ version 1 (basique) et version 2 (incluant un filtre sélectif à NO₂) – Annexe 2 :
 - Technologie : cellule sensible électrochimique, circulation d'air assurée par un micro-ventilateur.
- AQMesh – Annexe 3 :
 - Technologie : cellule sensible électrochimique, diffusion passive
- Alphasense NO2-B43F – Annexe 4 :
 - Technologie : cellule sensible électrochimique, diffusion passive
- Libelium équipé de la « Gas sensor board » avec capteur de NO₂ MICS 2714 – Annexe 5 :
 - Technologie : capteurs à oxyde métallique, diffusion passive

Les micro-capteurs de chez Cairpol, Aeroqual et AQMesh entrent parfaitement dans le périmètre défini par le protocole (voir descriptif technique en annexe). En revanche l'Alphasense comme le Libélium sont hors périmètre car ces deux systèmes fournissent une réponse en tension, et non en concentration. Toutefois, ils ont été inclus dans l'étude puisque le protocole prévoit un calibrage. L'objectif est d'étudier la possibilité d'inclure ce type de systèmes au périmètre du protocole dans la mesure où une donnée en concentration peut-être fournie via la courbe de calibrage.

Les capteurs ont été caractérisés pour des niveaux de concentrations en dioxyde d'azote habituellement rencontrés en air ambiant extérieur, c'est-à-dire de 0 à 250ppb.



5.1.1 Résultats Caisens O_3/NO_2

i. Essais en réacteur 6,5L – protocole version 1

Le micro-captur Cairsens version 1 a été tout d'abord testé en suivant les directives initialement fixées dans la version 1 du protocole et dans le réacteur de 6,5L. Les résultats de la courbe de calibrage sont présentés sur la Figure 16.

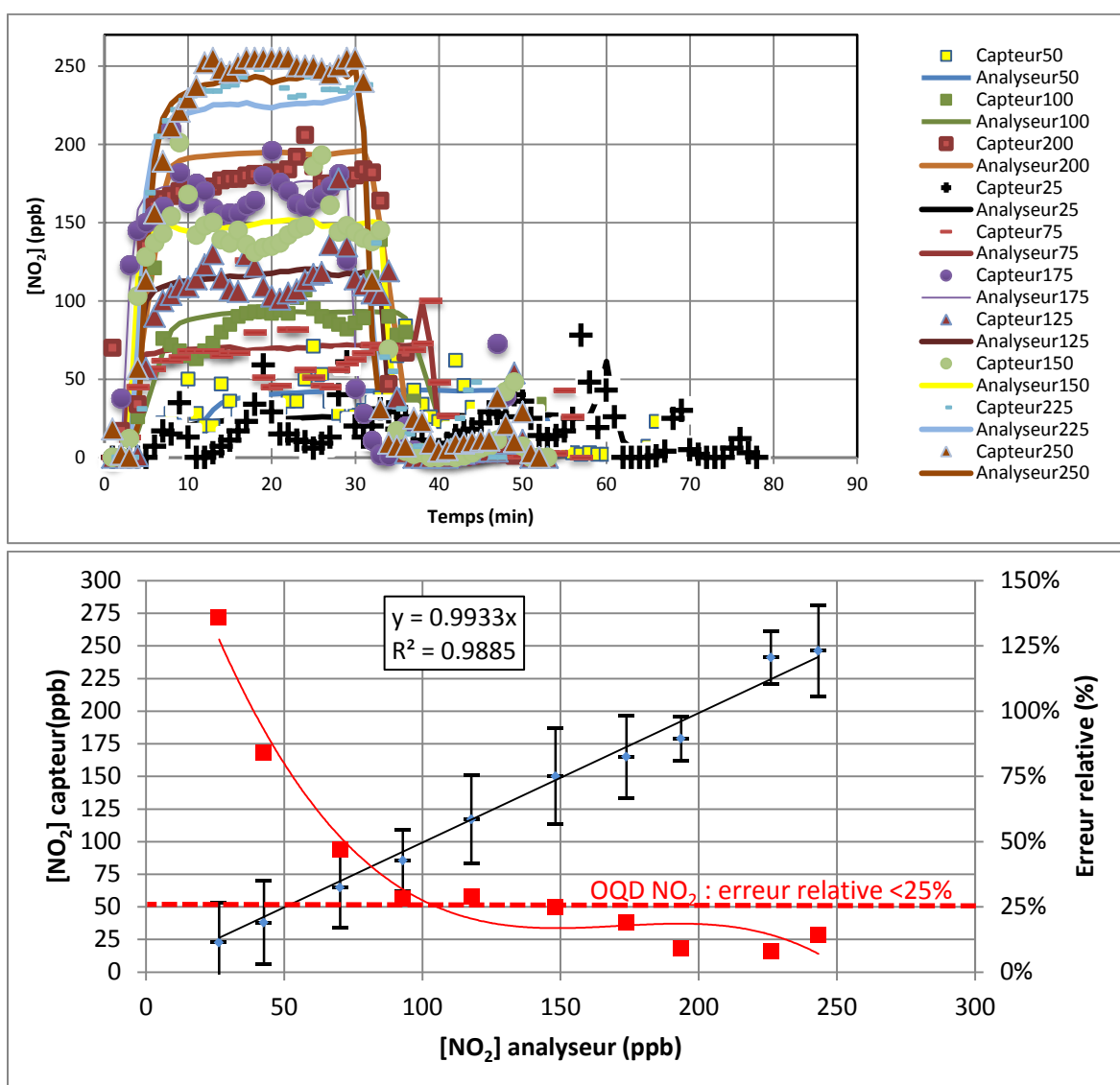


Figure 16 – a/ Courbe temporelle de réponse à NO_2 du capteur Cairsens O_3/NO_2 version 1 dans le réacteur 6,5L. b/ Courbe de calibrage NO_2 du capteur Cairsens O_3/NO_2 version 1 selon protocole version 1 dans le réacteur 6,5L

Les réponses sont très bruitées car, en l'absence de ventilateur dans le réacteur de 6,5L, la chambre présente de grandes inhomogénéités de concentrations. Le temps de réponse est par conséquent difficile à estimer compte tenu du bruit et pire, si on estimait la gamme de validité de ce capteur au regard des attentes des objectifs de qualité de données, il ne serait donné valable qu'à partir de concentrations en NO_2 au-delà de 100ppb.

La limite de détection calculée dans ces conditions est la suivante :

Tableau 5 – LD Cairsens O₃/NO₂ selon protocole version 1

Moyenne Bruit sous air zéro – ppb	7,8
Ecart-type sous air zéro - ppb	17,5
Limite Détection - ppb	52,6

Avec les inhomogénéités de concentrations dans ce réacteur, on pourrait croire que la LD de ce capteur est trop élevée pour des applications en air ambiant. On verra avec le protocole version 2, qu'en réalité, cette LD est beaucoup plus basse.

L'erreur de répétabilité évaluée dans ces conditions est la suivante :

Tableau 6 – Erreur de répétabilité Cairsens O₃/NO₂ selon protocole version 1

Consigne (en % de la valeur pleine échelle)	Essais	Analyseur (ppb)	Capteur (ppb)
20%	1	38,39	38,45
	2	39,65	42,42
	3	40,06	42,64
	Moyenne	39,37	41,17
	Ecart-type		2,35
	Erreur répéta		11%
50%	1	116,35	112,50
	2	121,02	117,11
	3	123,26	119,95
	Moyenne	120,21	116,52
	Ecart-type		3,76
	Erreur répéta		6%
80%	1	198,85	198,85
	2	204,23	210,38
	3	205,19	214,24
	Moyenne	202,76	207,82
	Ecart-type		8,01
	Erreur répéta		8%

Malgré des conditions d'essais défavorables, l'erreur de répétabilité est faible ce qui présume d'une bonne stabilité générale de ce type de capteurs.

La **dérive à moyen terme** évaluée dans ces conditions, est la suivante :

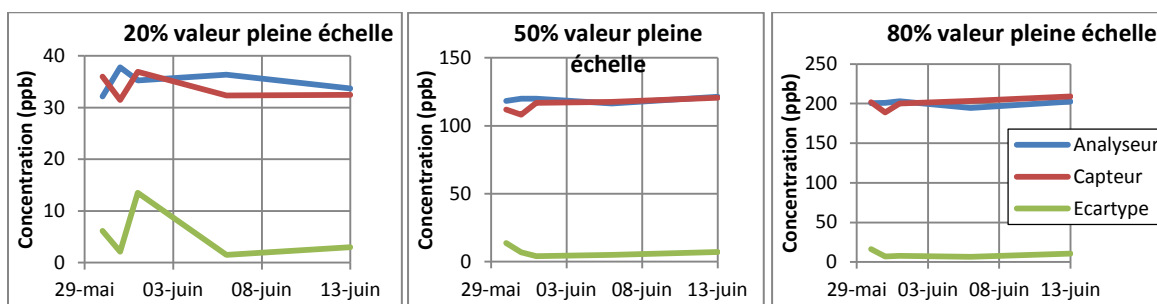


Figure 17 – Dérive long terme au NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1

Les effets de la température et de l'humidité relative, ont été évalués en plaçant le capteur sous un flux continu de NO₂ à 50% de sa valeur pleine échelle, c'est-à-dire à une concentration de 100ppb dans des conditions normales de température et d'humidité relative (25°C, 50%HR).

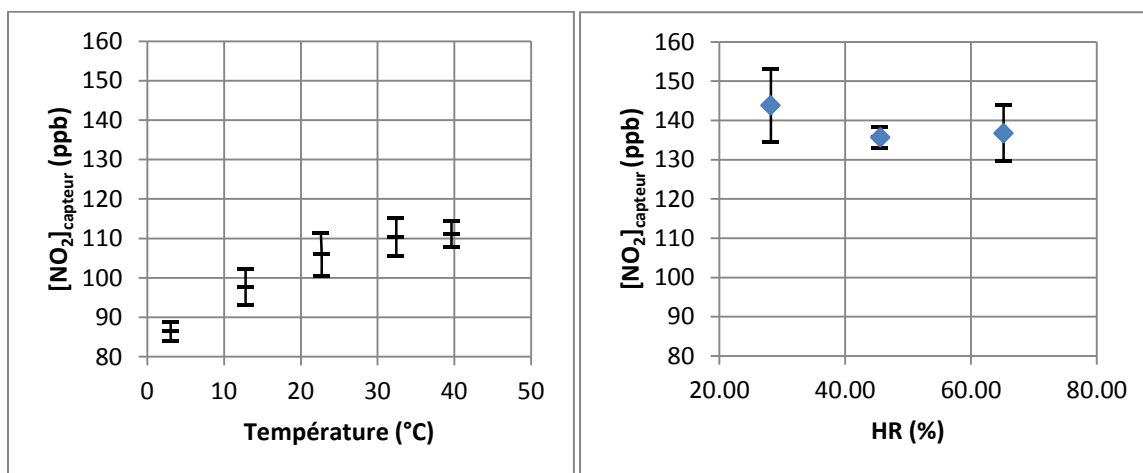


Figure 18 – Impact de la température et de l'humidité relative (sous [NO₂]=100ppb à 25°C/50%HR) du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1

Ces mesures démontrent la limite de la méthode proposée dans le protocole version 1 : le contrôle des paramètres environnementaux est déterminant, hors, dans le cas présent, lorsque l'impact de la température a été évaluée, la donnée « humidité relative » a été supposée constante (=50%) par simple régulation du « débit_{air humide}/débit_{air sec} ». Hors cette humidité relative est nécessairement différente dans la chambre du fait des variations de température. La solution pour remédier à ce biais est soit de suivre dans la chambre même, l'humidité relative réelle par une instrumentation complémentaire, soit de recalculer cette humidité relative réelle en tenant compte de la pression de vapeur saturante de l'eau à la température de qualification en cours.

Quoiqu'il en soit, comme l'influence de la température et de l'humidité relative sont couplées l'une à l'autre, la version 2 du protocole propose d'étudier l'impact de l'**humidité absolue** sur la réponse des micro-capteurs. Ceci permettra d'appliquer une correction plus sûre et facile à mettre en œuvre sur le terrain, sous réserve d'avoir accès à la double information T(°C)/HR(%) simultanément à la mesure des concentrations en gaz.

ii. Essais en chambre d'exposition 36L – protocole version 1

Le micro-capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1 a ensuite été testé en suivant les directives initialement fixées dans la version 1 du protocole dans la chambre d'exposition de volume 36L. Les résultats de la réponse temporelle et de la courbe de calibrage sont présentés sur la Figure 19.

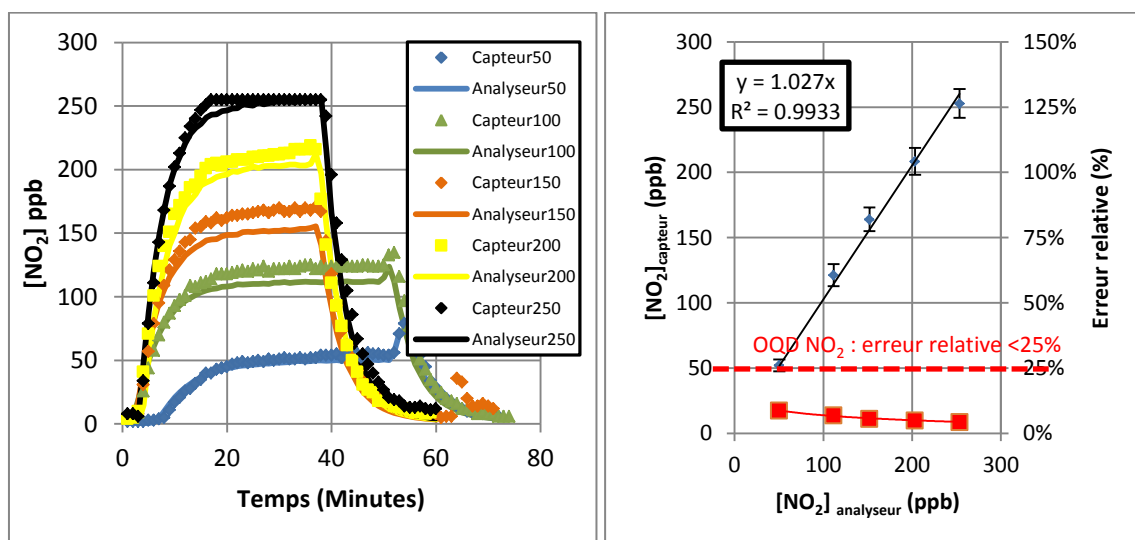


Figure 19 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1

b. Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ version 1 selon protocole version 1

Dans cette chambre, des ventilateurs assurent le brassage de l'air. On constate cette fois que les réponses temporelles sont très lissées. La courbe de calibrage donne une erreur relative largement inférieure aux 25% attendus dans les Objectifs de Qualité de Données dans toute la gamme de concentration.

La première conclusion majeure de ces essais concerne donc les pré-requis de l'application du protocole et notamment le choix de la chambre d'exposition la plus adaptée à la qualification des micro-capteurs : la présence d'un système d'homogénéisation est clairement indispensable.

La deuxième conclusion majeure de ces essais concerne la simplification possible du protocole : dans la mesure où les données sont peu bruitées, et que la résolution temporelle de l'acquisition est suffisamment fine, il est possible d'établir la courbe de calibrage à partir de la seule courbe temporelle à la concentration pleine échelle du capteur.

iii. Essais en chambre d'exposition 36L – comparaison des protocoles version 1 et 2

Ces essais ont pour objectif de démontrer l'équivalence entre la construction de la courbe de calibrage de la version 1 du protocole en 5 paliers de concentrations, et sa construction proposée dans la version 2 du protocole en une seule étape de concentration à la valeur plein échelle.

On applique au capteur Cairsens un palier de concentration de NO₂ à 250 ppb, et on exploite l'ensemble des points pour tracer la courbe de calibrage à l'aide des données de l'analyseur automatique relevées simultanément. La bonne synchronisation des données est essentielle pour ne pas créer un biais artificiel dans le résultat. Comme l'étape 2 concernant la répétabilité exige que la courbe de calibrage soit mesurée trois fois pour estimer l'erreur associée, on intègre l'ensemble des points sur ces 3 relevés dans la construction de la courbe de calibrage – Figure 20.

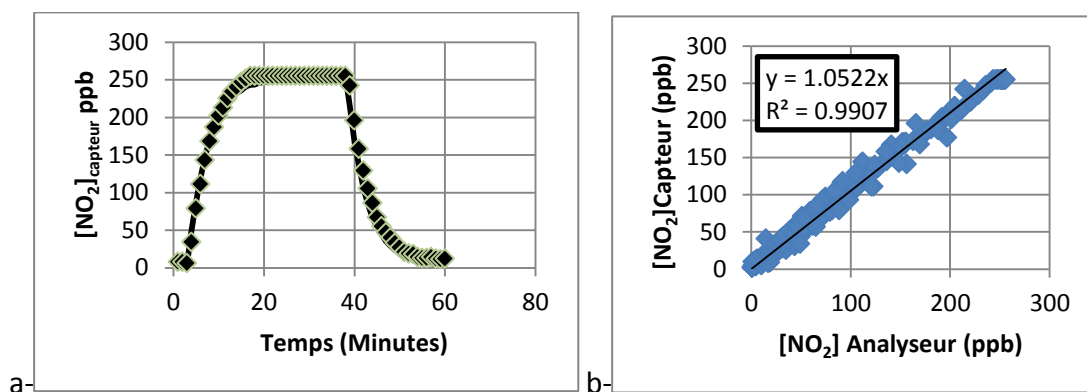


Figure 20 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ à la valeur pleine échelle (données récupérées sur le protocole version 1)

b. Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ calculée selon protocole version 2

Cette expérience a été répétée et complétée par deux expériences similaires dont les résultats sont présentés ci-après :

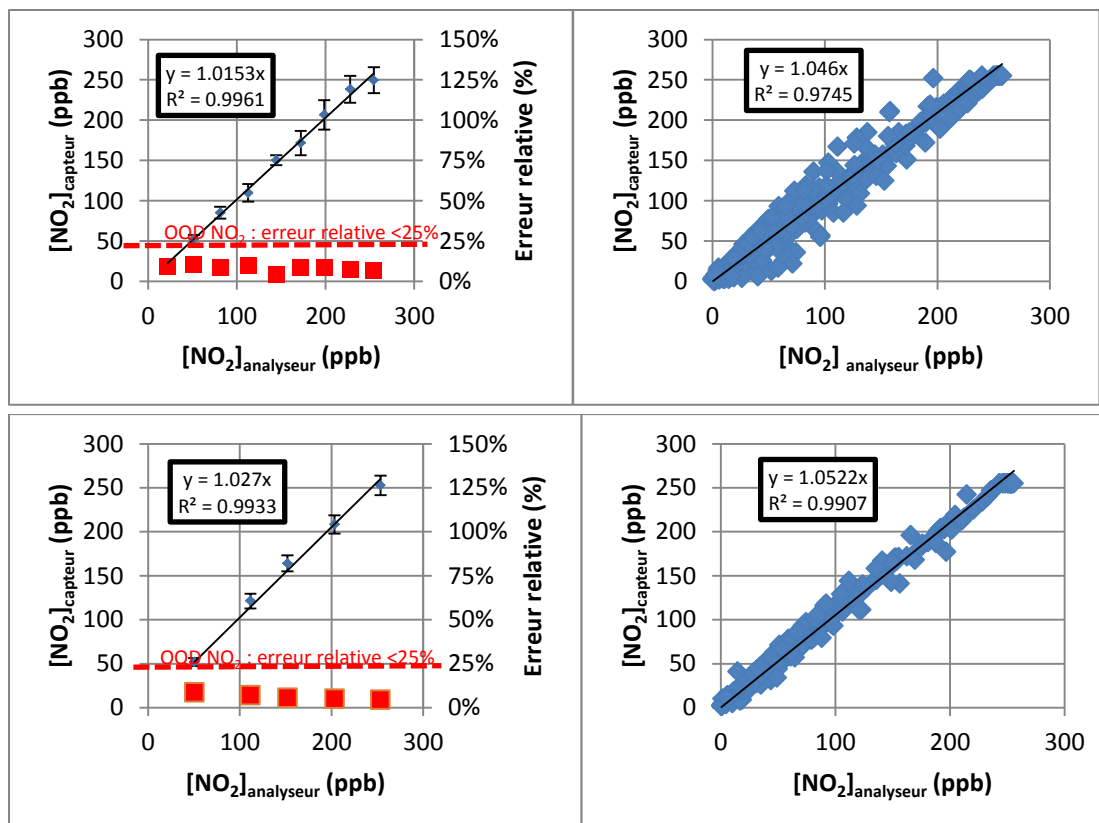


Figure 21 – Courbe de calibrage NO₂ du capteur Cairsens O₃/NO₂ calculée selon protocole version 1 (à gauche) et version 2 (à droite)

Les sensibilités calculées via le protocole version 1 et version 2 (établie sur la base des données de la mesure du protocole version 1 à la valeur pleine échelle) sont comparées dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Ecart de sensibilité de la courbe de calibration Cairsens O_3/NO_2 selon protocole version 1 et 2

Sensibilités	Protocole version 1	0,993	1,015	1,027
	Protocole version 2	0,993	1,046	1,052
Ecart (%)		0%	3,0%	2,4%

Les écarts relatifs entre ces différentes valeurs de sensibilité sont suffisamment faibles pour entrer dans les OQD, il est donc raisonnable de simplifier le protocole comme proposé dans sa version 2. Ce point a également été vérifié sur le deuxième capteur incluant des compensations en température et humidité relative et dont la comparaison des courbes d'étalonnages selon les deux versions du protocole sont données sur la Figure 22.

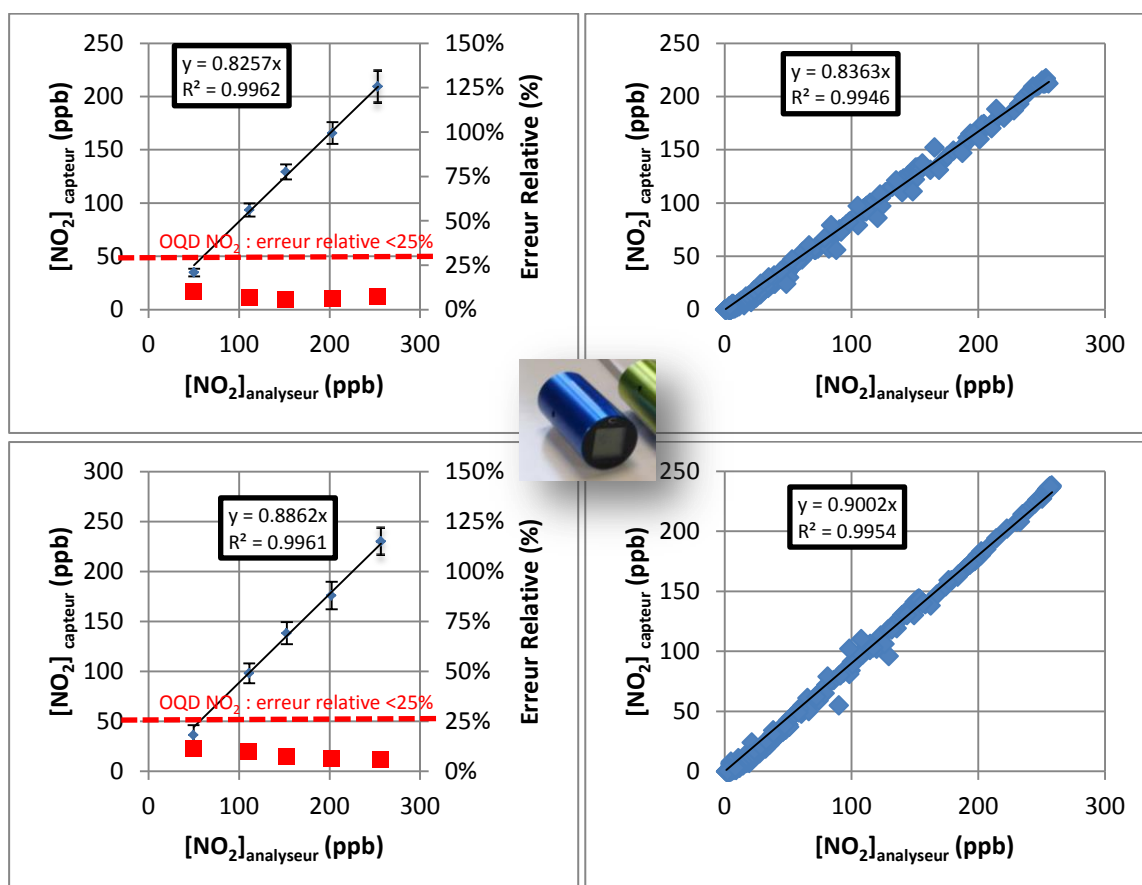


Figure 22 – Courbe de calibration NO_2 du capteur Cairsens O_3/NO_2 (compensé en température et humidité) calculée selon protocole version 1 (à gauche) et version 2 (à droite)

Les sensibilités calculées via le protocole version 1 et version 2 (établie sur la base des données de la mesure du protocole version 1 à la valeur pleine échelle) sont comparées dans le Tableau 2.

Tableau 2 – Ecarts de sensibilité de la courbe de calibration Cairsens O₃/NO₂ (compensé T/HR) selon protocole version 1 et 2

Sensibilités	Protocole version 1	0,840	0,826	0,886
	Protocole version 2	0,811	0,836	0,900
Ecart (%)		+3,5%	-1,2%	-1,6%

On note à nouveau une bonne corrélation entre les valeurs trouvées selon les deux versions du protocole.

5.1.2 Aeroqual Séries 500 équipé de la tête de mesure ENW / ENW2

Essais en chambre d'exposition 36L, comparaison des protocoles version 1 et 2

Le micro-capteur Aeroqual Séries 500 équipé de la tête de mesure ENW / ENW2 1 a été testé en suivant les directives initialement fixées dans la version 1 du protocole directement dans la chambre d'exposition de volume 36L. Les résultats de la réponse temporelle et de la courbe de calibration sont présentés sur la Figure 23.

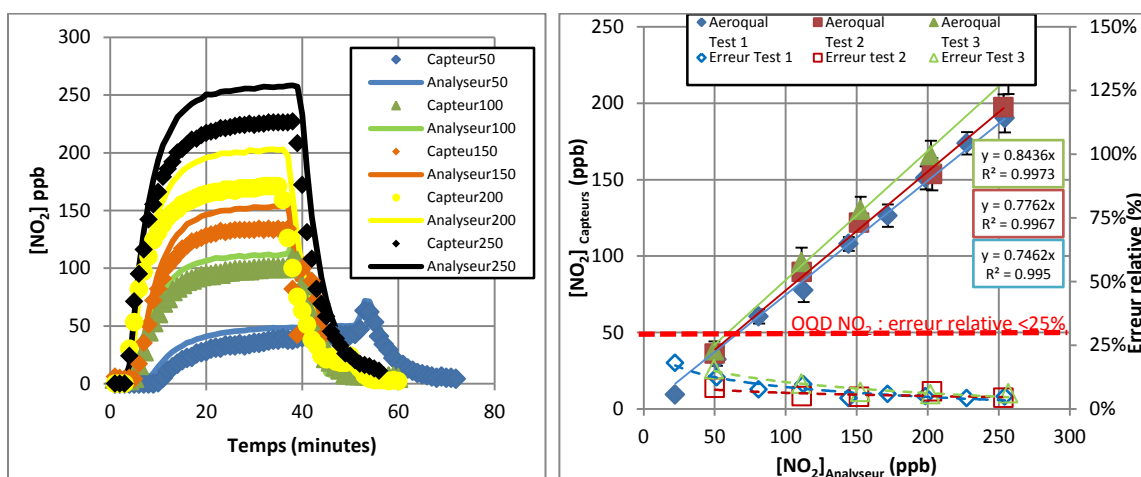


Figure 23 – a. Courbe temporelle de réponse à NO₂ du capteur Aeroqual version 1

b. Courbe de calibration NO₂ du capteur Aeroqual version 1 selon protocole version 1

De la même façon que pour les capteurs Cairpol, l'écart de linéarité du capteur Aeroqual sont bien en dessous des 25% attendus.

A nouveau, vu la résolution temporelle fine et les courbes temporelles bien lissées, il est possible de vérifier si l'application de la version 2 du protocole permet d'aboutir aux mêmes valeurs de sensibilités que la version 1, en ne tenant compte que de l'évolution temporelle à la valeur pleine échelle. Les résultats sont présentés Figure 23 :

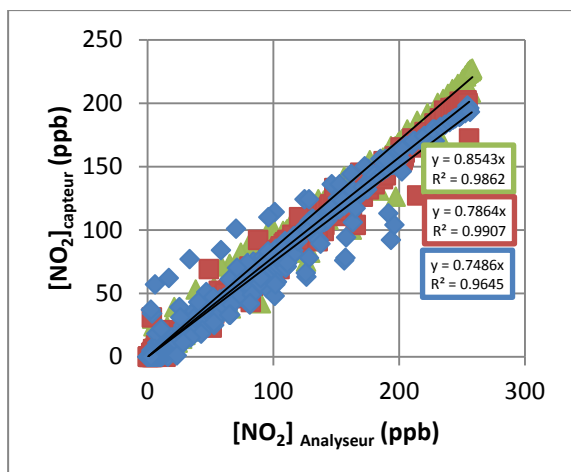


Figure 24 – Courbes de calibration NO_2 du capteur Aeroqual calculées selon protocole version 2

Tableau 3 – Ecarts de sensibilité de la courbe de calibration Aeroqual selon protocole version 1 et 2

Sensibilités	Protocole version 1	0,7462	0,7762	0,8436
	Protocole version 2	0,7486	0,7864	0,8543

La cohérence entre les valeurs de sensibilité valide également la simplification proposée dans la version 2 du protocole et conforte la méthodologie choisie.

5.1.3 AQMesh



Essais en chambre d'exposition 36L, application direct du protocole version 2

Le micro-captur AQMesh a été directement testé en suivant les nouvelles directives du protocole version 2 directement dans la chambre d'exposition de volume 36L. Les résultats de la courbe de calibration sont présentés sur la Figure 25.

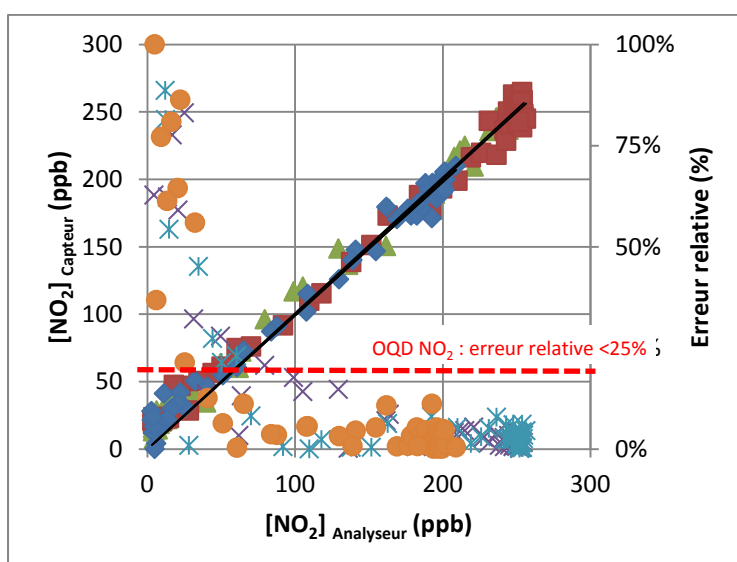


Figure 25 – Courbe de calibration NO_2 du capteur AQMesh calculée selon protocole version 2 – Répétabilité sur 3 tests

Le capteur AQMesh pourrait répondre correctement aux Objectifs de Qualité de Données pour des valeurs de concentrations en NO_2 supérieures à 50ppb.

A noter une difficulté non négligeable pour ce type de capteur : l'utilisateur n'a pas un accès direct aux données brutes. Les mesures sont retransmises par GSM à une plateforme en ligne, et l'utilisateur paie un abonnement pour accéder à sa base de données. Bien que le fabricant avertisse qu'un facteur correctif puisse être appliqué quelques jours après l'installation du système, cette phase en aveugle pose question.

5.1.4 Alphasense



L' α -sense donne une réponse en tension et non directement en concentration. Les courbes temporelles sont très bruitées comme on le voit sur la Figure 26. Ceci induit un fort écart-type que l'on retrouve sur la courbe de calibrage. Par conséquent, l'écart de tension, s'il est bien proportionnel à la concentration en NO_2 mesurée, est entaché d'une incertitude forte. En revanche, l'erreur relative reste dans les Objectifs de Qualité de Données exigés par la Directive.

Dès lors que le protocole propose un calibrage du capteur, même si la donnée de sortie n'est pas initialement fournie en concentration, ce type de système pourrait réintégrer le périmètre du protocole. Il est proposé d'attendre l'avancé des travaux du WG42 du CEN pour décider d'élargir le périmètre.

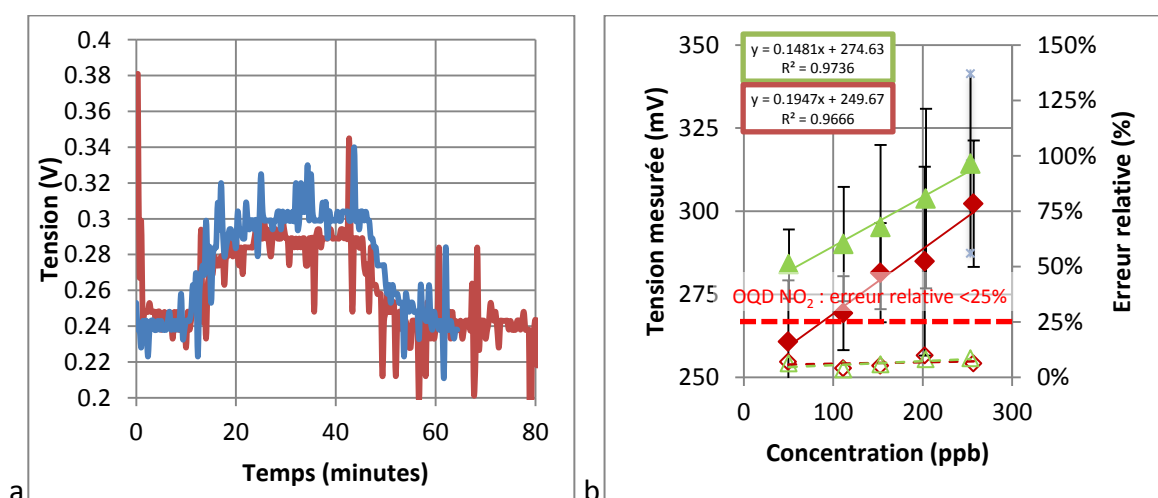


Figure 26 – a. Courbe temporelle de réponse à NO_2 du capteur Alphasense ; b. Courbe de calibrage NO_2 du capteur α -sense selon protocole version 2

5.1.5 Libélium

Comme l' α -sense, le Libélium équipé d'un capteur à semi-conducteur de type MICS 2714 donne une réponse en tension et non directement en concentration. Les courbes temporelles sont très bruitées, elles dérivent rapidement dans le temps, mais ceci peut s'expliquer par un temps de chauffe non respecté, et de surcroît, on observe sur la courbe de calibrage, un phénomène d'hystérésis très marqué comme on le voit sur la Figure 27.

5.2 Résultats Enquête AASQA 2016

- définir les micro-capteurs utilisés en AASQA et leurs fonctionnalités
- faire un état des lieux sur les utilisations et/ou sur les besoins/perspectives d'utilisation pour polluants réglementés (ou autres)

Map of France showing the 13 regions and their names:

- Bretagne
- Basse-Normandie
- Haute-Normandie
- Nord-Pas-de-Calais
- Picardie
- Ile-de-France
- Champagne-Ardenne
- Lorraine
- Alsace
- Pays de la Loire
- Centre
- Bourgogne
- Franche-Comté
- Poitou-Charentes
- Limousin
- Auvergne
- Rhône-Alpes
- Aquitaine
- Midi-Pyrénées
- Languedoc-Roussillon
- Provence-Alpes-Côte d'Azur
- Corse

The map also includes the overseas territories (DOM) and French Polynesia (POM):

- Réunion
- Martinique
- Guadeloupe
- Guyane
- Nouvelle-Calédonie
- Polynésie

44

Les résultats ci-après reprennent les pourcentages de réponses aux questions principales du questionnaire. Le bilan global étant fourni en annexe 6.

- « Quelles sont les fonctions essentielles d'un micro-capteurs ? » :
 - retourner une valeur de concentration : 80%
 - retourner une réponse « électrique » : 15%
 - assurer le prélèvement de l'air : 50%
 - pouvoir être étalonné : 90%
 - autres : autonomie, transmission simple des données
- « Qu'est-ce qui constitue un système micro-capteur ? » :
 - système pour l'échantillonnage : 70%
 - élément sensible : 65%
 - carte électronique : 55%
 - algorithme de traitement : 40%
 - logiciel de récupération données : 45%
 - autres : batterie, ensemble de « portabilité »
- « Quelles sont les incertitudes acceptables pour les micro-capteurs ? » :
 - incertitudes compatibles avec la mesure indicative pour 2/3 des répondants
 - gaz : 15-30% d'incertitudes
 - PM : 30-50% d'incertitudes
- « Quels sont les binômes [polluants / capteurs] utilisés ? » :
 - capteurs gaz et PM « réglementés »
 - 1 application H2S
 - types électrochimique et optique
 - fournisseurs : Cairpol, Azimut, ELS, AirBeam, AQMesh, MICS, GeoTech
- « Quel type de procédures de vérification préféreriez-vous ? » :
 - sur site : 85%
 - à réception : 15%

Il existe encore très peu de documents formalisés sur cette thématique.

- « Quels sont les domaines d'application qui vous intéressent ? » :
 - Air ambiant / Air intérieur : 50/50
 - Campagnes de mesures ponctuelles
 - Campagnes mesures mobiles

- Suivi individuel (personne)
- Suivi incidentiel (FIR, site industriel)
- « Quelles utilisations faites-vous ou comptez-vous faire des micro-capteurs ? » :
 - Remplacement tubes passifs (dynamique temporel)
 - Cartographie / Maillage
 - Mesures indicatives
 - Lien modélisation
 - Comparaison mesures/modèles
 - Alimentation modèles
 - Méthode pour estimation objective
 - Détermination de l'exposition personnelle
 - Communication « grand public » / Sensibilisation
 - Météorologie
- « Quelles sources consultez-vous pour la sélection des micro-capteurs ? » :
 - Surtout les fiches techniques et le REX des utilisateurs
 - Mais aussi les documents « scientifiques »
 - Assez peu les échanges avec les fournisseurs/constructeurs
- « Quels sont vos critères de sélection ? » :
 - Sensibilité / LOD : >80%
 - Dérive : >60%
 - Facteurs d'influence : >60%
 - Temps de réponse : >25%
 - Autres critères : prix, robustesse, encombrement, autonomie, durée de vie, réalisation d'essais terrain, robustesse aux changements de micro-environnements, modalités de communication, traitement du signal, incertitudes de mesures, justesse, possibilité d'étalonnage, etc.

Cette enquête a permis de confirmer les attentes des AASQA en matière d'utilisation et de caractérisation des micro-capteurs de gaz et de s'assurer que le cahier des charges du protocole répond bien aux exigences d'utilisation sur le terrain. On note par exemple que les fonctions et éléments principaux demandés cadrent bien avec la définition du périmètre du protocole. Les paramètres de choix et critères métrologiques correspondent également bien à ceux proposés dans le processus en 5 étapes du protocole

6. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les propositions de ce rapport constituent une évolution dans la réflexion autour de la construction du protocole d'évaluation des performances métrologiques des micro-capteurs utilisés pour les mesures de concentrations des polluants gazeux réglementés et de la comparaison des incertitudes de mesures en laboratoires aux exigences des « mesures indicatives » de la Directive européenne concernant la qualité de l'air. Ce protocole a été établi dans un souci d'adaptabilité aux contraintes des utilisateurs potentiels tout en maintenant une rigueur technique et scientifique suffisante pour que l'intercomparaison de différents types capteurs de gaz low-cost soit pertinente.

Afin de valider la nouvelle version du protocole proposé dans ce rapport, les deux types de capteurs d'ozone utilisés pour les travaux de 2015 (Cairpol et Aeroqual) sont à nouveau en cours de tests. Les données techniques de ces capteurs sont disponibles en annexe 1 et 2 de ce document. La méthode de référence pour la mesure de l'ozone est celle décrite dans la norme EN 14625: 2005 - Méthode normalisée pour la mesure de la concentration d'ozone par photométrie par les rayons ultraviolets. Les résultats, courbe d'étalonnage et paramètres métrologiques associés, seront présentés dans la version définitive de ce rapport.

Enfin, dès 2017, une démarche équivalente sera entreprise pour la validation de micro-capteurs de particules en laboratoire avec tout d'abord une phase de faisabilité.

7. RÉFÉRENCES

- [1] – **Directive 2008/50/CU** du parlement Européen et du Conseil du 21 Mai 2008, concernant la qualité de l'air ambiant
- [2] - Protocol of evaluation and calibration of low-cost gas sensors for the monitoring of air pollution – L. Spinelle, M. Aleixandre, M. Gerboles, JRC Technical Reports, 2013
- [3] - **LCSQA n°2200942853** / Protocole d'évaluation métrologique de micro-capteurs pour la mesure indicative des polluants gazeux réglementaires - N. Redon, V. Gaudion, S. Crunaire, N. Locoge - Mars 2016
- [4] - **EN14211: 2012** - Air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage de la concentration en dioxyde d'azote et monoxyde d'azote par chimiluminescence - Qualité de l'air ambiant.
- [5] - **EN 14625: 2013** - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en ozone par photométrie U.V - Qualité de l'air ambiant.
- [6] - **EN 14662: 2005**, parties 1, 2 et 3 - Qualité de l'air ambiant - Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène
- [7] - **EN 14626: 2012** - Air ambiant - Méthode normalisée de mesurage de la concentration en monoxyde de carbone par spectroscopie à rayonnement infrarouge non dispersif - Qualité de l'air ambiant
- [8] - **ISO 14956:2002**, Air quality — Evaluation of the suitability of a measurement procedure by comparison with a required measurement uncertainty
- [9] - **ISO 3534-1:2006**, Statistics -- Vocabulary and symbols -- Part 1: General statistical terms and terms used in probability

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

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

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

[12] - ISO 7504:2001, Gas analysis -- Vocabulary

8. LISTE DES ANNEXES

Annexes	titres
Annexe 1	Brochure Aeroqual Série 500
Annexe 2	Brochure Cairpol Cairclip NO ₂ -O ₃
Annexe 3	Brochure AQMesh
Annexe 4	Brochure  sense
Annexe 5	Brochure Libélium – MICS 2714
Annexe 6	Synthèse enquête AASQA 2016

ANNEXE 1 : BROCHURE AEROQUAL SERIE 500

aeroqual[®] SERIES 500

Portable Air Quality Monitor

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

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

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



Specifications

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

Accessories



Carry Case



Calibration Accessory



Remote Sensor Kit



Wall Mount

Gas: ppm or mg/m³ | Humidity: % | Temperature °C or F
Instant, minimum, maximum, average
Low alarm, high alarm, mute (configurable)
Alarm, battery, data logging, sensor, standby, monitor and location ID
Low and/or high alarm set points (with mute)
Low alarm, high Alarm, control (150mA max)
Zero calibration, gain adjustment
0-5V
RS232 to USB
Up to 8,188 records (2,706 incl. temp/RH)
Software and data cable supplied
Real time
12V DC (power adaptor/charger supplied 100-250V AC)
Lithium polymer 12V DC | 2700mA/h (2 hr charge time / 8 hr run time)
PC and ABS: IP20 and NEMA 1 equivalent
195 x 122 x 54 (mm); 7 7/8 x 4 3/4 x 2 1/8 (in)
< 480 g; < 16 oz
Temperature: -5 °C to 45 °C ; Humidity: 0 to 95% non-condensating
Remote sensor kit, spare battery, car adaptor, wall bracket, carry case
Range -40°C to 124°C (-40°F to 255°F); Range 0 to 100% RH
Part 15 of FCC Rules; EN 50082-1: 1997; EN 50081-1: 1992

Sensor heads are available for these gases:

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

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



NITROGEN DIOXIDE SENSOR HEAD 0-1PPM

Sensor Code	ENW/ ENW2
Range	0-1ppm
Sensor Type	GSE
Minimum Detection Limit	0.005ppm
Accuracy of Factory Calibration	<±0.02 ppm 0-0.2 ppm <±10% 0.2-1 ppm
Resolution	0.001ppm
Response Time	30 Seconds
Temp	0 to 40°C
Relative Humidity	15 to 90%

Category: Nitrogen Dioxide Sensors.

ANNEXE 2 : BROCHURE CAIRPOL CAIRCLIP NO₂-O₃



Mise à jour : 05/08/2016

Notice technique O3/NO2 (Document susceptible d'être modifié)

Echelle	0-250ppb (0-240 ppb analogique)
Limite de détection ^(1, 2)	20 ppb
Répétabilité à zéro ^(1, 2)	+/- 7 ppb
Répétabilité à 40 % de l'échelle ^(1, 2)	+/- 15 %
Linéarité ^(1, 2)	< 10 %
Incertitude	< 30 % ^(1, 2)
Dérive à court terme du zéro ^(1, 3, 4)	< 3 ppb/24 H
Dérive à court terme de la sensibilité ^(1, 3, 4)	< 1 % PE ⁽¹⁾ /24 H
Dérive à long terme du zéro ^(1, 3, 4)	< 10 ppb/1 mois
Dérive à long terme de la sensibilité ^(1, 3, 4)	< 2 % PE ⁽¹⁾ /1 mois
Temps de montée (T10-90) ^(1, 2)	< 90 s (180 s si variation de HR importante)
Temps de descente (T10-90) ^(1, 2)	< 90 s (180 s si variation de HR importante)
Effet des espèces interférentes ⁽¹⁾	Cl : environ 80 % Composés soufrés réduits : interférence négative
Effet de la température sur la sensibilité ⁽¹⁾	< 0.5 % / °C
Effet de la température sur le zéro ⁽¹⁾	+/- 50 ppb maximum (respectant les conditions d'utilisation)
Exposition maximale ponctuelle	50 ppm
Limite annuelle d'exposition (moyenne 1 heure)	780 ppm
Conditions d'utilisation	- 20°C à 40°C / 15 à 90 % HR sans condensation 1013 mbar +/- 200 mbar
Conditions de stockage recommandées	Température : entre 5°C et 20°C Humidité relative de l'air : > 15 % sans condensation
Alimentation électrique ⁽⁶⁾	3 VDC/300mA (rechargeable par USB via PC ou 100V-240V/5V 0.8A-1.0A avec adaptateur)
Interface de communication	USB, UART Analogique (UART & convertisseur 4-20 mA / 0-5 V)
Dimensions	Diamètre : 32 mm - Longueur : 62mm
Poids	55 g
Protection	IP42 (selon IEC60529)
Certification électrique	 Conforme au UL Std. 61010-1 Certifié au CSA Std. C22.2 N°. 61010-1 
Configuration / Téléchargement	Logiciels: Cairsoft (pour versions USB), Cairmap ou Caircloud (pour versions UART versions)

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

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

³ Sur la base de la Directive 2008/50/CE du Parlement Européen et du Conseil du 21 mai 2008 sur la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe et de son prolongement à d'autres gaz

⁴ Exposition continue à pleine échelle

⁵ PE = Pénalité Echelle

⁶ CSN = Composés Soufrés Réduits Volatils

⁷ La décharge complète d'un appareil (à l'arrêt) peut conduire à une dégradation de ses performances

Toute utilisation du capteur ne respectant pas les conditions énoncées dans ce document, y compris les expositions, même brèves, à des environnements autres que l'air ambiant, de l'air sec et / ou dépourvu de dioxygène ou toute autre atmosphère qui n'est pas composée en majorité de l'air, même pendant l'alignement, annule la garantie.

Options principales

Cairtub: boîtier pour une utilisation en extérieur et une autonomie de 20 jours.
Cairnet: boîtier pour une utilisation en extérieur, avec alimentation autonome (panneaux solaires) et communication sans fil en temps pour accès à distance.



Cairpol@Environnement S.A - 111, Bd Robespierre - CS 80004 - 78304 Poissy Cedex 4 - France
Tel. : +33 (0)1 39 22 38 00 - Fax : +33 (0)1 39 65 38 08 - <http://www.cairpol.com>
Société Anonyme à Responsabilité Limitée (SARL) - Capital 354 200 € - RCS Nanterre B 482 978 253 - Siret 482 978 253 - APE 7219z - VAT FR 35482978253



ANNEXE 3 : BROCHURE AQMesh



AQMesh Technical specification



Parameters measured	NO, NO ₂ , O ₃ , CO, SO ₂ , Pod temperature, atmospheric pressure, relative humidity, particle count, PM 2.5 ^{#0} , PM 10 ^{#0}		
Measurement range	Parameter	Units of measurement	Range
	NO	ppb or µg/m ³	0 to 4,000 ppb
	NO ₂	ppb or µg/m ³	0 to 4,000 ppb
	NO _x	ppb or µg/m ³	0 to 8,000 ppb
	O ₃	ppb or µg/m ³	0 to 1,800 ppb
	CO	ppb or µg/m ³	0 to 6,000 ppb
	SO ₂	ppb or µg/m ³	0 to 10,000 ppb
	Pod temperature	°C	-20 to 100 °C
	Pressure	mb	500 to 1500 mb
	Humidity	%	0 to 100 %RH
	Particle count	Particles/cm ³	0.3 – 30 µm
	PM 1	µg/m ³	0 – 200 µg/ m ³
Performance	PM 2.5	µg/m ³	0 – 500 µg/ m ³
	PM 10	µg/m ³	0 – 1,000 µg/ m ³
	Parameter	^{#1} Limit of detection	^{#2} Accuracy (in standard test conditions)
	NO	< 5 ppb	± 5 ppb
	NO ₂	< 10 ppb	± 5 ppb
	CO	< 5 ppb	± 5 ppb
	O ₃	< 5 ppb	± 5 ppb
	SO ₂	< 10 ppb	± 5 ppb
	Pod temperature	0.1 °C	± 2 °C
	Pressure	1mb	± 5mb
	Humidity	1%RH	± 5 %RH
Sensor life	Up to 2 years		
Power options	Primary lithium metal batteries ^{#3} . Up to 2 years operation (depending on measurement strategy) Mains power option, External 12V DC power option, Rechargeable NIMH battery and charger option		
Communications	Raw data sent to remote server via wireless communications – Data access contract may be required		
Physical	Enclosure	Polyurethane moulded or ABS, protection IP65	
	Approx. size	L170xW220xH250mm (not inc. antenna 180mm)	
	Weight	<2Kg	
Environmental	Temperature range: -20 to +40 Deg C ^{#4} Humidity range: 15 to 85% RH		
Mounting	Various mounting accessories available		
Measurement period	Variable, from 1 minute to 1 hour (1 hour set as default)		
Server software	Web browser based, processing of raw data to give indicative concentration, database storage on secure server, data access – tables, graphs, data download, multi-user access, password controlled		

Product designs and specifications are subject to change without prior notice. The user is responsible for determining the suitability of the product.^{#0} Based on standardisation of particle shape and density.^{#1} From sensor manufacturer's specification.

^{#2} Accuracy is what the sensors are capable of producing given stable temperature and humidity. This data was derived from independent lab tests. Standard test conditions are 20 Deg C and 80% RH and in the absence of interfering gases.

^{#3} Subject to carrier restrictions on dangerous goods.

^{#4} Electrochemical sensors and particle sensors carry a 12 month warranty.

Email. info@aqmesh.com

Web. www.aqmesh.com

AQMesh technical specification V2

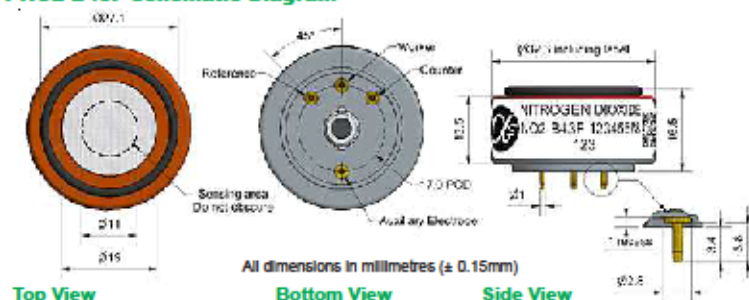
ANNEXE 4 : BROCHURE ALPHASENSE



NO₂-B43F Nitrogen Dioxide Sensor 4-Electrode



Figure 1 NO₂-B43F Schematic Diagram



PERFORMANCE

Sensitivity	nA/ppm at 2ppm NO ₂	-175 to -450
Response time	t ₉₀ (s) from zero to 2ppm NO ₂	< 60
Zero current	nA in zero air at 20°C	-50 to +70
Noise*	±2 standard deviations (ppb equivalent)	15
Range	ppm NO ₂ limit of performance warranty	20
Linearity	ppb error at full scale, linear at zero and 5ppm NO ₂	< ±0.5
Overgas limit	maximum ppm for stable response to gas pulse	50

* Tested with Alphasense ISB low noise circuit

LIFETIME

Zero drift	ppb equivalent change/year in lab air	0 to 20
Sensitivity drift	% change/year in lab air, monthly test	-20 to -40
Operating life	months until 50% original signal (24 month warranted)	> 24

ENVIRONMENTAL

Sensitivity @ -20°C (% output @ -20°C/output @ 20°C) @ 2ppm NO ₂	80 to 80
Sensitivity @ 40°C (% output @ 40°C/output @ 20°C) @ 2ppm NO ₂	95 to 115
Zero @ -20°C	nA
Zero @ 40°C	nA

CROSS SENSITIVITY

O ₃	Filter capacity (ppm.hr)	@ 2ppm	O ₃	> 500
H ₂ S	sensitivity % measured gas	@ 5ppm	H ₂ S	< -80
NO	sensitivity % measured gas	@ 5ppm	NO	< 5
Cl ₂	sensitivity % measured gas	@ 5ppm	Cl ₂	< 80
SO ₂	sensitivity % measured gas	@ 5ppm	SO ₂	< 5
CO	sensitivity % measured gas	@ 5ppm	CO	< 3
H ₂	sensitivity % measured gas	@ 100ppm	H ₂	< 0.1
C ₂ H ₄	sensitivity % measured gas	@ 100ppm	C ₂ H ₄	< 0.5
NH ₃	sensitivity % measured gas	@ 20ppm	NH ₃	< 0.2
CO ₂	sensitivity % measured gas	@ 5% Vol	CO ₂	< 0.1
Halothane	sensitivity % measured gas	@ 100ppm	Halothane	nd

KEY SPECIFICATIONS

Temperature range	°C	-30 to 40
Pressure range	kPa	80 to 120
Humidity range	% rh continuous	15 to 85
Storage period	months @ 3 to 20°C (stored in sealed pot)	6
Load resistor	Ω (ISB circuit is recommended)	33 to 100
Weight	g	< 13



At the end of the product's life, do not dispose of any electronic sensor, component or instrument in the domestic waste, but contact the instrument manufacturer, Alphasense or its distributor for disposal instructions.

NOTE: all sensors are tested at ambient environmental conditions, with 47 ohm load resistor, unless otherwise stated. As applications of use are outside our control, the information provided is given without legal responsibility. Customers should test under their own conditions, to ensure that the sensors are suitable for their own requirements.

Alphasense Ltd, Sensor Technology House, 300 Avenue West, Skyline 120, Great Nollay, CM77 7AA, UK
Telephone: +44 (0) 1378 658 700 Fax: +44 (0) 1378 335 889 E-mail: sensors@alphasense.com Web site: www.alphasense.com

Technical Specification

ANNEXE 5 : BROCHURE LIBELIUM - MICS 2714

Extrait de la documentation technique (page 37) téléchargeable sur :

http://www.libelium.com/downloads/documentation/gases_sensor_board_3.0.pdf



Sensors

8.5. Nitrogen Dioxide (NO₂) Sensor - MiCS-2714

8.5.1. Specifications

This sensor is a version for the MiCS-2710 sensor.

Gases: NO₂

Measurement range: 0.05 ~ 5 ppm

Air resistance: 0.8 ~ 8k Ω (typically 2.2 k Ω)

Sensitivity: 6 ~ 100 (typically 55, ratio between the resistance at 0.25 ppm and in air)

Supply voltage: 1.7 ~ 2.5 V DC

Operating temperature: -30 ~ +85 °C

Response time: 30 seconds

Average consumption: 26 mA (throughout the complete power supply cycle in one second)



Figure : Image of the MiCS-2714 sensor

8.5.2. Measurement process

The MiCS-2714 is a sensor whose resistance varies in the presence of small concentrations of NO₂. This value varies between 2 k Ω and 2 M Ω approximately, providing high accuracy throughout the output range. Unlike the rest of the board's gas sensors, which operate at a voltage of 5 V, this sensor is powered through a 1.8 V voltage regulator, with consumption of approximately 26 mA. The sensor's resistance in air, as well as its sensitivity, can vary between different units, so it is recommended to calibrate each one of them before finally inserting them in the application.

ANNEXE 6 : SYNTHÈSE ENQUÊTE AASQA 2016

Paramètres fondamentaux	Détails	Nb d'AASQA concernées
Fonctions principales	Etalonnage possible	10
	Concentration donnée en ppb,ppm, µg/m3 ou mg/m3	9
	Prélèvement actif	7
	Signal fourni de nature électrique	2
Eléments indispensables	Dispositif d'échantillonnage	8
	Élément sensible	7
	Carte électronique (alimentation, récupération et traitement du signal)	5
	Logiciel d'acquisition des données	4
	Algorithme de traitement des données pour retourner une concentration	4
Paramètres de choix	Sensibilité	10
	Dérive	9
	Facteurs d'influence	8
	Temps de réponse	3
	Prix, robustesse, date de péremption	1
Ressources documentaires utilisées:	Retour d'expérience de confrères	10
	Fiche technique	9
	Documents scientifiques (publications, rapports, etc.)	7
	Echanges constructeur/fournisseur	5
Critères métrologiques d'évaluations importants	Linéarité	10
	Dérive court terme (1 semaine)	10
	Sensibilité	9
	Limite de détection	9
	Répétabilité	9
	Reproductibilité	9
	Dérive moyen terme (1 mois)	9
	Influence de la température	7
	Influence de l'humidité relative	6
	Influence d'interférents (gaz potentiels)	5
Tests supplémentaires demandés	Autonomie de la batterie	
	Dérive à long terme/durée de vie	
	Test en conditions réelles	
	Incertitude de mesure	
	Robustesse	
Niveau d'incertitude capteurs gaz	[15 ; 30[%	9
	[30 ; 50[%	3

Niveau d'incertitude capteurs PM	[30 ; 50[%	8
	[15 ; 30[%	4
Applications principales	Air intérieur	8
	Air ambiant	6
	Communication Grand Public	2
	Météorologie	1
	Comparaison mesure modèle	1
	Maillage fin lors de campagne de mesures (= résolution spatiale)	1
	Visualisation dynamique non perceptible via méthodes passives	1
Fournisseurs plébiscités	Cairpol	11
	Ecologicsense	6
	Aeroqual	5
	AQ Mesh	5
	MetOne	4
	Alphasense	4
	Membrapor	1
	Figaro	1
	Pollutrack	1
	Shinyei Corp	1
Capteurs déjà utilisés	Electrochimique	4
	Optique	3
Polluants déjà testés	NO ₂ (3) - O ₃ (2) - PM10 (2) - PM2.5 (2) - NO (1) - H ₂ S (1)	
Capteurs disponibles en prêt:	Capteur PM (Air Rhone Alpes)	
	Capteur Gaz (Lig'Air)	
Idée de capteur NO ₂ /PM	analyseurs 200E ou Horiba pour NO ₂ / BAM 1020 pour les PM	
	eBAM de MetOne	
	Possibilité de prêt de 3 compteurs PM Alphasense OPCN2 (Air Rhone Alpes)	
	HINYEI PPD60V	



direction et secrétariat du LCSQA

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