

TABLE DES MATIERES

1	Introduction	2
2	Définitions et Acronymes	3
3	Critères d'évaluation et d'attribution des divisions de performance	3
3.1	Critères d'évaluation pour la mesure du NO ₂	4
3.2	Critères d'évaluation pour la mesure des PM _{2,5}	5
3.3	Règle d'attribution de la division de performance	6
4	Évaluation des systèmes capteurs en laboratoire	7
4.1	Schéma du banc expérimental	7
4.2	Description des matériels	7
4.2.1	Chambre d'exposition	7
4.2.2	Instrumentation associée à la génération	8
4.2.2.1	Air de dilution contrôlé en humidité relative	8
4.2.2.2	Mélanges gazeux (NO ₂)	8
4.2.2.3	Particules en suspension dans l'air (PM _{2,5})	8
4.2.3	Instrumentation associée aux mesures de référence	8
4.2.3.1	Suivi des conditions d'exposition	8
4.2.3.2	Mesure des concentrations de gaz (NO ₂)	8
4.2.3.3	Mesure des concentrations des particules en suspension (PM _{2,5})	8
4.3	Description des essais	9
4.3.1	Essais de justesse, de linéarité et détermination de la limite de détection	9
4.3.2	Essais de répétabilité	9
4.3.3	Essais d'influence de l'humidité relative	9
4.3.4	Essais d'influence de l'ozone sur la réponse des systèmes capteurs de NO ₂	9
4.3.5	Dérive à 3 semaines	10
4.4	Description du traitement des données pour l'évaluation des paramètres	10
4.4.1	Justesse	10
4.4.2	Linéarité	10
4.4.3	Répétabilité	11
4.4.4	Limite de détection (LD)	11
4.4.5	Influence de l'humidité relative	11
4.4.6	Essais d'influence de l'ozone sur la réponse des systèmes capteurs de NO ₂	11
4.4.7	Dérive à 3 semaines	12
4.5	Conclusion	12
5	EVALUATION DES SYSTEMES CAPTEURS EN AIR EXTERIEUR ET DOPAGE DE MATRICE REELLE	12
5.1	Schéma du dispositif d'évaluation	12
5.2	Description des matériels	13
5.3	Description des essais avec dopage de matrice réelle	14
5.4	Description des méthodes d'évaluation des paramètres	15
5.4.1	Coefficient de reproductibilité	15
5.4.2	Saisie minimale de données	15
5.4.3	Justesse et linéarité en conditions réelles	16
5.4.4	MAPE	16
5.4.5	Calcul d'incertitude à la valeur limite à partir des données « terrain »	16
5.5	Correction de la pente et du décalage à l'origine post-évaluation	17

1 INTRODUCTION

On a vu ces dernières années une accélération de mise sur le marché de systèmes capteurs pour la surveillance de la qualité de l'air. Cependant, il n'existe à l'heure actuelle aucun cadre normatif national ou européen permettant d'évaluer les performances de ces différents systèmes. Ce dernier est cependant en construction au sein du groupe normatif CEN/TC264/WG42.

Ce document fait partie du processus de certification « AIR Quality Sensor » et établit les conditions d'évaluation technique des systèmes capteurs candidats telles que définies dans les règles spécifiques de certification PR-1053. Il décrit un protocole qui a pour objectif l'évaluation des performances de systèmes capteurs utilisés pour la mesure des concentrations massiques de polluants gazeux et particulaires dans l'air ambiant. Pour un polluant donné, les protocoles d'évaluation décrits ici sont appliqués dans les mêmes conditions aux différents types de systèmes capteurs qui seront soumis au processus de certification.

Ce protocole d'évaluation est constitué de deux parties indépendantes :

- une première partie relative à l'évaluation de paramètres métrologiques des systèmes capteurs en laboratoire (dans des conditions contrôlées) ;
- une deuxième partie relative à l'évaluation de performances de ces systèmes capteurs en condition extérieure et sous matrice réelle dopée en gaz ou en particules en suspension.

Les systèmes seront évalués pour une utilisation de surveillance de la qualité de l'air ambiant en point fixe, c'est-à-dire des mesures effectuées à l'extérieur avec un système capteur immobile. Pour les particules en suspension (PM), la nature de l'aérosol pouvant varier selon la typologie du site de mesure, la présente certification couvre les typologies de fond. Dans un premier temps, ce protocole concerne la seule mesure du dioxyde d'azote (NO₂) et de la fraction particulaire PM_{2,5}. Cette évaluation s'adresse aux systèmes capteurs « complets » tels que définis dans les règles spécifiques de certification PR-1053, c'est-à-dire « des produits commercialisés prêts à l'emploi » incluant : l'élément sensible, les algorithmes de traitement de données, l'électronique associée (traitement de signal, acquisition) et les servitudes d'utilisation (manuel d'instruction, schéma de câblage...). Ils seront ainsi évalués en tant que "système clé en main" destiné à fournir une mesure de concentration du ou des polluants atmosphériques directement exploitable. Il est demandé de fournir un minimum de 3 systèmes capteurs identiques (dits répliques) afin de pouvoir évaluer la reproductibilité des processus de fabrication des systèmes.

Ces répliques devront être en tout point identiques, c'est-à-dire :

- principe de mesure et technologie utilisée identique ;
- électronique de contrôle des éléments de mesure appartenant à la même génération ;
- même version de logiciel interne ;
- même pas de temps de mesure, idéalement une mesure par minute ;
- si utilisé, même version d'algorithme de correction des données ;
- si nécessaire, même version de plateforme de récupération de données.

2 ACRONYMES

APS	<i>Aerosol Particle Sizer</i>
DQO	<i>Data Quality Objectives</i> ou objectifs de qualité des données définis par la Directive 2008/50/EC
FDMS	<i>Filter Dynamics Measurement Systems</i>
INERIS	Institut national de l'environnement industriel et des risques
LCSQA	Laboratoire central de surveillance de la qualité de l'air
LD	Limite de détection
LNE	Laboratoire national de métrologie et d'essais
LV ou VL	<i>Limit value</i> ou valeur limite de concentration définis par la Directive 2008/50/EC
MAPE	<i>Mean Absolute Percentage Error</i>
PE	Point d'échelle
RSS	Somme des carrés des résidus
SMPS	<i>Scanning Mobility Particle Sizer</i>
TEOM	<i>Tapered Element Oscillating Microbalance</i> ou Microbalance à Élément Conique Oscillant

3 CRITERES D'EVALUATION ET D'ATTRIBUTION DES DIVISIONS DE PERFORMANCE

L'évaluation des performances sera conduite sur chaque réplica individuellement puis les notations obtenues seront ensuite regroupées (voir 3.3) pour fournir la division finale. De par sa définition, la reproductibilité sera quant à elle évaluée directement sur l'ensemble des répliques.

Similairement à l'approche adoptée par le groupe normatif CEN/TC264/WG42 « Air quality sensors », les deux premières divisions sont compatibles avec les exigences pour la mesure spécifiées dans la Directive 2008/50/EC concernant la qualité de l'air ambiant et un air pur pour l'Europe¹ conformément aux correspondances suivantes :

Division A	Catégorie d'objectifs de qualité de données définie dans ce protocole d'évaluation et conforme aux objectifs de qualité des données (incertitude, saisie minimale de données) de la Mesure Indicative tels que décrit dans la Directive 2008/50/CE.
Division B	Catégorie d'objectifs de qualité de données définie dans ce protocole d'évaluation et conforme aux objectifs de qualité des données (incertitude, saisie minimale de données) de l' Estimation Objective tels que décrit dans la Directive 2008/50/CE.
Division C	Catégorie d'objectifs de qualité de données définie dans ce protocole d'évaluation mais n'entrant pas dans le champ d'application de la Directive 2008/50/CE. Pour cette division, le niveau d'exigence en matière d'incertitude est uniquement suffisant pour des études de sciences participatives, des actions pédagogiques, etc., définies comme Études de Sensibilisation .

Les paragraphes suivants présentent les critères d'évaluation à atteindre en fonction de la division associée ainsi que le schéma de notation global proposé.

¹ Directive 2008/50/EC of the European Parliament and the Council of 21 May 2008 on Ambient Air Quality and Cleaner Air for Europe, <https://eur-lex.europa.eu/eli/dir/2008/50/2015-09-18>.

3.1 Critères d'évaluation pour la mesure du NO₂

		NO ₂		
		Division A	Division B	Division C
LABORATOIRE	Justesse (pente)	$0,7 \leq p \leq 1,3$	$0,5 \leq p < 0,7$ ou $1,3 < p \leq 1,5$	$p < 0,5$ ou $p > 1,5$
	Linéarité (de 0 à 300 µg/m ³)	$R^2 \geq 0,75$	$0,5 \leq R^2 < 0,75$	$R^2 < 0,5$
	Limite de détection	$LD \leq 19 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$19 \mu\text{g}/\text{m}^3 < LD \leq 29 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$LD > 29 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Répétabilité (à 200 µg/m ³)	$r \leq 7,6 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$7,6 \mu\text{g}/\text{m}^3 < r \leq 11,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$r > 11,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Influence de l'humidité relative (15% et 80%) à 200 µg/m ³	$\text{Écart} \leq 20 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$20 \mu\text{g}/\text{m}^3 < \text{Écart} \leq 40 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$\text{Écart} > 40 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Influence de l'ozone (à 200 µg/m ³)	$\text{Écart} \leq 20 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$20 \mu\text{g}/\text{m}^3 < \text{Écart} \leq 40 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$\text{Écart} > 40 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Dérive à zéro à 3 semaines	$d_{\text{zéro}} \leq 20 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$20 \mu\text{g}/\text{m}^3 < d_{\text{zéro}} \leq 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$d_{\text{zéro}} > 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Dérive au point échelle (PE) à 3 semaines (à 200 µg/m ³)	$d_{\text{PE}} \leq 10 \%$	$10\% < d_{\text{PE}} \leq 15 \%$	$d_{\text{PE}} > 15 \%$
TERRAIN	Reproductibilité (u(bs,s))	$u(\text{bs},\text{s}) < 7,6 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$u(\text{bs},\text{s}) < 15 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$u(\text{bs},\text{s}) < 31 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Pente	$0,7 \leq p \leq 1,3$	$0,5 \leq p < 0,7$ ou $1,3 < p \leq 1,5$	$p < 0,5$ ou $p > 1,5$
	Linéarité	$R^2 \geq 0,75$	$0,5 \leq R^2 < 0,75$	$R^2 < 0,5$
	MAPE	$< 50\%$	de 50% à 100%	$> 100\%$
DIR 2008/50/EC	Saisie minimale de données	$\geq 90 \%$	de 14% à 90%	$< 14\%$
	Incertitude terrain (DQO@ 200µg/m ³)	$U \leq 25 \%$ ($U \leq 50\mu\text{g}/\text{m}^3$)	$25\% < U \leq 75 \%$ ($50 < U \leq 150\mu\text{g}/\text{m}^3$)	$75\% < U \leq 200\%$ ($150 < U \leq 400\mu\text{g}/\text{m}^3$)

3.2 Critères d'évaluation pour la mesure des PM_{2,5}

		PM _{2,5}		
		Division A	Division B	Division C
LABORATOIRE	Justesse (pente)	$0,7 \leq p \leq 1,3$	$0,5 \leq p < 0,7$ ou $1,3 < p \leq 1,5$	$p < 0,5$ ou $p > 1,5$
	Linéarité (de 0 à 120 µg/m ³)	$R^2 \geq 0,75$	$0,5 \leq R^2 < 0,75$	$R^2 < 0,5$
	Limite de détection	$LD \leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$5 \mu\text{g}/\text{m}^3 < LD \leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$LD > 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Répétabilité (à 80 µg/m ³)	$r \leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$5 \mu\text{g}/\text{m}^3 < r \leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$r > 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Influence de l'humidité relative (15% et 80%) à 80 µg/m ³	$\text{Écart} \leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$10 \mu\text{g}/\text{m}^3 < \text{Écart} \leq 15 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$\text{Écart} > 15 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Dérive à zéro à 3 semaines	$d_{\text{zéro}} \leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$5 \mu\text{g}/\text{m}^3 < d_{\text{zéro}} \leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$d_{\text{zéro}} > 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Dérive au point échelle (PE) à 3 semaines (à 80 µg/m ³)	$d_{\text{PE}} \leq 10 \%$	$10\% < d_{\text{PE}} \leq 15 \%$	$d_{\text{PE}} > 15 \%$
TERRAIN	Reproductibilité (u(bs,s))	$u(\text{bs},\text{s}) < 7,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$u(\text{bs},\text{s}) < 15 \mu\text{g}/\text{m}^3$	$u(\text{bs},\text{s}) < 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$
	Pente	$0,7 \leq p \leq 1,3$	$0,5 \leq p < 0,7$ ou $1,3 < p \leq 1,5$	$p < 0,5$ ou $p > 1,5$
	Linéarité	$R^2 \geq 0,75$	$0,5 \leq R^2 < 0,75$	$R^2 < 0,5$
	MAPE	$< 50\%$	de 50% à 100%	$> 100\%$
DIR 2008/50/EC	Saisie minimale de données	$\geq 90 \%$	de 14% à 90%	$< 14\%$
	Incertitude terrain (DQO@ 50µg/m ³)	$U \leq 50\%$ ($U \leq 25\mu\text{g}/\text{m}^3$)	$50 < U \leq 100\%$ ($25 < U \leq 50\mu\text{g}/\text{m}^3$)	$100 < U \leq 200\%$ ($50 < U \leq 100\mu\text{g}/\text{m}^3$)

3.3 Règle d'attribution de la division de performance

Pour attribuer la division de performance, il est proposé d'évaluer chaque réplica de manière individuelle selon 3 volets d'évaluation qui regroupent l'ensemble des critères mentionnés précédemment : l'évaluation en laboratoire, l'évaluation terrain (avec matrice réelle) et une évaluation combinée de l'incertitude de mesure et de la saisie minimale de données qui sont les deux critères retenus de la Directive 2008/50/EC. L'ensemble des notes obtenues pour chaque capteur et chaque critère sont concaténés selon le processus suivant pour aboutir à l'attribution de la division (A, B ou C) et synthétisé dans la Figure ci-après :

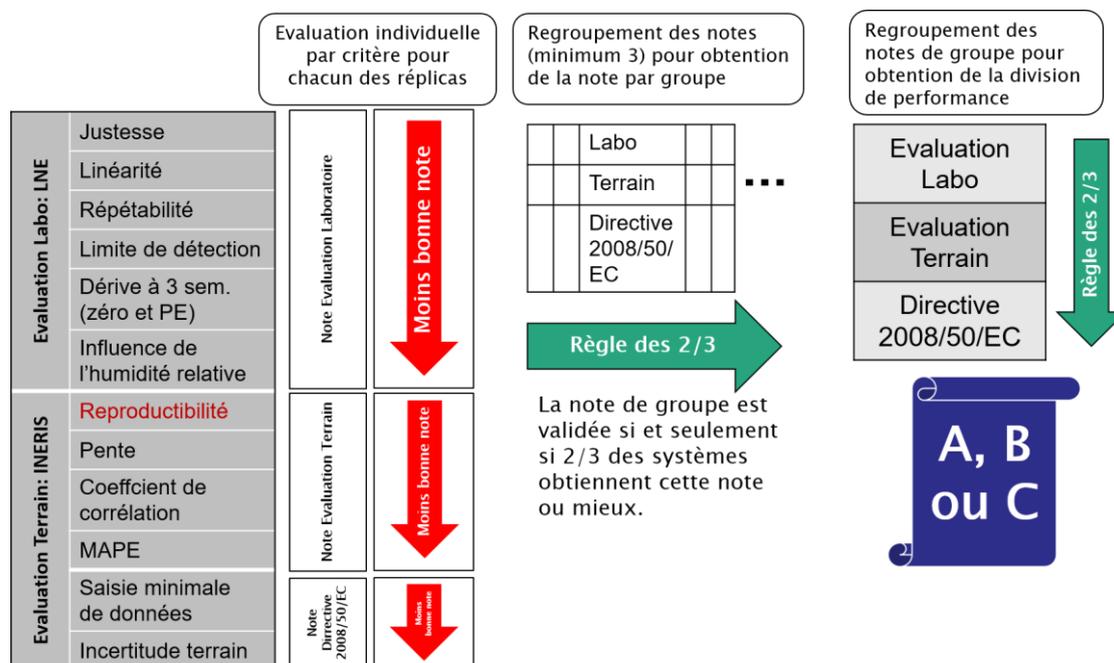


Figure 1 : Règles d'attribution de la division de performance

Étape 1 : Évaluation de la reproductibilité des systèmes : Comme indiqué précédemment la reproductibilité est évaluée sur l'ensemble des réplicas, soit une seule note résultante A, B, C ou hors critère. Si la note est hors critère, l'écart de reproductibilité est jugé trop important pour pouvoir délivrer un certificat. Le processus de certification s'arrête à ce stade. Si la note est A, B ou C, cette note est considérée pour chaque réplicas pour le critère reproductibilité pour l'étape 2 ;

Étape 2 : Évaluation individuelle des résultats des réplicas : chaque réplica est évalué de manière individuelle sur l'ensemble des critères présentés dans ce document. À chaque résultat est attribuée une note (A, B ou C) en fonction des tableaux de critères ci-dessus ;

Étape 3 (« moins bonne note » sur la Figure 1) : Regroupement des notes par volet d'évaluation pour chacun des réplicas : les notes (A, B ou C) par critères obtenues dans l'étape précédente sont regroupées afin d'obtenir une note "laboratoire", une note "terrain" et une note "Directive 2008/50/EC" pour chacun des réplicas. Le regroupement des notes se fait par la règle de la moins bonne obtenue. Cette étape permet ainsi la création d'un trio de notes individuelles pour chaque réplica ;

Étape 4 (« Règle des 2/3 » sur la Figure 1) : Regroupement des notes de l'ensemble des réplicas pour chaque volet d'évaluation : pour chaque volet d'évaluation (laboratoire, terrain et "Directive 2008/50/EC"), les notes obtenues pour chaque réplica sont agrégées selon la règle des 2/3, c'est-à-dire qu'un minimum de 2/3 des notes doivent être identiques (ou supérieures) pour justifier l'attribution de celle-ci (par exemple : B, B et C → C et A, B, C → B car la note A est au moins une note B) ;

Étape 5 (« Règle des 2/3 » sur la Figure 1) : **Regroupement des trois notes globales par volet d'évaluation pour l'obtention de la division de performance** : l'étape précédente a permis de générer un ensemble de 3 notes qui sont alors combinées à l'aide de la même règle des 2/3 pour donner la division de performance. Cependant, si la note obtenue à ce stade est supérieure à la note "Directive 2008/50/EC (incertitude et saisie minimale de données)", la division de performance sera abaissée au niveau de la note "Directive 2008/50/EC (incertitude et saisie minimale de données)".

4 ÉVALUATION DES SYSTEMES CAPTEURS EN LABORATOIRE

Cette partie décrit le mode opératoire mis en œuvre par le LNE pour évaluer les paramètres métrologiques des systèmes capteurs en laboratoire (7 semaines par système capteur). Elle est construite en prenant en compte les études suivantes :

- Protocole de détermination des caractéristiques de performance métrologique des micro-capteurs, N. Redon, F. Delcourt, S. Crunaire, N. Locoge, Rapport LCSQA/IMT Lille Douai, Mars 2017
- Mise en œuvre d'un protocole pour l'évaluation en laboratoire de micro-capteurs pour la mesure des concentrations massiques PM, N. Redon, S. Crunaire, B. Herbin, E. Morelle, F. Gaie-Levrel, T. Amodéo, Rapport LCSQA, Juillet 2018
- Développement d'un protocole pour l'évaluation en laboratoire des capteurs de PM, F. Gaie-Levrel, L. Brégonzio-Rozier, A. Bescond, T. Macé, Rapport LCSQA/LNE, Décembre 2019

4.1 Schéma du banc expérimental

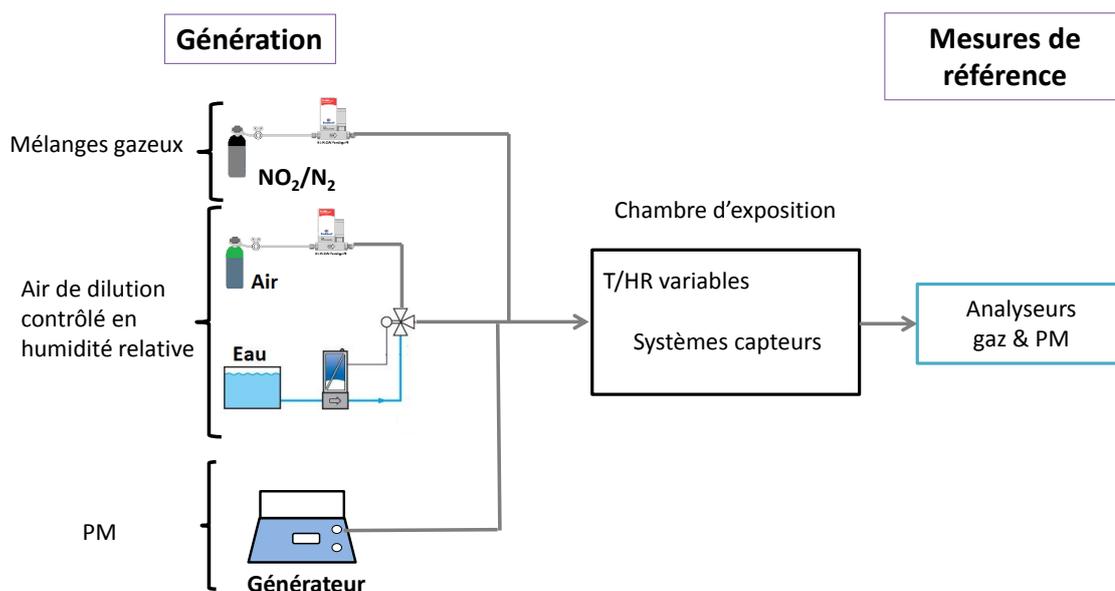


Figure 2 : Schéma du dispositif d'évaluation des paramètres métrologiques des systèmes capteurs en laboratoire

4.2 Description des matériels

4.2.1 Chambre d'exposition

La chambre d'exposition est constituée d'une enceinte en acier inoxydable qui a fait l'objet d'une passivation préalable et est équipée de modules :

- d'injection pour l'introduction des gaz et des particules,
- de prélèvement afin de connecter les différentes instrumentations.

Spécifications :

Température	20,0°C ± 0,5°C
Humidité relative	10% à 85% (±2%)
Pression	Pression ambiante

4.2.2 Instrumentation associée à la génération

4.2.2.1 Air de dilution contrôlé en humidité relative

Différents taux d'humidité relative sont générés dans la chambre d'exposition à partir d'une quantité d'eau régulée à l'aide d'un régulateur de débit massique (RDM) liquide et vaporisée dans un flux d'air.

Les essais sont réalisés à 3 taux d'humidité relative à savoir :

- 15 %HR (±2%)
- 50 %HR (±2%)
- 80 %HR (±2%)

4.2.2.2 Mélanges gazeux (NO₂)

Un mélange gazeux de dioxyde d'azote NO₂ est généré par dilution dynamique d'un mélange gazeux de NO₂/N₂ en bouteille avec un air de dilution contrôlé en humidité relative. Les débits des gaz sont régulés à l'aide de RDM étalonnés.

Les concentrations massiques en NO₂ des mélanges gazeux générés sont comprises entre 0 et 300 µg/m³.

4.2.2.3 Particules en suspension dans l'air (PM_{2,5})

La génération des particules en suspension dans l'air (PM_{2,5}) est réalisée par voie sèche ou voie humide qui permet d'alimenter une buse d'aérosolisation avec de faibles quantités d'échantillons.

Les concentrations massiques en PM_{2,5} des aérosols générés sont comprises entre 0 et 120 µg/m³.

4.2.3 Instrumentation associée aux mesures de référence

4.2.3.1 Suivi des conditions d'exposition

Un thermo-hygromètre étalonné est utilisé afin de mesurer la température et l'humidité relative dans la chambre d'exposition.

4.2.3.2 Mesure des concentrations de gaz (NO₂)

Un analyseur basé sur la chimiluminescence (conforme à la norme NF EN 14211) est utilisé pour effectuer les mesures de NO₂ dans la chambre d'exposition. L'appareil est étalonné au préalable avec des étalons gazeux générés par dilution dynamique de mélanges gazeux de NO/NO_x ayant une fraction molaire plus élevée.

4.2.3.3 Mesure des concentrations des particules en suspension (PM_{2,5})

La distribution granulométrique des particules générées dans la chambre d'exposition est mesurée à l'aide de deux instruments, à savoir le Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS) et l'Aerosol Particle Sizer (APS). Le SMPS permet de mesurer une distribution en nombre de particules dans une gamme de diamètres de mobilité électrique compris entre 10 nm et 1 µm, tandis que l'APS permet de déterminer la concentration particulaire en nombre en fonction du diamètre aérodynamique pour un domaine de taille allant de 0,6 à 20 µm. Les instruments sont étalonnés en taille avec des suspensions de référence (ex : billes de polystyrène).

Quant aux concentrations massiques particulières, elles sont mesurées à l'aide d'une microbalance TEOM 50°C ayant une bonne résolution temporelle (30s) et étant traçable au système international via un étalon de travail (générateur de particules).

4.3 Description des essais

L'installation des appareils ainsi que la prise en main seront réalisées en respectant les servitudes d'utilisation du fabricant/fournisseur du système capteur. Le fabricant/fournisseur pourra venir sur place donner les préconisations de mise en œuvre. Il devra s'assurer que le système fonctionne correctement et que l'acquisition des données est opérationnelle (concernant le composé NO₂, les valeurs devront être exprimées en µg/m³, en ppb ou en µmol/mol ; pour les PM_{2,5}, les valeurs devront être exprimées en µg/m³). Le fabricant/fournisseur devra également former le personnel du LNE à l'acquisition des données ou convenir avec lui d'une méthode permettant de s'assurer du bon fonctionnement du système capteur soumis à l'évaluation pendant la durée des essais. Le fabricant/fournisseur devra également s'assurer de mettre à disposition un interlocuteur disponible en cas de nécessité pendant la durée de l'évaluation.

4.3.1 Essais de justesse, de linéarité et détermination de la limite de détection

Les systèmes capteurs sont placés dans la chambre d'exposition.

L'évaluation de ces 3 caractéristiques de performance est effectuée en générant des concentrations massiques croissantes de NO₂ et de PM_{2,5}, à 20°C et à 50% d'humidité relative dans la chambre d'exposition.

- NO₂: jusqu'à une concentration massique de 300 µg/m³ ;
- PM_{2,5}: jusqu'à une concentration massique de 120 µg/m³.

Les réponses fournies par les systèmes capteurs sont exploitées lors des essais en montée et en descente en concentration.

Les réponses individuelles de chaque système capteur et les valeurs de référence sont relevées en continu.

4.3.2 Essais de répétabilité

L'évaluation de cette caractéristique de performance est effectuée à un niveau de concentration (NO₂ : 200 µg/m³ et PM_{2,5} : 80 µg/m³), à 20°C et à 50% d'humidité relative dans la chambre d'exposition.

Lorsque le palier de stabilité de concentration est atteint, les réponses individuelles de chaque système capteur sont relevées pendant une heure (au minimum 10 points).

4.3.3 Essais d'influence de l'humidité relative

Ces essais d'influence sont menés à un point échelle (NO₂ : 200 µg/m³ et PM_{2,5} : 80 µg/m³), à 20°C et à trois niveaux d'humidité relative dans la chambre d'exposition, à savoir :

- 15 %HR (±2%)
- 50 %HR (±2%)
- 80 %HR (±2%)

Pour chaque essai, les réponses individuelles de chaque système capteur sont relevées et pour chaque capteur, il sera pris en compte la valeur la plus défavorable.

4.3.4 Essais d'influence de l'ozone sur la réponse des systèmes capteurs de NO₂

Les systèmes capteurs sont placés dans la chambre d'exposition.

Ces essais d'influence sont effectués à une concentration de 200 µg/m³ de NO₂ avec et en absence d'une concentration d'ozone de 200 µg/m³, à 20°C et à 50 % d'humidité relative dans la chambre d'exposition.

Pour chaque essai, les réponses individuelles de chaque système capteur sont relevées avec et sans présence d'ozone.

4.3.5 Dérive à 3 semaines

La dérive à 3 semaines des systèmes capteurs est évaluée 3 semaines après le début des essais de linéarité (t_0). Durant ces 3 semaines, les systèmes capteurs subissent l'ensemble des tests décrits aux paragraphes 4.3.1 à 4.3.4.

L'évaluation de cette caractéristique de performance est effectuée à zéro et à un point échelle (NO₂ : 200 µg/m³ et PM_{2,5} : 80 µg/m³), à 20°C et à 50 % d'humidité relative.

Pour chaque essai, les réponses individuelles de chaque système capteur sont relevées.

4.4 Description du traitement des données pour l'évaluation des paramètres

4.4.1 Justesse

La justesse du système capteur est évaluée en calculant les pentes (b) et les ordonnées à l'origine (a) de la droite de régression entre les réponses des systèmes capteurs et les valeurs de référence.

Elles sont calculées suivant les formules ci-après :

$$b = \frac{\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum(x_i - \bar{x})^2}$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Avec : x_i la valeur de référence i
 \bar{x} la moyenne des valeurs de référence
 y_i la réponse i du système capteur
 \bar{y} la moyenne des réponses i du système capteur

La valeur obtenue pour b est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.2 Linéarité

La linéarité de chaque système capteur est évaluée en calculant le coefficient de régression R^2 de la droite de régression linéaire entre les réponses des systèmes capteurs et les valeurs de référence.

Il est calculé suivant la formule ci-après :

$$R^2 = \frac{(\sum(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}))^2}{\sum(x_i - \bar{x})^2 \sum(y_i - \bar{y})^2}$$

Avec : x_i la valeur de référence i
 \bar{x} la moyenne des valeurs de référence
 y_i la réponse i du système capteur
 \bar{y} la moyenne des réponses i du système capteur

La valeur obtenue pour R^2 est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.3 Répétabilité

La répétabilité (r) est évaluée en calculant l'écart-type des réponses des systèmes capteurs obtenues.

$$r = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n}}$$

Avec : y_i la réponse i du système capteur

\bar{y} la moyenne des réponses i du système capteur

La valeur obtenue pour r est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.4 Limite de détection (LD)

La limite de détection des systèmes capteurs est calculée à partir de la moyenne des réponses du système capteur (V_0) et de l'écart-type sur la moyenne des réponses du système capteur ($\sigma_{\text{zéro}}$) pour un gaz exempt de NO₂ et de particules selon la formule suivante :

$$LD = \frac{|a| + 3u_b}{|b|}$$

Avec : $|a|$ l'ordonnée à l'origine absolue

u_b l'incertitude-type sur la pente

b la pente de la droite de régression

La valeur obtenue pour LD est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.5 Influence de l'humidité relative

L'écart pour déterminer l'influence d'une humidité relative de 15% ou 80% sur la réponse des systèmes capteurs est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Ecart HR (15\% ou 80\%)} = \bar{y} (15\%HR \text{ ou } 80\%HR) - \bar{y} (50\%HR)$$

Avec : $\bar{y} (15\%HR \text{ ou } 80\%HR)$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues à une humidité relative de 15% ou 80%

$\bar{y} (50\%HR)$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues à une humidité relative de 50%

La valeur obtenue pour l'écart est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.6 Essais d'influence de l'ozone sur la réponse des systèmes capteurs de NO₂

L'écart pour déterminer l'influence de l'ozone sur la réponse des systèmes capteurs de NO₂ est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Ecart Influence ozone} = (\bar{y} (\text{en présence d'ozone}) - \bar{y} (\text{en l'absence d'ozone}))$$

Avec : $\bar{y} (\text{en présence d'ozone})$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues en présence d'ozone

$\bar{y} (\text{en l'absence d'ozone})$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues en l'absence d'ozone

La valeur obtenue pour l'écart est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.4.7 Dérive à 3 semaines

La dérive à 3 semaines à zéro est calculée selon la formule suivante :

$$D_{\text{zéro}} = (\bar{y}(t_0 + 3 \text{ semaines}) - \bar{y}(t_0))$$

Avec : $\bar{y}(t_0 + 3 \text{ semaines})$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues lors des essais à $t_0 + 3$ semaines à zéro

$\bar{y}(t_0)$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues lors des essais de linéarité à t_0 à zéro

La dérive à 3 semaines au point échelle est calculée selon la formule suivante :

$$D_{\text{PE}} = \frac{\bar{y}(t_0 + 3 \text{ semaines}) - \bar{y}(t_0)}{200 (\text{NO}_2) \text{ ou } 80 (\text{PM}_{2,5})} \times 100$$

Avec : $\bar{y}(t_0 + 3 \text{ semaines})$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues lors des essais à $t_0 + 3$ semaines au point échelle

$\bar{y}(t_0)$ la moyenne des réponses i du système capteur obtenues lors des essais de linéarité à t_0 au point échelle

La valeur obtenue pour $d_{\text{zéro}}$ et d_{PE} est comparée aux critères du § 3.1 ou du §3.2.

4.5 Conclusion

Au terme de ces essais, **une note « laboratoire » sera établie à partir de l'exploitation des résultats conformément aux règles indiquées au paragraphe 3.3.**

5 EVALUATION DES SYSTEMES CAPTEURS EN AIR EXTERIEUR ET DOPAGE DE MATRICE REELLE

Ce chapitre décrit le protocole qui est mis en œuvre lors de l'évaluation des systèmes capteurs en conditions atmosphériques réelles associées à un système de dopage de matrice réelle. Cette évaluation se déroule sur une période allant de 4 semaines minimum à 6 semaines maximum pour l'ensemble des répliques.

5.1 Schéma du dispositif d'évaluation

Le dispositif utilisé (Figure 3) permet une exposition homogène et simultanée de plusieurs systèmes capteurs et des appareils de référence à un mélange d'air extérieur enrichi en particules générées artificiellement (Rapport INERIS DRC-16-152318-06089A, Développement d'un système de dopage PM pour la réalisation de comparaisons inter-laboratoires des analyseurs automatiques des PM, Juin 2016), via la nébulisation d'un mélange liquide de sels. La génération de mélange gazeux est assurée par dilution dynamique de bouteille de gaz à haute concentration.

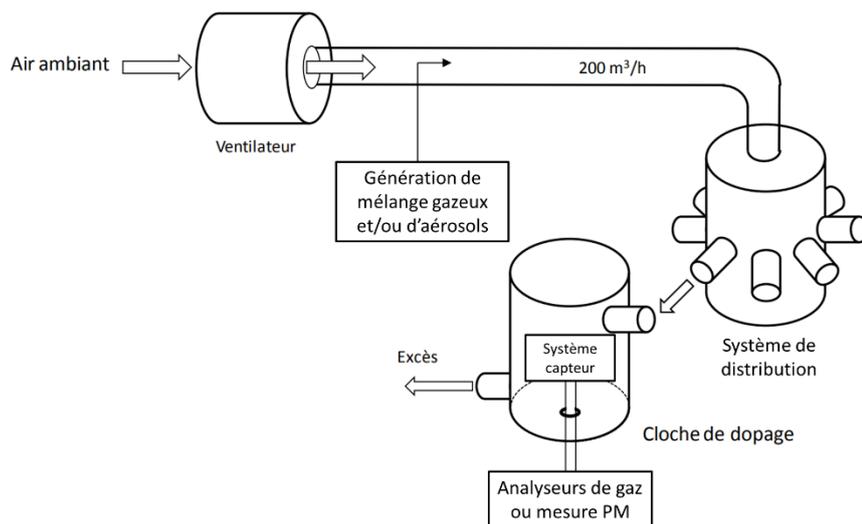


Figure 3 : Schéma du système utilisé lors de l'évaluation des systèmes capteurs avec dopage de matrice d'air extérieur.

Ce dispositif comprend en première étape un ventilateur à vitesse réglable qui canalise l'air extérieur dans un circuit composé d'un système de distribution qui répartit de manière homogène l'air dopé dans huit cloches (Figure 4). Sur ces huit cloches, trois sont dédiées aux appareils de mesures de référence, laissant ainsi cinq cloches disponibles pour l'installation des systèmes capteurs.



Figure 4 : Remorque d'essais (gauche) et cloche de dopage (droite) utilisée lors des exercices de comparaisons inter-laboratoires des analyseurs automatiques de PM.

5.2 Description des matériels

Les mesures des polluants seront assurées à l'aide d'analyseurs dits de référence et respectant les exigences des Directives Européennes 2008/50/CE et 2015/14/80) :

- Dioxyde d'azote NO_2 : le dioxyde d'azote sera mesuré à l'aide d'un analyseur par chimiluminescence (conforme à la norme NF EN 14211) ;
- Particules en suspensions $\text{PM}_{2,5}$: le contrôle de la concentration sera assuré à l'aide de deux techniques. Une microbalance TEOM FDMS 1400AB + MODULE 8500C sera utilisée pour fournir la valeur horaire de la concentration massique selon une méthode équivalente à la méthode de référence (NF EN 12341). Cependant, le pas de temps de mesure ne permettant pas d'assurer le suivi dynamique des concentrations particulaires, un FIDAS 200S (analyseur automatique équivalent à la méthode de référence) sera également utilisé pour fournir une réponse avec un pas de temps similaire à celui des capteurs de PM. Comme pour les essais

en laboratoire, une vérification de la dispersion granulométrique à l'aide d'un APS et d'un SMPS sera réalisée avant la phase de dopage particulaire ;

Chaque analyseur de gaz et de particule sera au préalable étalonné en respectant les bonnes pratiques en vigueur.

5.3 Description des essais avec dopage de matrice réelle

Cette procédure d'essai sera divisée en 5 phases successives :

- Phase préliminaire - prise en main/installation :

L'installation des appareils ainsi que la prise en main seront réalisées en respectant les conseils du fabricant/fournisseur du système capteur. Le fabricant/fournisseur pourra laisser le soin au personnel d'Ineris d'effectuer l'installation conformément aux documents fournis lors de la constitution du dossier de certification : manuel d'utilisation ou manuel d'installation, par exemple. Il aura également la possibilité de venir lui-même sur place installer le système et donner les préconisations d'utilisation si les systèmes capteurs requièrent des compétences spécifiques. Dans le premier cas, une visite du fabricant/fournisseur sera organisée avant le démarrage des essais pour s'assurer de la conformité de l'installation et la valider.

Quel que soit le cas de figure, le fabricant/fournisseur devra s'assurer que les systèmes capteurs fonctionnent correctement et que l'acquisition des données est active. Il devra également former le personnel de l'Ineris à l'acquisition des données ou convenir avec lui d'une méthode permettant de s'assurer du bon fonctionnement des systèmes capteurs soumis à l'évaluation pendant la durée des essais. Le fabricant/fournisseur devra également s'assurer de mettre à disposition un interlocuteur disponible en cas de nécessité pendant la durée de l'évaluation.

- Phase 1 – Adaptation du système capteur :

A la demande du fabricant/fournisseur, les systèmes capteurs pourront être installés puis laissés à l'air extérieur durant une durée de maximum 2 semaines de manière à laisser la possibilité d'adapter les systèmes capteurs aux conditions environnementales du site. Un minimum de 48h obligatoire sera dans tous les cas observés avant le début des essais d'évaluation de manière à conditionner les systèmes capteurs, ou à permettre aux éléments sensibles d'atteindre leur fonctionnement optimal. Cette étape sera réalisée avec le montage définitif (base de fixation des cloches uniquement, cloches déposées). Le fabricant/fournisseur devra s'assurer lors de l'installation que les dispositifs de fixation n'entraînent pas un dysfonctionnement des systèmes évalués. Cette période sera également utilisée pour vérifier le bon fonctionnement du système d'acquisition des données.

- Phase 2 – Evaluation en air extérieur :

Durant cette étape, les systèmes capteurs sont laissés à l'air extérieur pendant deux semaines, installés sur les supports de cloches. Les valeurs de référence sont récupérées pour assurer un suivi continu des performances des systèmes capteurs évalués.

- Phase 3 – Evaluation des systèmes capteurs de gaz / dopage sous cloche :

Deux séries de 4 niveaux (air extérieur seul sans dopage + 3 concentrations) sont réalisées. Des tests avec présence d'ozone, interférent gazeux majeur des systèmes capteurs NO₂, seront également effectués de manière à évaluer la sensibilité du système capteur en présence de l'interférent seul et du mélange interférent et polluant d'intérêt, sensibilité à prendre en compte dans le calcul de l'incertitude.

Gamme de concentration de dioxyde d'azote NO₂ ajoutée : 40-150 µg/m³.

Phase 4 – Évaluation des systèmes capteurs de PM_{2,5} / dopage sous cloche :

Une série de quatre niveaux de concentrations de particules fines en suspension (air extérieur seul sans dopage + 3 concentrations) sera réalisée.

Gamme de concentration : PM_{2,5} : 50-150 µg/m³.

5.4 Description des méthodes d'évaluation des paramètres

Comme décrit dans l'introduction, cette évaluation a pour objectif de caractériser le comportement du système capteur dans le cadre de la surveillance de la qualité de l'air extérieur en point fixe. Ainsi, différents critères métrologiques sont évalués.

5.4.1 Coefficient de reproductibilité

La reproductibilité de mesure du système sera calculée à partir des phases de dopages en gaz et particules fines par comparaison entre chacun des trois réplicas de système capteur candidat. Cette dispersion des données témoigne de l'écart de reproductibilité entre différents réplicas d'un même système. La reproductibilité est le seul paramètre d'évaluation qui assume un caractère éliminatoire.

Cette variation est estimée par l'incertitude entre réplicas (« moyenne des écarts ») en utilisant la formule suivante sur l'ensemble des réplicas :

$$u(bs, s) = \left(\frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^p (y_{i,j} - y_m)^2}{n(p-1)} \right)^{\frac{1}{2}}$$

où

$y_{i,j}$	données du système capteur j pour la période i ;
y_m	valeur moyenne des données des systèmes capteurs pour la période i ;
n	nombre de données;
p	nombre de réplicas.

La valeur obtenue est comparée aux critères du § 3.1 ou du § 3.2.

5.4.2 Saisie minimale de données

La **saisie minimale de données** de chaque système capteur comparé aux méthodes de références respectives est calculé à partir de la publication de B. Fishbain et al.² intitulée "An evaluation tool kit of air quality micro-sensing units". Le calcul proposé par B. Fishbain et al. est compatible avec les exigences de la Directive 2008/50/EC³ ainsi qu'avec celles décrites dans le *Guide méthodologique pour le calcul des statistiques relatives à la qualité de l'air*⁴.

Au-delà de la capacité du système à fournir des informations en continu, la saisie minimale de données permet d'évaluer la qualité du système d'envoi et de partage des données. Au meilleur des cas, c'est-à-dire lorsque le taux de 100%, le système capteur n'a subi aucune déconnection ni perte de données et suffisamment de données sont disponibles pour être exploitées.

² Science of the Total Environment 575 (2017) 639-648

³ Directive 2008/50/EC of the European Parliament and the Council of 21 May 2008 on Ambient Air Quality and Cleaner Air for Europe, <https://eur-lex.europa.eu/eli/dir/2008/50/2015-09-18>

⁴ Guide méthodologique pour le calcul des statistiques relatives à la qualité de l'air, L. Malherbe, M. Beauchamp, Rapport LCSQA/Ineris, Juin 2016

La valeur obtenue est comparée aux critères du § 3.1 ou du § 3.2.

5.4.3 Justesse et linéarité en conditions réelles

Ces critères sont déterminés en traçant le graphique des concentrations mesurées par les systèmes capteurs en fonction des concentrations mesurées par les instruments de référence. Ce graphique permet ensuite de tracer la courbe de corrélation en utilisant une régression linéaire comme modèle de corrélation.

Ainsi, **la valeur de la pente** caractérise la capacité du système capteur à produire des mesures justes par rapport à l'instrument de référence. Si les deux mesures sont identiques, la pente idéale sera égale à 1.

Le R^2 , appelé **coefficient de détermination**, caractérise la capacité du capteur à produire des mesures fidèles au regard des mesures de référence. On appelle cette caractéristique "la dispersion des mesures" et sa valeur idéale de 1 signifie que le capteur et la méthode de référence sont parfaitement synchrones.

Les valeurs obtenues pour la pente et le R^2 sont comparées aux critères du § 3.1 ou du § 3.2.

5.4.4 MAPE

Le **MAPE (Mean Absolute Percentage Error)** correspond à la moyenne des écarts en valeur absolue entre mesures modélisées selon le modèle linéaire du chapitre 5.4.3 et les mesures de référence rapportées aux valeurs de référence, calculée comme suit :

$$MAPE = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \frac{|référence_k - modélisée_k|}{référence_k}$$

Il traduit la dispersion des erreurs après application de la correction par le modèle de régression linéaire.

La valeur obtenue est comparée aux critères du § 3.1 ou du § 3.2.

5.4.5 Calcul d'incertitude à la valeur limite à partir des données « terrain »

Une incertitude globale intégrant l'ensemble des facteurs d'influence sur la mesure capteur sur la période des essais terrains (air ambiant + dopage) est également calculée selon la formule suivante.

$$U(C_i) = k \sqrt{\frac{RSS}{(n-2)} - u_{bs, RM}^2 + [a + (b-1) \cdot RV]^2}$$

où

$U(C_i)$ l'incertitude de mesure étendue du système C_i exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$;

RSS la somme des carrés des résidus résultant de la régression linéaire ;

$u_{bs, RM}$ l'incertitude de reproductibilité de la méthode de référence, en $\mu\text{g}/\text{m}^3$;

a valeur de l'ordonnée à l'origine

b pente de la régression linéaire

RV valeur de référence

n nombre de données sur la période de temps

k facteur de couverture reflétant le nombre de degrés de liberté. Compte tenu du grand nombre de résultats expérimentaux disponibles, un facteur de couverture de ≈ 2 peut être utilisé

La valeur de référence est prise égale à la valeur limite horaire de $200\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le NO_2 , comme décrite dans la Directive 2008/50/EC, et égale à $50\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour les $\text{PM}_{2,5}$, qui correspond à la valeur limite journalière pour les PM_{10} car il n'existe pas de valeur équivalente journalière pour les $\text{PM}_{2,5}$.

La somme des carrés des résidus résultant de la régression linéaire est calculée à partir de la formule :

$$RSS = \sum_{i=1}^n (y_i - a - bx_i)^2$$

où

x_i les données de l'appareil de référence $\mu\text{g}/\text{m}^3$

y_i les données du système capteur en $\mu\text{g}/\text{m}^3$

La valeur d'incertitude obtenue est comparée aux critères du § 3.1 ou du § 3.2.

5.5 Correction de la pente et du décalage à l'origine post-évaluation

Dans le cadre des travaux normatif CEN/TC264/WG42 en cours, il est possible d'appliquer une **correction** de la pente et/ou du décalage à l'origine afin de réduire l'incertitude de mesure terrain **dans le cas d'une erreur systématique sur l'ensemble des réplicas**. Ces corrections étant dépendantes du milieu d'utilisation, dans le cas où **différents facteurs de correction sont nécessaires** pour les différents réplicas testés dans le cadre de ces essais, le système sera **évalué à partir des données non corrigées**.

En cas de correction, **il est cependant impératif que celle-ci soit identique pour l'ensemble des systèmes capteurs sur l'ensemble du jeu de données**. De plus, si une correction de la pente et/ou du décalage à l'origine est appliquée afin de réduire l'incertitude de mesure, le système doit alors avoir la possibilité d'appliquer une telle correction et les utilisateurs doivent être informés de l'obligation d'appliquer ces corrections afin de maintenir la division obtenue lors de l'évaluation. Le rapport d'évaluation fera alors mention des deux notes obtenues avant et après correction.

Selon le type de correction appliquée (pente uniquement, décalage à l'origine uniquement ou pente et décalage à l'origine), des termes supplémentaires sont ajoutés à la formule de calcul d'incertitude comme indiqué ci-dessous :

- correction du décalage à l'origine :

$$U(C_i, \text{corr}) = k \sqrt{\left(\frac{RSS}{(n-2)} - u_{bs, RM}^2\right) + [c + (d-1) \cdot RV]^2 + u_a^2}$$

- correction de la pente :

$$U(C_i, \text{corr}) = k \sqrt{\left(\frac{RSS}{(n-2)} - u_{bs, RM}^2\right) + [c + (d-1) \cdot RV]^2 + (RV^2 \cdot u_b^2)}$$

- correction de la pente et du décalage à l'origine :

$$U(C_i, \text{corr}) = k \sqrt{\left(\frac{RSS}{(n-2)} - u_{bs, RM}^2\right) + [c + (d-1) \cdot RV]^2 + u_a^2 + (RV^2 \cdot u_b^2)}$$

où

$U(C_i, \text{corr})$ l'incertitude de mesure étendue du système C_i exprimée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$

u_a^2 le carré de l'incertitude de l'ordonnée à l'origine avant correction

u_b^2 le carré de l'incertitude de la pente avant correction

- c* valeur de l'ordonnée à l'origine après correction
- d* pente de la régression linéaire après correction