

# Déclaration de vérification

Environmental Technology Verification



<b>Technologie</b>	In'Air µF-1 : Analyseur microfluidique transportable pour la détection du formaldéhyde en air intérieur
<b>Numéro d'enregistrement</b>	LNE040003
<b>Numéro d'identification LNE</b>	34700-0
<b>Date d'émission</b>	25/09/2018

Organisme de vérification		Proposant	
Nom	Laboratoire national de métrologie et d'essais	Nom	In'Air Solutions
Contact	M. Pascal Prudhon	Contact	Mme Stéphanette Englaro
Adresse	1 rue Gaston Boissier 75015 Paris	Adresse	25, Rue Becquerel - Bâtiment 71A 67087 STRASBOURG (France)
Téléphone	01 40 43 37 40	Téléphone	06 66 09 50 58
Courriel	etv@lne.fr	Courriel	senglaro@inairsolutions.fr
Internet	<a href="http://www.lne.fr">http://www.lne.fr</a>	Internet	<a href="http://www.inairsolutions.fr/">http:// www. inairsolutions.fr/</a>

*Pour le Directeur de la Certification du LNE*

*La Présidente de la société In'Air Solutions*

Le programme de vérification ETV (*Environmental Technology Verification*) permet de vérifier de manière indépendante les performances des technologies environnementales innovantes<sup>1</sup>.

Ce document constitue la déclaration de vérification. Il atteste des performances qui ont été vérifiées selon la procédure décrite dans le General Verification Protocol rédigé par la Commission européenne<sup>2</sup>.

## I. Description de la technologie

In'Air Solutions propose un analyseur microfluidique transportable, « In'Air  $\mu$ F-1 », pour la détection du formaldéhyde en air intérieur.

Le piégeage du formaldéhyde gazeux se fait en solution aqueuse via un écoulement annulaire et réaction « in situ » avec un réactif spécifique au moyen d'un système de thermorégulation. L'ensemble est suivi d'un dispositif de détection par spectroscopie de fluorescence.



Une pompe à gaz permet d'aspirer de façon contrôlée et continue à l'aide d'un régulateur de débit massique, une quantité prédéterminée de phase gazeuse comprenant le formaldéhyde gazeux à analyser. La phase gazeuse aspirée est ensuite transportée dans des tubes capillaires jusqu'à la cellule de piégeage.

En parallèle une pompe péristaltique permet d'injecter une quantité prédéterminée de solution contenant le réactif et de la faire circuler dans des tubes capillaires jusqu'à la cellule de piégeage.

Le formaldéhyde gazeux est piégé en phase aqueuse au sein d'un capillaire de piégeage.

Une fois le mélange du composé gazeux et du réactif établi, il passe dans un tube capillaire placé dans un système de thermorégulation qui permet d'accélérer la réaction.

Avant l'entrée du four, le flux gazeux est évacué via un tube microporeux qui laisse passer les gaz mais pas les liquides.

Le produit de réaction est ensuite détecté par spectroscopie de fluorescence.

L'analyseur proposé par In'Air Solutions est utilisé selon un mode d'exposition "actif": l'air contenant le composé à analyser est introduit de façon dynamique dans le dispositif microfluidique au moyen d'une pompe. Le débit d'air est contrôlé au moyen d'un régulateur de débit massique.

Ce dispositif permet des mesures en continu, avec un pas de temps de l'ordre de quelques secondes, avec un affichage du résultat de mesure avec un décalage de 10 à 20 min (temps de réaction) et une précision optimale.

1 – Plus d'information sur le programme ETV sur les sites <http://iet.jrc.ec.europa.eu/etv/> et <http://www.verification-etv.fr/>

2 – Le General Verification Protocol (GVP) est disponible à l'adresse <http://iet.jrc.ec.europa.eu/etv/reference-documents>

Le microanalyseur fonctionne sur le secteur. C'est une valisette pesant moins de 6kg. Il est donc transportable.

Le traitement des données brutes ne sera pas détaillé pour des raisons de confidentialité. Le calcul des concentrations en formaldéhyde gazeux nécessite une correction par un blanc de réactif. Aussi une séquence de mesure du formaldéhyde présent dans l'air intérieur fait nécessairement intervenir une phase de mesure de blancs, dont la fréquence dépend de son exposition.

Une interface informatique embarquée, permet de piloter l'ensemble du dispositif microfluidique (pilotage des pompes) et de paramétrer l'appareil (création de séquences d'analyses, et traitement du signal). Le retraitement des données peut se faire à l'aide d'un logiciel externe appelé  $\mu$ HCHO.exe.

Les mesures sont visibles en temps réel (au décalage lié au temps de réaction près) via un écran numérique placé sur la valisette de l'analyseur.

## II. Applications

### ▶ II.1 Matrices

La matrice visée par la technologie est l'air.

### ▶ II.2 Objectifs

L'analyseur microfluidique a pour objectif de :

- diagnostiquer la qualité de l'air intérieur,
  - rechercher des sources d'émissions de certains matériaux de construction,
- dans l'habitat, les établissements recevant du public (ERP) ou en milieu tertiaire (bureaux, espaces de travail sans pollution spécifique), dans des conditions usuelles de température et d'humidité relative.

### ▶ II.3 Conditions opérationnelles de mise en œuvre

La technologie vérifiée est destinée à être utilisée dans un contexte de surveillance de la qualité de l'air intérieur.

## ► II.4 Récapitulatif des paramètres de performance

Afin d'évaluer la capacité de l'analyseur microfluidique à réagir aux sollicitations environnementales en atmosphère contrôlée (concentrations en formaldéhyde, température, humidité), les paramètres de performances suivants ont été vérifiés :

- la linéarité,
- la justesse,
- les limites de détection et de quantification,
- la répétabilité,
- la reproductibilité,
- et la robustesse.

## III. Conception des tests

### ► III.1 Données existantes et données nouvelles

Les données fournies par In'Air Solutions font état de différentes évaluations de performance de l'analyseur lorsqu'il était encore en phase développement.

Aussi compte tenu du fait que les versions testées ne correspondent pas à celles proposées dans le cadre de cette vérification, les données fournies n'ont pas été retenues.

### ► III.2 Conditions de laboratoire ou de terrain

L'ensemble des tests a été réalisé en laboratoire.

### ► III.3 Compositions des matrices

Afin de vérifier la technologie, des mélanges gazeux de formaldéhyde ont été générés à différentes concentrations et taux d'humidité, tels que définis dans le protocole de vérification..

### ► III.4 Paramètres des tests et des analyses

Les paramètres opérationnels influant sur les paramètres de performance sont les suivants :

- la température
- L'humidité relative.

Les paramètres opérationnels pour lesquels les valeurs ci-dessus ont été obtenues sont cités dans les tableaux du paragraphe IV.1.



### ► III.5 Paramètres des tests et des analyses / Résumé des méthodes de tests et d'analyses / Paramètres mesurés

Le tableau ci-dessous décrit, pour chaque paramètre mesuré, les tests préconisés ainsi que les essais réalisés.

paramètre(s) évalué(s)	Description	Essais réalisés
<b>(a) Evaluer les paramètres métrologiques du dispositif :</b> . répétabilité . reproductibilité . linéarité . limite de détection "LOD" . limite de quantification "LOQ"	A partir d'échantillons de formaldéhyde de concentrations connues dans une matrice "air", évaluer : . (a.1.) la linéarité / sensibilité (sur une gamme de 0 à 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$ de formaldéhyde dans l'air). . (a.2.) la LOD . (a.3.) la LOQ . (a.4.) la répétabilité . (a.5.) la reproductibilité	Pour 4 concentrations en formaldéhyde réparties sur la gamme : 10 - 50 - 75- 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$  A température et humidité fixées (conditions ambiantes : température : 21 +/- 2 °C ; humidité relative : 50 +/- 15 %)  Avec suivi en continu de la concentration générée en formaldéhyde par tube de perméation, avec suivi de l'humidité et de la température.  Avec suivi du débit de la pompe pour les prélèvements pour les tubes de DNPH.
<b>(b) Evaluer la justesse</b>	A partir d'échantillons de formaldéhyde de concentrations connues dans une matrice "air" :  (b) évaluer la justesse sur une gamme de concentrations en formaldéhyde de 0 à 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$	
<b>(c) Evaluer la robustesse (température, humidité)</b>	(c) Etudier l'influence de l'humidité (comprise entre 20 % et 80 %) sur la mesure de la concentration en formaldéhyde dans une matrice "air", sur le domaine de linéarité de l'analyseur, en fonction de la température de l'air prélevé (de 15 °C à 40 °C)	Pour 3 concentrations en formaldéhyde réparties sur la gamme : 10 - 50 - 100 $\mu\text{g.m}^{-3}$  Pour des conditions de température et d'humidité contrôlées : <ul style="list-style-type: none"> <li>• à humidité fixée à 50 % HR et température variable : 21 ou 40 °C</li> <li>• à température fixée à 21 °C et humidité relative variable : 20, 50 ou 80 %HR</li> </ul>

## IV. Résultats de la vérification

### ▶ IV.1 Paramètres de performances

#### *Avertissement*

*Comme le prévoyait le protocole de vérification spécifique, les performances de l'analyseur microfluidique de formaldéhyde développé par la société In'Air Solutions ont été déterminées sur deux instruments.*

*A l'issus de la campagne de tests de vérification, des tests complémentaires ont été menés par le proposant sur un des analyseurs et un dysfonctionnement, jamais observé auparavant, a été mis en évidence. Cette défaillance était due à la partie électronique qui pilote l'alimentation de la LED.*

*Les conséquences sont la variation de l'intensité du signal de détection et donc une augmentation du bruit de fond, qui engendre une réduction de la gamme de travail de l'appareil. Ce dysfonctionnement a été résolu en opérant à des nouveaux réglages de la partie électronique.*

*Pour des raisons de calendrier et de coût, il n'a pas été possible de tester à nouveau l'analyseur au sein de l'organisme de tests pour le vérifier.*

*Fort de cette expérience, In'Air Solutions a modifié le protocole d'étalonnage et de tests systématiques auxquels est soumis chaque analyseur de formaldéhyde avant sa mise en service chez un client pour s'assurer de l'absence de ce dysfonctionnement et permettre son traitement le cas échéant.*

*Les mesures prises par le proposant à l'issus de cette campagne de vérification pour éliminer le disfonctionnement rencontré, sont jugées satisfaisantes par l'organisme de tests pour garantir l'obtention des performances métrologiques équivalentes à celles vérifiées sur l'autre analyseur de formaldéhyde testé. Aussi seuls les résultats de vérification, obtenus pour l'analyseur microfluidique « In'Air  $\mu$ F-1 » de numéro de série T0000001, issus de la fabrication s43/16 et de référence 549-1431DF777 IND01, sont présentées dans cette déclaration.*

Performance métrologique testée	Résultats obtenus
<b>Linéarité</b>	
	Bonne linéarité sur la gamme 0-100 µg/m <sup>3</sup>
<b>Justesse</b>	
à 10 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de -23%
à 50 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 4%
à 75 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 9%
à 100 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 10%
<b>Répétabilité</b>	
à 10 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 10%
à 50 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 5%
à 75 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 2%
à 100µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 2%
<b>Reproductibilité</b>	
à 10 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 17%
à 50 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 5%
à 75 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 3%
à 100 µg/m <sup>3</sup>	Ecart relatif moyen de 4%
<b>Limite de détection</b>	
	3,7 µg/m <sup>3</sup>
<b>Limite de quantification</b>	
	7,3 µg/m <sup>3</sup>
<b>Robustesse à 10, 50 et 100 µg/m<sup>3</sup></b>	
<b>Influence de la température</b>	Influence de la température à 40°C à 100 µg/m <sup>3</sup> , aucune influence à 50 µg/m <sup>3</sup> , moindre influence à 10 µg/m <sup>3</sup>
<b>Influence de l'humidité relative</b>	Pas d'influence significative de l'humidité relative de 20 à 80% HR à 50 et 100 µg/m <sup>3</sup>

## ▶ IV.2 Paramètres opérationnels

Pour l'ensemble des essais, les analyseurs ont été utilisés en mode « séquence ». Une séquence de mesure du formaldéhyde fait intervenir une phase de mesure de blancs en début et en fin de séquence car le calcul des concentrations en formaldéhyde gazeux nécessite une correction par un blanc de réactif. Pour effectuer les analyses de blanc, une bouteille d'air (de type AlphaGaz 2) a été connectée à l'entrée des analyseurs prévue à cet effet et munie d'une cartouche de DNPH.

Selon les préconisations du proposant, une analyse doit durer au minimum 30 min pour atteindre la stabilité du signal mesuré, aussi, la durée de chaque analyse a été fixé à 40 min.

## ▶ IV.3 Paramètres environnementaux

Sans objet

## ▶ IV.4 Paramètres supplémentaires

Sans objet

## V. Informations supplémentaires

Dans le rapport de tests, le département "Métrologie des gaz et des aérosols" qui a réalisé les essais a proposé un retour « utilisateur » suite à la mise en œuvre de l'analyseur, sa maintenance (criticité de certains éléments) et sur la convivialité du logiciel de pilotage et de retraitement des résultats.

En effet, le département attire notamment l'attention sur le fait que certains éléments de consommable n'étaient pas facile d'accès et que leur changement nécessitait une certaine habileté pour être changés, tels que les tubes micro-poreux et les cartouches de DNPH.

Il a été également noté que les tubes micro-poreux, qui permettent l'évacuation des gaz avant la détection, étaient des éléments critiques pour l'obtention d'un signal stable et peu bruité. Au cours des tests, les analyseurs ont été soumis à des sollicitations environnementales (changement de concentrations en formaldéhyde et de conditions atmosphériques) brutales par rapport aux conditions d'utilisation pour lesquels ils sont prévus et il a été nécessaire de les changer à plusieurs reprises (une fois par semaine). Leur remplacement s'est avéré difficile puisqu'ils sont placés vers le fond du boîtier de l'analyseur et une longue phase de purge du circuit pour accélérer l'évacuation de bulles d'air résiduelles doit être appliquée pour retrouver un signal satisfaisant.

La durée de vie du réactif s'est avérée également critique puisque son vieillissement a entraîné une augmentation de la ligne de base au cours des essais. Après renouvellement du réactif, la ligne de base est revenue à un niveau acceptable. C'est pourquoi le proposant préconise l'utilisation d'un volume maximal de réactif de 100 ml.



## VI. Assurance qualité et écarts rencontrés

Les tests, destinés à évaluer les performances revendiquées par In Air Solutions pour son analyseur microfluidique dans le cadre de la vérification ETV et proposés dans le "Protocole de vérification ETV", ont été réalisés par le Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), au sein du département "Métrologie des gaz et des aérosols" rattaché à la Direction de la Métrologie Scientifique et Industrielle (DMSI).

Le département est accrédité par le COmité FRançais d'Accréditation (COFRAC) pour la fabrication et l'analyse des mélanges gazeux (N° d'accréditation : 2-54). Le département est également accrédité selon le guide ISO 34 en tant que producteur de matériaux de référence pour la fabrication de mélanges gazeux par gravimétrie. Par conséquent, pour renouveler ces accréditations et obtenir des extensions, le département est régulièrement audité par le Comité FRançais d'ACcréditation (COFRAC).

De plus, les activités du pôle sont auditées tous les ans par des auditeurs internes ayant suivi un cycle de formation au sein du LNE : dans ce cadre, le département est régulièrement amené à être audité. Dans le cadre de ces audits, la qualification du personnel impliqué dans la réalisation des tests ainsi que le suivi des moyens techniques mis en œuvre sont évalués.

Concernant l'analyse des cartouches DNPH, le LNE a retenu un laboratoire d'analyse accrédité COFRAC selon la norme ISO 17025 pour les analyses de formaldéhyde. De même que pour le LNE, ce laboratoire est régulièrement audité par le COFRAC pour renouveler son accréditation et obtenir des extensions.

Les débitmètres gazeux utilisés pour la mesure des débits des mélanges gazeux de référence et du gaz de dilution sont étalonnés tous les ans avec une tolérance d'un mois.

Les tests réalisés dans le cadre de la présente vérification n'ont pas fait l'objet d'audits spécifiques. La qualité des résultats des tests est contrôlée par les audits mentionnés ci-dessus. Lorsque des écarts sont constatés (audits internes, audits externes, clients...), ils sont traités via le logiciel AMELIA développé dans le cadre du système qualité du LNE pour gérer les anomalies, les réclamations et les améliorations.

Du fait de notions notamment de faisabilité, de facilité de mise en œuvre ou encore de coût, des adaptations des conditions de tests par rapport aux essais initialement proposés ont été conduites (cf. § III.3).

Les résultats des tests ont été revus par la responsable de la vérification afin d'établir la présente déclaration.

Du fait de l'arrêt de son activité, l'expert externe n'a pas examiné le présent document. Il a toutefois revu le rapport de vérification, duquel sont extraits les éléments de cette déclaration de vérification.

Une supervision de l'ensemble de la vérification a été réalisée par le Département Innovation de la Direction de la Certification et des référentiels (DCR) du LNE, qui a en charge l'activité ETV.

Organisme	LNE / DCR			LNE / DMSI	LNE / Direction Qualité	Expert externe
	MLM, FGA	ERE	VDE			
Intervenant	MLM, FGA	ERE	VDE		Auditeur interne	JLA
Protocole de vérification	Rédaction	Examen			Audit interne	Examen
Plan de test	Examen			Rédaction		-
Performance du système de test et système de gestion de la qualité de la structure de test					Audit interne	-
Performance des tests						-
Rapport de test	Examen	Examen		Rédaction		-
Rapport de vérification	Rédaction	Examen			Audit interne	Examen
Déclaration de vérification		Rédaction	Examen		Audit interne	

Les intervenants sont les suivants :

MLM : Marie Laure Miramon, Chef de projet ETV-Air, LNE

FGA : Fanny Gantois, Chef de projet ETV-Air, LNE

ERE : Emmanuel Rébuffat, Chef de projet inspection, LNE

VDE : Virginie Desbordes, Responsable du Département certification environnement et sécurité des systèmes d'information, LNE

JLA : Jacques Lachenal, expert indépendant