

# TRAITEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR PHOTOCATALYSE

Performance et innocuité de systèmes et matériaux  
photocatalytiques commerciaux

Août 2015

N° de contrat : 1362c0027

Projet de recherche coordonné par : *Université de Pau et des pays de l'Adour*

Appel à projet de recherche : *CORTEA : « Connaissances, réduction à la source et traitement des émissions de polluants dans l'air »*

Coordination technique ADEME : *GALSOMIES Laurence* – Direction\Service : *VANVES DVTD SEQA*



## RAPPORT DE RECHERCHE

En partenariat avec :



## REMERCIEMENTS

L'étude SafePHOTOCAT soutenue par l'ADEME s'inscrit dans le programme de recherche CORTEA : « *Connaissances, réduction à la source et traitement des émissions de polluants dans l'air* » (Appel à projets de recherche CORTEA, édition 2013).

Les principaux partenaires sont :

- IPREM, Unité Mixte de Recherche (CNRS et Université de Pau et des Pays de l'Adour) UMR 5254 : laboratoires ECP et ECABIE (à Pau)
- ARMINES, Ecole des Mines d'Alès C2MA (les sites de Pau et d'Alès)
- NOBATEK (à l'Anglet)

Tous les membres du comité de pilotage de l'étude et les experts qui ont participé à la relecture du rapport final sont remerciés :

- Christophe CANTAU – NOBATEK (Anglet)
- Nathalie COSTARRAMONE – IPREM ECP (Pau)
- Valérie DESAUZIERS – ARMINES C2MA (Pau)
- Alexis EVSTRATOV – ARMINES C2MA (Alès)
- Laurence GALSOMIÈS – ADEME, pilote de l'étude dans le cadre du programme CORTEA
- Sylvie LACOMBE – IPREM ECP (Pau), coordinatrice du projet
- Christophe PÉCHEYRAN – IPREM LCABIE (Pau)
- Jean-Claude ROUX – ARMINES C2MA (Alès)

## CITATION DE CE RAPPORT

**ADEME. N. Costarramone, S. Lacombe, C. Pécheyrans, V. Desauziers, A. Evstratov, C. Cantau. 2015. Traitement de l'air intérieur par photocatalyse. Performance et innocuité de systèmes et matériaux photocatalytiques commerciaux.** Rapport de recherche (convention ADEME n° 1362C0027), 164 pages.

Cet ouvrage est disponible en ligne [www.ademe.fr](http://www.ademe.fr), rubrique Médiathèque (URL)

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par le caractère critique, pédagogique ou d'information de l'œuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

## TABLE DES MATIERES

Résumé .....	6
1 Contexte .....	8
2 Etat de l'art .....	10
3 Méthodologie .....	12
4 Tests en enceinte (1,2 m <sup>3</sup> ) étudiés au laboratoire avec les systèmes photocatalytiques commercialisés.....	13
4.1 Sélection des systèmes commercialisés (ou épurateurs autonomes) .....	13
4.2 Résultats sur l'efficacité des épurateurs autonomes commercialisés (via des tests conformes à la norme AFNOR XP B44-013) .....	14
4.2.1 Protocole mis en œuvre.....	14
4.2.2 Calcul du débit d'air épuré (CADR) .....	15
4.2.3 Efficacité du système E1 (en référence à la norme XP B44-013) .....	16
4.2.4 Efficacité du système E10 (en référence à la norme XP B44-013) .....	22
4.2.5 Efficacité du système E8 (en référence à la norme XP B44-013) .....	31
4.2.6 Efficacité du système E15 (en référence à la norme XP B44-013) .....	39
4.3 Résultats sur l'efficacité des systèmes autonomes commercialisés (via des tests en référence à la norme AFNOR XP B44-200) .....	47
4.3.1 Protocole mis en œuvre.....	47
4.3.2 Efficacité du système E10 (en référence à la norme XP B44-200) .....	47
4.3.3 Conclusion des tests pour le système E10 (en référence à la norme XP B44-200) .....	54
4.3.4 Efficacité du système E8 (en référence à la norme XP B44-200) .....	55
4.3.5 Efficacité du système E15 (en référence à la norme XP B44-200) .....	60
4.4 Quantification des nano et microparticules émises par les systèmes autonomes commercialisés .....	65
4.4.1 Résultats obtenus sur une mesure d'air du laboratoire .....	65
4.4.2 Exemple de résultats des émissions de particules par le système E1 (cf Annexe 4 : E8, E10, E15) .....	66
4.4.3 Prélèvements de nanoparticules et analyses chimiques du titane .....	66
5 Tests en plateformes expérimentales (Evalis et BEF) avec les systèmes E15 et E8 .....	68
5.1 Conditions opératoires pour la réalisation des essais d'évaluation (EVALIS et BEF) .....	68
5.2 Paramètres suivis pour la réalisation des essais d'évaluation (EVALIS et BEF) .....	70
5.3 Résultats de l'expérimentation dans la plate-forme EVALIS (sans ou avec la présence d'un système).....	70
5.3.1 Influence des conditions expérimentales dans EVALIS/sans système .....	70
5.3.2 Influence des conditions expérimentales dans EVALIS/avec un système .....	73
5.4 Résultats de l'expérimentation dans la plate-forme BEF (sans ou avec la présence d'un système) .....	74
5.4.1 Influence des conditions expérimentales dans BEF/sans système.....	74
5.4.2 Influence des conditions expérimentales dans BEF/avec un système.....	74

5.5	Essais réalisés avec le système E15 dans la plate-forme EVALIS.....	75
5.5.1	Déroulement des essais dans la plate-forme EVALIS – Système E15/EVALIS .....	75
5.5.2	Organisation de l'étude au cours des phases – Système E15/EVALIS .....	75
5.5.3	Principaux résultats avec le système E15/EVALIS.....	76
5.6	Essais réalisés avec le système E15 dans la plate-forme BEF .....	84
5.6.1	Déroulement de l'essai – système E15/BEF .....	84
5.6.2	Organisation et phases de l'essai (système E15/BEF) .....	85
5.6.3	Principaux résultats avec le système E15/BEF .....	85
5.7	Essais réalisés avec le système E8 dans la plate-forme EVALIS.....	87
5.7.1	Déroulement de l'essai – système E8/EVALIS.....	87
5.7.2	Principaux résultats avec le système E8/EVALIS.....	88
5.8	Essais réalisés avec le système E8 dans la plate-forme BEF .....	91
5.8.1	Déroulement de l'essai – système E8/BEF .....	91
5.8.2	Organisation et phases de l'essai (système E8/BEF) .....	91
5.8.3	Principaux résultats avec le système E8/ BEF .....	92
6	Bilan sur l'efficacité et l'innocuité des systèmes photocatalytiques testés (E1, E8, E10 et E15) .....	95
7	Résultats des matériaux photocatalytiques passifs commercialisés (tests d'efficacité en enceinte de 1,2 m <sup>3</sup> ).....	99
7.1	Choix des matériaux passifs commercialisés.....	99
7.2	Mise en œuvre des matériaux passifs commercialisés .....	99
7.2.1	Préparation des matériaux (en enceinte).....	99
7.2.2	Système d'éclairage (en enceinte) .....	99
7.3	Résultats des matériaux commercialisés (tests d'efficacité conformes à la norme AFNOR XP B44-013).....	100
7.3.1	Protocole mis en œuvre.....	100
7.3.2	Efficacité du carrelage C5.....	101
7.3.3	Efficacité de la peinture P2 .....	103
7.3.4	Efficacité de la peinture P3 .....	105
7.4	Quantification des nano et microparticules émises par les matériaux commercialisés (C5, P2, P3) .....	110
7.5	Efficacité du matériau innovant développé par ARMINES (selon la norme AFNOR XP B44-013) .....	111
7.5.1	Protocole mis en œuvre.....	111
7.5.2	Tests d'efficacité pour le matériau EMA sans polluants ajoutés (irradiation UVA).....	111
7.5.3	Tests d'efficacité pour le matériau EMA avec polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA) .....	112
7.5.4	Conclusions des tests d'efficacité pour le matériau EMA.....	114
7.6	Conclusions sur l'efficacité photocatalytique des matériaux passifs (C5, P2, P3, EMA) .....	114
8	Conclusions et recommandations .....	115
9	Valorisation de l'étude SafePHOTOCAT .....	118
	Références bibliographiques.....	119

Index des tableaux et figures .....	121
Sigles et acronymes .....	128
ANNEXES .....	129
Annexe 1 – Calculs du débit d’air épuré (CADR) : Exemples avec le système E8 photocatalytique .....	130
Annexe 2 – Tests d’efficacité avec le système E8 en présence de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2, ou 4 mois (selon la norme XP B44-013) .....	132
Annexe 3 – Tests d’efficacité avec le système E15 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2 et 4 mois (selon la norme XP B44-013) .....	135
Annexe 4 – Mesures en enceinte de micro et nanoparticules par ELPI pour différents systèmes actifs (E10, E8, E15) et matériaux passifs (carrelage et peintures) .....	138
Annexe 5 – Tests d’efficacité avec la peinture P3 en présence d’un mélange de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement sous lumière UVA (selon la norme XP B44-013).....	144
Annexe 6 – Informations sur le protocole d’échantillonnage et d’analyse du formaldéhyde et autres composés carbonylés .....	146
Annexe 7 – Informations sur le protocole d’échantillonnage et d’analyse des composés organiques volatils (C>3).....	149
Annexe 8 – Informations sur le protocole d’échantillonnage et d’analyse des composés organiques volatils avec la méthode SPME développée par ARMINES-C2MA .....	152
Annexe 9 – Informations sur la quantification des microparticules et nanoparticules en laboratoire et sur la plateforme EVALIS .....	158
Annexe 10 – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme EVALIS .....	161
Annexe 11 – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme BEF .....	162
Annexe 12 – Résultats avec le système E8 dans les phases 1, 2, 3 et 4 dans la plateforme BEF .....	163

## Résumé

Depuis quelques années, l'amélioration de la qualité de l'air intérieur (QAI) est devenue une priorité dans les pays industrialisés. En France, le plan de la qualité de l'air intérieur (PQAI, publié le 13 octobre 2013) est mise en œuvre notamment par l'action n°49 du 3<sup>ème</sup> plan national Santé-Environnement (PNSE3 : 2015-2019). Les polluants de l'air intérieur, essentiellement les composés organiques volatils (COVs), ont un impact sur la santé humaine (syndrome des bâtiments malsains ou SBS), sur le confort et sur la productivité. L'utilisation de purificateurs d'air apparait comme une solution d'avenir pour améliorer la qualité de l'air intérieur. Ils sont basés sur des technologies différentes, notamment les techniques d'oxydation avancée (AOT) telle que la photocatalyse (PCO).

L'objectif de l'étude SafePHOTOCAT est de consolider les protocoles d'évaluation de systèmes et de matériaux photocatalytiques (PCO) commerciaux afin de contribuer au développement du marché de la photocatalyse tout en tenant compte des préoccupations sanitaires. Dans ce cadre, une étude des performances des systèmes/matériaux photocatalytiques a été menée à l'échelle du laboratoire, d'une part, et en plate-forme expérimentale, d'autre part.

Au laboratoire, l'efficacité à dégrader des COVs représentatifs d'une pollution intérieure a été étudiée pour 4 systèmes (dits épurateurs autonomes) et 3 matériaux commercialisés (1 carrelage et 2 peintures) ainsi que pour 1 matériau innovant développé par ARMINES. Ces différents systèmes et matériaux ont été placés dans une enceinte fermée d'un volume de 1,2 m<sup>3</sup> (et étudiés selon deux normes AFNOR). En complément des analyses exigées par les deux normes AFNOR XP-B44-013 et XP-B44-200 concernant l'abattement des COVs, de nombreux paramètres sont aussi considérés : la minéralisation des COVs, les sous-produits formés, les débits d'air épuré (Clean Air Delivery Rate ou CADR), la prise en compte du vieillissement des systèmes/matériaux dans des conditions représentatives d'usage ainsi que la mesure des nano et microparticules émises par ces matériaux/systèmes en cours de fonctionnement. Deux systèmes photocatalytiques (ou épurateurs autonomes), sélectionnés d'après leurs bons résultats obtenus en enceinte, ont aussi été évalués en conditions réelles à la fois pour leurs performances en termes d'abattelements des COVs et pour leur innocuité en termes d'émissions éventuelles de sous-produits de dégradation et de nano et microparticules.

**En conclusion**, l'étude SafePHOTOCAT apporte les enseignements suivants :

- Il est possible de comparer à l'échelle du laboratoire, grâce à des tests normalisés, les performances de systèmes et de matériaux commerciaux ou innovants en développement. Il convient en particulier de quantifier la minéralisation et pour les systèmes (épurateurs autonomes) de calculer le débit d'air épuré (ou CADR / Clean Air Delivery Rate) sur les COVs totaux.
- Ces tests normalisés sont nécessaires pour identifier les systèmes et les matériaux photocatalytiques non-conformes et pour vérifier que ceux mis sur le marché sont efficaces et sûrs.
- Le vieillissement des épurateurs autonomes, essentiellement lié au vieillissement des lampes, influence leurs performances de façon plus ou moins significative selon les configurations.
- Parmi les 4 matériaux passifs étudiés, seulement deux d'entre eux (1 peinture commercialisée et 1 matériau innovant en développement) présentent une activité significative pour réduire les concentrations en polluants avec des conditions d'éclairage habituelles en intérieur (faible irradiance, très peu d'UVA). En revanche, cette efficacité s'avère beaucoup plus importante avec un rayonnement UVA. Le vieillissement de ces matériaux (usure, contamination de surface,...) influence leurs performances.
- Des résultats positifs sont obtenus pour certains systèmes photocatalytiques (épurateurs autonomes) en enceinte au laboratoire. Mais pour ces mêmes systèmes, évalués cette fois dans des conditions réelles d'usage, les résultats d'abattement des COVs s'avèrent généralement plus contrastés dans une plate-forme de plus grand volume. En effet, si l'efficacité épuratoire est confirmée pour les COVs les plus lourds, elle est en revanche moins avérée pour les COVs les plus légers (acétaldéhyde, acétone, formaldéhyde par exemple). Cependant en plate-forme expérimentale, les concentrations maximales en ces composés restent toujours inférieures aux seuils légaux pour les deux systèmes les plus performants. La technologie photocatalytique mise en œuvre dans des applications réelles nécessite deux expertises : à la fois une expertise en ingénierie (optimisation du transfert des polluants en faible concentration dans un grand volume sur une surface réduite du photocatalyseur) et une expertise en chimie (analyse des performances, chimie des matériaux).
- L'émission de micro/nanoparticules par les systèmes ou matériaux étudiés, neufs ou vieillis, n'a pas été mise en évidence dans les conditions de cette étude. Ce résultat contribue à la validation de leur innocuité.

## ABSTRACT

Since a few years, the improvement of indoor air quality (IAQ) is a major concern of industrial countries. In France, IAQ is a priority of the Grenelle laws (2009-2010) by use of a plan of the indoor air quality, as well as that of the third national Health-Environment plan (2015-2019). Indoor air pollutants are mainly Volatile Organic Compounds (VOCs), which impact human health (Sick Building Syndrome or SBS), comfort and productivity. Among several solutions to improve air quality, the use of air-purifying devices based on various technologies, including Advanced Oxidation Processes (AOP) such as photocatalysis is promising.

The aim of the SafePHOTOCAT project is to strengthen the assessment of commercial photocatalytic materials/systems (PCO) in order to actively contribute to the safe development of the photocatalytic market. Accordingly, the performances of photocatalytic materials/systems were assessed first at the lab-scale, and second on experimental platforms under real conditions.

At the lab-scale, efficiencies were determined in a 1.2 m<sup>3</sup> closed chamber (standards AFNOR XP-B44-013 and -200) for 4 devices (or air-purifiers) and 3 materials (1 floor stone, 2 paints) from the market and for an innovative material developed by ARMINES. In addition to the analysis required by the XP-B44-13 and -200 standards on VOCs abatement and mineralisation, by-products formation and clean-air delivery rates, the aging of the materials/systems under realistic conditions of use, as well as the emission of nano/microparticles during their use were also investigated. From the results of these laboratory investigations in a closed chamber, 2 efficient autonomous devices were selected. Their performances for VOCs abatement and their safety relative to micro/nanoparticules release were assessed under real conditions.

**In conclusion**, the main benefits of this project are the following :

- The efficiency of commercial or innovative devices/materials may be compared at the lab-scale by proper standard experiments including the determination of mineralization yields and the calculation of CADR on total VOCs for air purifying devices.
- These standardized tests are necessary to eliminate unacceptable products and to guarantee that the devices/materials found on the market are efficient and safe.
- The aging of devices, mainly due to the lamps aging, more or less influences their efficiency depending on their configuration.
- Among the four materials investigated, only two are efficient for VOCs removal under indoor illumination (weak irradiance, only few UVA). Their efficiency strongly increases under UVA, while their aging (wear, surface contamination, ...) also influences their performances.
- Even with good results at the lab-scale, the efficiency of autonomous air purifiers under real conditions in larger volume is generally more contrasted : while the efficiencies are confirmed on the heaviest VOCs, they are less obvious on the lightest ones (acetaldehyde, acetone, formaldehyde for instance). However, on these experimental platforms the maximum concentrations of these latter VOCs always remain less than the legal thresholds for the two best performing devices. Hence the implementation of the technology for real applications implies both an engineering expertise to enhance the transfer of pollutants in low concentration in a large volume on a limited photocatalyst surface, as well as a chemical expertise (performances analysis, material chemistry).
- The release of micro/nanoparticles by the investigated devices/materials was not observed. This result is a strong contribution to the assessment of their safety

## 1 Contexte

Depuis quelques années, l'amélioration de la qualité de l'air intérieur (QAI) est devenue une priorité dans les pays industrialisés. Les polluants de l'air intérieur (composés organiques volatils (COVs) essentiellement) ont un impact sur la santé humaine (syndrome des bâtiments malsains ou SBS), le confort et la productivité au travail. Des millions de personnes souffrent des conséquences d'une mauvaise qualité de l'air intérieur et des billions de dollars sont dépensés chaque année pour prendre en compte ce problème [1]. En France, la qualité de l'air intérieur est prise en compte dans les lois Grenelle (2009-2010) et depuis le 2ème plan national Santé-Environnement (PNSE2 : 2009-2013). Dans le PNSE3 (2015-2019), l'action n°49 doit d'ailleurs permettre de mettre en œuvre le plan de qualité de l'air intérieur (PQAI) publié par le gouvernement le 13 octobre 2013, après la consultation du Conseil national pour la transition écologique, du Conseil National de l'Air, du groupe de suivi du Plan national santé Environnement et du Conseil scientifique de l'observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI).

Il existe une grande variété de COVs présents dans l'air de nos milieux intérieurs. Une concentration dans l'air suivant les espèces chimiques individuelles est souvent inférieure à 0,1 ppmv tandis qu'une concentration totale des COVs varie entre 0,5 et 2 ppmv. Les COVs les plus fréquemment trouvés en air intérieur sont le formaldéhyde, l'acétaldéhyde, des produits aromatiques, des hydrocarbures aliphatiques et aromatiques [2]. Dans ce contexte, une nouvelle réglementation a été mise en place en France pour une meilleure gestion de la qualité de l'air intérieur. Le décret n°2011-1728 du 2/12/11 rendait obligatoire la surveillance de la qualité de l'air intérieur à partir de 2015 dans certains établissements recevant du public (ERP). Sa date d'application avait toutefois été reportée en attendant le décret 2015-1000 du 17/08/2015<sup>1</sup>. Ce nouveau décret simplifie les mesures de surveillance de l'air intérieur qui sont non obligatoires pour les établissements ayant mis en place des dispositions particulières<sup>2</sup> de prévention de la qualité de l'air intérieur (par exemple, en suivant les recommandations du guide pratique du MEDDE). De plus, l'accréditation des organismes n'est plus obligatoire pour réaliser l'évaluation des moyens d'aération des bâtiments, mais en revanche elle reste obligatoire pour réaliser des mesures de surveillance en air intérieur. Ce nouveau décret précise un nouvel objectif de date d'échéance avant laquelle certains ERPs doivent mettre en place un dispositif de surveillance de l'air intérieur (au 1<sup>er</sup> janvier 2018 pour les lieux d'accueil des enfants de moins de 6 ans (les crèches, les haltes garderies et es écoles maternelles) et les écoles élémentaires ; avant 2020 pour les accueils de loisirs et les établissements du second degré ; avant 2023 pour les autres établissements). Un autre décret (n° 2011-1727) fixe des valeurs guides (VGAI) pour deux polluants prioritaires en air intérieur, le formaldéhyde et le benzène. Pour le formaldéhyde, la VGAI est fixée à 30 µg/m<sup>3</sup> au 1/01/2015 et sera de 10 µg/m<sup>3</sup> au 1/01/2023. Le benzène ne devra pas excéder 5 µg/m<sup>3</sup> au 01 janvier 2013 et 2 µg/m<sup>3</sup> au 01 janvier 2016.

Améliorer la qualité de l'air intérieur (QAI), cela implique, entre autres, l'amélioration de la qualité de l'air extérieur, l'optimisation des conditions de ventilation et la réduction des émissions à la source des COVs de l'air intérieur (provenant pour l'essentiel des matériaux de construction, de décoration, d'ameublement, des produits d'entretien, des désodorisants, des processus de combustion et de l'activité des occupants) [3]. Une solution complémentaire consiste à mettre en œuvre des purificateurs d'air, qui sont basés sur différentes technologies [4], telles que la filtration (élimination des aérosols et microorganismes), l'ionisation de l'air (assez peu étudiée) ou l'adsorption des COVs sur des phases solides. Les techniques d'oxydation avancée (ou AOT) ne sont pas toutes adaptées dans un contexte de traitement de l'air intérieur (ozonisation, oxydation catalytique). À ce jour, une oxydation par plasma froid et/ou par photocatalyse (PCO) apparaissent a priori comme des solutions d'avenir.

Une mise en œuvre simple de la photocatalyse oxydative (PCO), qui est basée sur l'activation par la lumière d'un média photocatalytique composé de dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) en présence d'air vicié, peut expliquer le développement de nombreux systèmes d'épuration d'air, dits « actifs ou autonomes » car l'air à purifier est maintenu en contact avec le dispositif grâce à des ventilateurs inclus dans l'épurateur. D'autres systèmes de type CVC (chauffage, ventilation, conditionnement d'air), qui s'adaptent aux modules de ventilation contrôlée, vont combiner uniquement le média et la source lumineuse. Par ailleurs, des revêtements photocatalytiques tels que des peintures, des vernis, des textiles, des papiers, des céramiques, des bétons, des ciments, etc... combinant des propriétés de dépollution et auto-nettoyantes sont considérés comme des systèmes PCO d'épuration d'air dits « passifs » car ils s'activent seulement en présence de lumière naturelle ou artificielle ambiante.

La photocatalyse oxydative (PCO) est citée par le Ministère de l'industrie en 2012 parmi les technologies clefs (liste de 2010) qui sont porteuses d'un développement technologique pour la France. Au niveau mondial, le marché de la photocatalyse est particulièrement prometteur avec 750 millions d'euros en 2010 (Figure 1a). Les perspectives de

<sup>1</sup> <http://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000031052712&categorieLien=id>

<sup>2</sup> <http://www.developpement-durable.gouv.fr/Guide-pratique-pour-une-meilleure.html>

développement sont élevées en Asie et en Europe (Figure 1b). La plus grande part du marché concerne le secteur de la construction avec les vitrages/revêtements auto-nettoyants, les bétons, les ciments et les revêtements anti-NOx. La deuxième part de marché « consommateurs » comprend les matériaux et les revêtements anti-salissure, anti-mousse et anti-bactériens incorporés dans différents objets, et aussi les purificateurs d'air.

Les performances de la photocatalyse pour la purification de l'air, avec différents types de média photocatalytiques et de réacteurs, ont fait l'objet ces dernières années de très nombreux travaux scientifiques [5, 6, 7]. De nombreux COVs peuvent être minéralisés par cette méthode qui est bien adaptée au traitement des faibles concentrations de polluants rencontrées habituellement en air intérieur [8].

Les principaux verrous pour le traitement de l'air par photocatalyse oxydative (PCO) sont liés :

- Au transfert de masse des polluants ;
- A l'adsorption des polluants sur le media photocatalytique ;
- Au temps de contact air pollué/media ;
- A la minéralisation de polluants spécifiques en limitant la formation de sous-produits ;
- A la désactivation du photocatalyseur dans le temps ;
- A l'optimisation de l'utilisation des photons ;
- A l'adhésion du photocatalyseur sur le média.

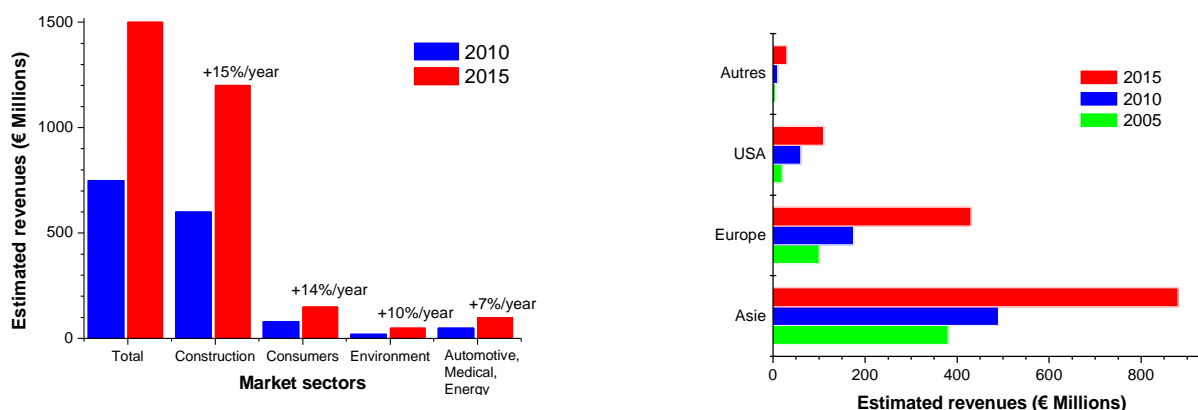


Figure 1 : La photocatalyse (PCO) par secteurs au niveau mondial – Marché et évolution commerciale

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Marché mondial de la photocatalyse (PCO) (a) ; Perspectives pour le développement de la PCO de 2005 à 2015 (from BCC Research, March 2010 high tech analysis, data published on behalf of European Photocatalysis Federation) (b)

Le développement du marché potentiel de la photocatalyse dépend donc des performances bien sûr de cette technologie, mais aussi de son innocuité en termes d'émissions de sous-produits secondaires de dégradation et de nanoparticules de dioxyde de titane pour les systèmes (autonomes, intégrés CVC) et les matériaux qui sont proposés aux consommateurs. Aujourd'hui, les questions concernant les sous-produits de dégradation émis de manière transitoire, le vieillissement des systèmes ou des matériaux, et aussi les émissions de nanoparticules sont partiellement prises en compte dans les différents avis émis (positifs ou négatifs) sur la photocatalyse (PCO).

Il est donc important de pouvoir qualifier ces produits commercialisés. Dans ce but, des normes internationales sont publiées (ISO) ou encore à l'étude (CEN), afin d'établir des protocoles expérimentaux fiables et stricts pour l'évaluation des performances photocatalytiques. Le contrôle des sous-produits de dégradation et le calcul d'un rendement de minéralisation ne sont pas prévus dans les différentes normes ISO qui s'adressent chacune à un polluant spécifique (voir par exemple ISO/FDIS 22197-2 pour l'acétaldéhyde) [9].

La norme française AFNOR XP B44-013, publiée en décembre 2009 et actuellement proposée comme élément de travail au niveau européen par le CEN TC 386/WG2, préconise des essais en chambre fermée (au moins 1 m<sup>3</sup>) pour

des systèmes/matériaux photocatalytiques et impose en particulier **la quantification des sous-produits de réaction et celle de la minéralisation** pour un mélange de polluants témoins incluant le formaldéhyde.

La norme française AFNOR XP B44-200, publiée en avril 2011, est destinée aux épurateurs d'air autonomes quelle que soit la technologie mise en œuvre et évalue leurs performances vis-à-vis des COVs, des micro-organismes, des allergènes et des particules inertes 0,3-5 µm. Contrairement à la norme XP B44-013, il s'agit d'expériences en *mono-passage* sur le système autonome.

Enfin, aucune norme ne considère à ce jour l'analyse des performances en fonction du vieillissement des matériaux ou des systèmes, ni l'émission de nanoparticules suivant leurs utilisations.

L'étude SafePHOTOCAT vise à développer un protocole d'évaluation des systèmes et des matériaux déjà commercialisés ou en voie de commercialisation, en termes d'innocuité et d'efficacité épuratoire, à plusieurs niveaux d'échelles et avec plusieurs stades de vieillissement. L'innocuité a été contrôlée en vérifiant la formation de sous-produits intermédiaires avant minéralisation, d'une part, et la production de nanoparticules dans l'air, d'autre part.

En France, des études réalisées par le centre scientifique et technique du bâtiment (CSTB) permettent de comparer dans une chambre expérimentale les efficacités/performances pour plusieurs épurateurs d'air intérieur (n'utilisant pas que la technologie PCO) [10]. Dans les travaux du CSTB, les tests ont été réalisés en enceinte de 1 m<sup>3</sup> (débit de 1 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>), alimentée par un air contaminé avec du toluène, du formaldéhyde, du limonène et des oxydes d'azote. Le dispositif en fonctionnement à l'IPREM (Université de Pau) utilisé pour l'étude SafePHOTOCAT suit les préconisations de la norme XP B44-013 avec une enceinte fermée de 1,2 m<sup>3</sup> et équipée des systèmes analytiques requis. Ce dispositif expérimental a déjà permis de comparer les efficacités épuratoires de différents matériaux et systèmes photocatalytiques dans le cadre du projet NORMACAT (2010-2013) [11]. Deux laboratoires en France (IRCELYON et Ecole des Mines de Nantes [12]) sont également équipés de boucles de grand volume, pour l'étude de systèmes photocatalytiques de type CVC (Chauffage, Ventilation, Conditionnement d'air) ou pour l'étude de matériaux photocatalytiques, en mode multi-passages, avec des vitesses de passage sur le media importantes (entre 0,5 et 1 m/s). Mais ces boucles ne sont pas adaptées à l'étude de systèmes autonomes. Enfin, l'Ecole de Chimie de Rennes a réalisé pour l'ADEME des travaux sur des systèmes de climatisation équipés de cartouches PCO (étude Ahlstrom, IFIP, ENSCR).

## 2 Etat de l'art

Au niveau international, il y a une littérature scientifique récente sur la caractérisation de l'efficacité photocatalytique de dispositifs (ou systèmes dits « actifs ») et de matériaux (ou systèmes dits « passifs ») pour traiter les COVs présents en air intérieur [2, 4, 7, 13, 14, 15, 16]. Dans la littérature sont rapportées également différentes études expérimentales d'évaluation de la photocatalyse (à base de TiO<sub>2</sub>) pour détruire les COVs qui sont en faibles concentrations dans l'air ambiant.

Jo et Park [17] ont observé une dégradation de divers contaminants (34 ppbV de benzène, 10 ppbV d'éthylbenzène, 32 ppbV de m,p-xylène, 4 ppbV d'o-xylène, 77 ppbV de perchloréthylène, 23 ppbV de trichloréthylène) qui est comprise entre 70 et 99 %, selon les conditions d'essais, grâce à l'analyse de la minéralisation des composés (avec le CO<sub>2</sub> analysé). L'efficacité est influencée par plusieurs paramètres comme le diamètre hydraulique et le débit d'air. Par contre, l'efficacité n'est pas influencée par l'humidité relative. Ce dernier résultat est en contradiction avec d'autres études qui montrent au contraire une influence de l'humidité sur la dégradation photocatalytique de plusieurs composés chimiques (dégradation retardée en l'absence de vapeur d'eau due à une production insuffisante d'ions hydroxyle ou inhibition de réaction dans le cas d'un excès de vapeur d'eau) [7-12].

Shiraishi et al. [18] ont développé un réacteur photocatalytique haute performance pour la purification de l'air intérieur qui a permis une décomposition rapide et totale du formaldéhyde à faible concentration (<300 ppbV).

Ao et Lee [19] ont réalisé des tests comparatifs dans une chambre expérimentale de 2,38 m<sup>3</sup> avec un épurateur d'air équipé d'un filtre TiO<sub>2</sub> seul et d'un filtre TiO<sub>2</sub> couplé à du charbon actif (TiO<sub>2</sub>/Charbon actif). Le filtre TiO<sub>2</sub>/Charbon actif s'est montré plus efficace que le filtre TiO<sub>2</sub> pour l'élimination de monoxyde d'azote (NO) à 200 ppbV et pour l'élimination du toluène à 2 ppmV (environ 90 % contre 50 %). Les auteurs concluent qu'avec un faible temps de résidence<sup>3</sup>, une faible concentration en polluants et un taux d'humidité élevé, l'utilisation d'un filtre TiO<sub>2</sub>/Charbon actif apparaît comme une méthode prometteuse et efficace pour la purification de l'air intérieur.

<sup>3</sup> Temps de contact entre le polluant et le photocatalyseur

Hodgson et al. [16] ont réalisé une évaluation expérimentale d'un prototype photocatalytique, en un seul passage, sur un mélange complexe de COVs (27 composés généralement rencontrés dans l'air ambiant) pour des faibles concentrations (quelques ppbV). Le taux d'abattement des polluants se situe entre 20 % et plus de 80 %, puisqu'une conversion diminue généralement avec une augmentation du débit d'air. Des quantités significatives de deux sous-produits intermédiaires, du formaldéhyde et de l'acétaldéhyde, ont été mesurées et attribuées à une minéralisation incomplète des COVs initiaux. Les auteurs mentionnent que la production de ces sous-produits doit être réduite en vue d'une utilisation sans risque des systèmes photocatalytiques destinés à la purification d'air.

Sleiman et al. [20] ont présenté une méthodologie prenant en compte l'analyse des produits de réaction photocatalytique (CO<sub>2</sub>, intermédiaires organiques) du toluène à la concentration initiale de 20 à 400 ppbV. Un taux d'abattement élevé du toluène (de 90-100 %) a été obtenu dans ces conditions avec un taux de minéralisation compris entre 55-95 %. La nature des intermédiaires de réaction est fortement influencée par l'humidité relative, et par contre le débit d'air et la concentration initiale en toluène ont un effet négligeable. Cette méthodologie, appliquée à une étude ultérieure sur un mélange 2-isopropanol/toluène (à 80-400 ppbV), a montré l'influence de l'humidité relative sur les taux de conversion/minéralisation des composés [21]. Plus récemment, ces auteurs ont démontré dans une étude en chambre expérimentale de 20 m<sup>3</sup> l'influence du temps de contact des polluants sur le filtre photocatalytique [22].

Récemment, Tokarek et al. [10] ont testé plusieurs modèles d'épurateurs autonomes dans une chambre d'essai d'un volume de 1 m<sup>3</sup>. En l'absence de polluants, 3 des 5 épurateurs testés en fonctionnement ont produit de l'ozone (O<sub>3</sub>) et/ou des oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>). Un modèle d'épurateur commercial (avec fonctions mixtes filtre HEPA/PCO/ionisation négative) a été testé sur un mélange de polluants (25 µg m<sup>-3</sup> de formaldéhyde, 25 µg m<sup>-3</sup> de toluène, 20 µg m<sup>-3</sup> de limonène et 30 µg m<sup>-3</sup> de NO) avant et après vieillissement du système (1 mois de fonctionnement en continu). L'efficacité du système est significative sur le limonène uniquement, mais avec une diminution d'efficacité constatée après un vieillissement (50 % contre 90 % d'abattement initialement). Divers sous-produits de réaction ont été identifiés tels que des aldéhydes (dont le formaldéhyde), des aromatiques et des alcanes. Les auteurs concluent sur la nécessité de mettre en place des protocoles et des outils d'évaluation de l'efficacité et de l'innocuité des systèmes d'épuration.

L'analyse bibliographique réalisée par Mo et al. [7] rapporte sur des résultats relatifs au vieillissement et à la désactivation de catalyseurs ce qui représente un verrou important dans la technologie PCO. La diminution de l'activité photocatalytique de systèmes/matériaux en fonction du temps peut s'expliquer par :

- Le blocage des sites actifs du fait de l'adsorption de sous-produits ou composés intermédiaires à la surface du catalyseur ;
- Une réaction de polymérisation de diverses espèces à la surface du catalyseur ;
- L'accumulation de formes inorganiques oxydées azotées ou soufrées à la surface du catalyseur (après oxydation complète d'espèces comprenant des hétéroatomes tels que l'azote (N) et le soufre (S)) ;
- L'encrassement du média qui peut changer la surface du catalyseur par obstruction des pores.

Ainsi, Hay et al. [23] ont montré que l'adsorption de siloxanes présents dans l'air ambiant, sur la surface de monolithes photocatalytiques, entraînait leur désactivation. L'utilisation d'un photocatalyseur protégé par un filtre adapté a permis d'augmenter sa durée de vie.

Outre ce phénomène de désactivation, l'adhérence et la stabilité sur le long terme du photocatalyseur et l'absence de libération de nanoparticules de dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) dans l'air ambiant doivent être analysées [2]. Hsu et Chein [24] et Dylla et Hassan [25] ont évalué l'émission de nanoparticules de TiO<sub>2</sub> provenant de différents substrats (bois, polymère, tuile) avec un système SMPS (Scanning mobility particle sizer) dans différentes conditions expérimentales simulant la lumière du soleil, le vent et le contact humain avec les matériaux recouverts de TiO<sub>2</sub>. D'autre part, Justino et al. [26] ont répertorié différentes méthodes d'échantillonnage et de caractérisation de nanoaérosols. Parmi les techniques de collecte largement utilisées dans le domaine de l'air ambiant, les dispositifs à impacteur (tels que le Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor (MOUDI) et Electrical Low Pressure Impactor (ELPI)) permettent avantageusement une estimation de la taille des particules et de leur concentration, avec une mise en œuvre aisée, et une compatibilité avec les méthodes de caractérisation chimique off-line utilisées couramment. La technique ELPI a été mise en œuvre par Golansli et al. [27] pour la caractérisation des nanoparticules (distribution en taille et en nombre) issues de l'abrasion de peintures à base de dioxyde de titane nano-particulaires (nano-TiO<sub>2</sub>). Des observations complémentaires par microscopie électronique à balayage ont été faites sur les particules collectées sur les filtres ELPI.

L'IPREM de l'université de Pau et des pays de l'Adour a été impliqué dans le projet NORMACAT dédié au développement d'outils et de méthodes standardisées et impartiales pour mesurer les performances et valider l'innocuité de nouveaux matériaux/systèmes photocatalytiques. Ce projet a permis de faire des recommandations visant à améliorer les matériaux/systèmes testés. Des premiers tests d'intercomparaison selon la norme AFNOR XP B44-013 ont été réalisés sur un prototype photocatalytique en présence d'un mélange de 5 COVs (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène, o-xylène) dans la gamme de concentration 250-1000 ppbv, avec un suivi de la minéralisation et des sous-produits de réaction. Le formaldéhyde détecté en faible concentration (< 80 ppbv) en début de test apparaît être une espèce transitoire. Des tests complémentaires, avec ajout de formaldéhyde au mélange initial à différentes concentrations, ont montré que ce composé est rapidement éliminé par photocatalyse [11].

Pour l'étude présente, SafePHOTOCAT, l'innocuité vis-à-vis des COVs doit être évaluée grâce à une étude cinétique fine pour identifier les sous-produits intermédiaires potentiellement toxiques. Les méthodes d'analyse normalisées, qui sont généralement utilisées, mettent en jeu un prélèvement dynamique sur tube d'adsorbant (ISO 16017-1) pour les COVs, et sur cartouche imprégnée de DNPH (dinitrophényl hydrazine) (ISO 16000-3) pour les aldéhydes. L'analyse s'effectue ensuite par deux techniques différentes (respectivement, thermodésorption couplée à la chromatographie gazeuse (GC) et élution par solvant suivie d'une analyse HPLC en chromatographie liquide). Ces méthodes nécessitent de pomper plusieurs litres d'air pendant au moins 15 minutes ce qui peut nuire à l'identification de certains sous-produits ayant des cinétiques de formation ou d'élimination rapides. Il faut donc disposer d'une technique alternative pour permettre un prélèvement quasi-instantané. Depuis plus de 10 ans, ARMINES développe des méthodes d'analyse de COVs en traces par SPME (microextraction sur phase solide) [28, 29]. Un des derniers développements consiste à prélever l'air par dépression dans des flacons préalablement mis sous vide, selon un principe similaire aux canisters. L'échantillonnage prend quelques secondes avec un volume suffisamment faible (250 mL) afin de ne pas modifier les conditions de la chambre environnementale. Un système d'interface, le « SPME-Adapter » [30] permet de procéder à la pré-concentration des COVs par SPME directement dans le flacon de prélèvement [31, 32]. Pour simplifier l'analyse, un traitement spécifique de la fibre SPME a ensuite été développé dans le cadre d'une thèse CIFRE en collaboration avec Nobatek (résultats non publiés). La fibre ainsi modifiée permet d'analyser en une seule fois les aldéhydes et les autres COVs en chromatographie gazeuse avec des performances très satisfaisantes (limites de détection inférieures ou de l'ordre du  $\mu\text{g m}^{-3}$ ).

### 3 Méthodologie

La méthodologie mise en œuvre évalue les performances PCO de plusieurs systèmes autonomes actifs (4 commercialisés) et matériaux passifs (3 commercialisés + 1 en développement) selon des conditions de vieillissement. Les fréquences et les conditions d'échantillonnage ont été définies en enceinte fermée ( $1,2 \text{ m}^3$ ) pour comparer les performances (normes AFNOR XP-B44-013 et XP B44-200). Deux systèmes PCO et un matériau passif sont sélectionnés d'après leur efficacité à traiter l'air. Les deux systèmes les plus efficaces ont été évalués en conditions réelles dans la plate-forme expérimentale EVALIS au centre technologique Nobatek, ainsi que dans la plate-forme BEF. Cette évaluation porte sur leurs performances (mesurées en termes d'abattelements de COVs) et sur leur innocuité (mesurée en termes d'émissions potentielles de sous-produits de dégradation et de nanoparticules).

Les objectifs de l'étude SafePHOTOCAT sont *i)* de corrélérer les résultats en enceinte fermée obtenus au laboratoire avec ceux en conditions réelles obtenus dans les plateformes expérimentales, et *ii)* de valider les protocoles de tests ainsi développés.

Dans la suite du rapport, les résultats de l'étude SafePHOTOCAT sont présentés dans cet ordre :

- Ceux obtenus lors des tests au laboratoire sur l'efficacité de quatre systèmes photocatalytiques commerciaux ou épurateurs (sélectionnés selon différents critères § 4) ;
- Ceux obtenus lors des tests dans les plateformes expérimentales (Evalis et BEF) pour les deux systèmes les plus performants (sélectionnés § 5 à l'issue de l'étude réalisée au laboratoire) ;
- Ceux permettant de dresser un bilan sur l'efficacité et l'innocuité des quatre systèmes étudiés (dits épurateurs autonomes) et d'en tirer des conclusions (§ 6) ;
- Ceux obtenus lors des tests au laboratoire sur l'efficacité de trois matériaux photocatalytiques commercialisés et d'un matériau photocatalytique innovant développé par ARMINES (§ 7).

Enfin dans la dernière partie du rapport (§ 8), sont données d'une part les principales conclusions de l'étude et d'autres part quelques recommandations sur l'évaluation des systèmes avant leur mise sur le marché.

**NB :** Pour des raisons de confidentialité, les noms des systèmes photocatalytiques commercialisés (ou épurateurs autonomes dits « actifs ») et des matériaux photocatalytiques commercialisés dits « passifs » ne sont pas précisés dans le document.

Ils sont identifiés par les codes suivants : E1, E8, E10, E15 (pour les 4 systèmes PCO), C5 (1 carrelage) et P1, P2 (2 peintures). Les informations sur leurs critères techniques sont détaillées dans le document.

## 4 Tests en enceinte (1,2 m<sup>3</sup>) étudiés au laboratoire avec les systèmes photocatalytiques commercialisés

### 4.1 Sélection des systèmes commercialisés (ou épurateurs autonomes)

En se basant sur les 10 critères suivants, plusieurs épurateurs autonomes ont pu être sélectionnés parmi une vingtaine pour être utilisés dans une série de tests pour l'étude SafePHOTOCAT :

- **Disponibilité :** Une vingtaine de modèles répertoriés sont donnés comme étant disponibles (d'après les informations des fournisseurs) ;
- **Dimension/Débit :** Contrainte imposée pour la norme XP B44-013 ( $V_{\text{système}}/V_{\text{chambre}} < 0,25$  et débit maximum = 1 000 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>). Tous les systèmes répertoriés répondent à cette contrainte ;
- **Débit d'air :** Il apparaît important de choisir des systèmes qui ont un débit d'air suffisant, pour permettre un renouvellement d'air satisfaisant. Ainsi, en prévision des tests à réaliser en plateforme expérimentale (surface de 16 m<sup>2</sup>, volume de 40 m<sup>3</sup>), des épurateurs ayant un débit d'air de l'ordre de 200 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup> paraissent convenir (dans ce cas, environ 5 renouvellements d'air par heure seront réalisés). Ce paramètre est décisif pour le choix des systèmes ;
- **Certification :** L'épurateur E10 a obtenu la labellisation "Air Intérieur Contrôlé" certifiée Haute Qualité Environnementale pour Allergiques. Dans la notice technique de l'épurateur E15, il est indiqué que « ...ses performances photocatalytiques ont été testées et certifiées selon les normes XP B44-013-TC 386 CEN » (NB : mais la norme TC 386 CEN était non publiée au moment de l'étude SafePHOTOCAT) ;
- **Puissance/consommation :** La puissance peut varier pour les systèmes photocatalytiques dits « actifs » (épurateurs autonomes) qui disposent de plusieurs réglages de débits d'air. Par conséquent, les puissances maximales données par le fournisseur ont été relevées. La plupart des systèmes ont une consommation maximale donnée à <100 W ;
- **Types de traitement :** Seuls 4 systèmes/épurateurs sur la vingtaine listés disposent d'une fonction photocatalytique unique, alors que les autres systèmes ont des fonctions mixtes ;
- **Type de lampe :** La majorité des systèmes listés fonctionnent avec des lampes UVC. Pour tenir compte de la diversité des propositions techniques commercialisées, il a semblé intéressant de sélectionner aussi des systèmes avec des types d'éclairage différents ;
- **Critère qualitatif, annoncé par le fournisseur (innocuité par rapport à l'usage) :** Pour 12 épurateurs sur la vingtaine listé, la description du fournisseur fait état des bienfaits de l'utilisation des systèmes sans risques pour l'utilisateur ;
- **Données techniques :** Des informations concernant la maintenance sont fournies pour la plupart des épurateurs ;
- **Coût :** Les coûts sont variables selon les différents systèmes commercialisés (moins de 200 € à plus de 1500 €). Ce paramètre n'a pas été considéré comme un critère décisif dans la sélection des systèmes.

**Finalemment, 4 systèmes/épurateurs autonomes commercialisés ont été retenus** (dont 1 en option) dans le cadre de l'étude SafePHOTOCAT. Ils ont été choisis car ils répondent à un maximum de critères (Tableau 1).

- Le système E10 cumule le maximum de critères. Il est le seul qui fait référence à une labellisation ;
- Le système E8 est le seul des 4 épurateurs avec une fonction photocatalytique seule et avec des lampes UVA pour activer la réaction photocatalytique. Il est donc apparu intéressant de le tester.
- Les systèmes E1 et E15 fonctionnent avec des lampes UVC. Le système E1 est un produit phare du fournisseur. Il est présenté en effet comme une référence dans sa catégorie des épurateurs autonomes en France et en Europe. Le système E15 dispose déjà de références de tests car ses performances photocatalytiques ont été testées et certifiées selon les normes XP B44-013 et TC 386 CEN (tests réalisés par TERA Environnement). Le système E1 a donc été retenu par préférence et le système E15 est gardé en option, au cas où l'un des 3 épurateurs présélectionnés (E1, E8, E10) ne peut pas satisfaire les tests prévus dans l'étude SafePHOTOCAT.

SYSTÈMES (référence)	DÉBIT MAXIMUM (m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup> )	SOURCE D'IRRADIATION	FONCTIONS D'ÉPURATION
E1	230	UVC	Filtration/Charbon actif/ioniseur/photocatalyse
E8	250	UVA	Filtration/photocatalyse
E10	420	Non spécifiée	Filtration/ioniseur/photocatalyse
E15*	160	UVC	Filtration/Charbon actif/photocatalyse

**Tableau 1** : Principales caractéristiques (débit max, source d'irradiation, types de fonction épuratrice) des épurateurs autonomes commercialisés retenus pour l'étude SafePHOTOCAT

**NB** : \* épurateur retenu en option

## 4.2 Résultats sur l'efficacité des épurateurs autonomes commercialisés (via des tests conformes à la norme AFNOR XP B44-013)

### 4.2.1 Protocole mis en œuvre

Le système photocatalytique (PCO) est introduit dans une enceinte fermée de 1,17 m<sup>3</sup>.

Un balayage de l'enceinte est réalisé avec l'air comprimé du réseau qui a été purifié (pré-filtres PSA + sécheur d'air sans CO<sub>2</sub>), système allumé/ON sur une nuit. Après la purge à l'air sec, la chambre est balayée avec l'air propre re-humidifié (au moyen d'un barboteur) jusqu'à obtenir la valeur souhaitée en humidité relative (50±5% pour T=22°C).

Un premier test (sans polluants ajoutés) est réalisé pour contrôler le relargage du système par des émissions éventuelles de COVs et de CO<sub>2</sub>.

Pour les tests avec les polluants ajoutés, deux concentrations sont testées : i) une concentration de l'ordre de 1 ppmV pour chaque COV (acétaldéhyde, acétone, n-heptane et toluène) avec un suivi du CO<sub>2</sub> pour la quantification de la minéralisation ; ii) une concentration de l'ordre de 250 ppbV pour chaque COV (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène avec et sans formaldéhyde ajouté) avec un suivi des sous-produits intermédiaires de dégradation.

Un ventilateur externe (débit de 190 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>) est utilisé pour l'homogénéisation des concentrations en polluants ajoutés avant le test.

#### 4.2.2 Calcul du débit d'air épuré (CADR)

Les résultats sont comparés en suivant les concentrations en polluant au cours du temps et en calculant les CADRs (Clean Air Delivery Rate ou débit d'air épuré exprimé en  $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$ ) pour les COVs individuels ou totaux. Le CADR représente le débit effectif d'air purifié indiqué par l'épurateur d'air. Il est basé sur le modèle de la zone isolée parfaitement mélangée [33]. En supposant que l'air est parfaitement mélangé dans la chambre et que les mécanismes de dégradation des polluants autres que ceux dus à l'épurateur (e.g. dépôt sur les surfaces ou fuites de la chambre) sont les mêmes avec et sans l'épurateur, la réaction peut généralement être caractérisée par une constante du pseudo premier ordre  $k_n$  quand l'épurateur est éteint (OFF) et  $k_e$  quand il est allumé (ON).

La conservation de la masse des polluants lors du test photocatalytique peut alors s'écrire :

$$\frac{dC}{dt} = -\left(k_n + \frac{\text{CADR}}{V}\right) \times C = -k_e \times C \quad (1)$$

avec

$V$  : volume of de la chambre de test ( $\text{m}^3$ )

$k_n$  : constante de vitesse de pseudo premier ordre de décroissance de la concentration en polluant avec l'épurateur OFF (adsorption possible sur les parois de la chambre et de l'épurateur, fuites de la chambre) ( $\text{h}^{-1}$ )

$k_e$  : constante de vitesse de pseudo premier ordre de décroissance de la concentration en polluant avec l'épurateur ON ( $\text{h}^{-1}$ )

$t$  : temps (h)

$C$  : concentration en polluant dans la chambre au temps  $t$  ( $\text{mg m}^{-3}$  exprimée en carbone pour les COVs totaux)

Les CADRs ( $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$ ) sont calculés à partir des pentes des courbes  $\text{Ln}(C/C_0)=kt$ , avec  $k=k_n$  quand l'épurateur est éteint/OFF et  $k=k_e$  quand l'épurateur est allumé/ON, et  $C_0$  concentration initiale en polluant (Annexe 1).

Le calcul du CADR pour un COV individuel fait donc l'hypothèse que la cinétique de réaction est d'ordre 1. Dans certains cas, ce n'est pas toujours le modèle le plus approprié (par exemple, lorsqu'un composé est dégradé et formé comme produit transitoire avant minéralisation). Pour le calcul des CADRs sur les COVs individuels, les concentrations peuvent être exprimées en ppmV, ppbV ou en  $\mu\text{g m}^{-3}$ .

**NB** :  $1 \mu\text{g m}^{-3} = 1 \text{ppbV} \times M/24$  et  $M$  : masse molaire en  $\text{g mol}^{-1}$ ; 24 : volume molaire en L aux conditions normales de température et de pression).

En revanche, pour les COVs totaux le calcul de CADR impose des concentrations exprimées en  $\mu\text{g(C)} \text{m}^{-3}$ . Il faut tenir compte du nombre de carbone ( $C$ )<sup>4</sup> pour chaque COV.

<sup>4</sup>  $C (\text{mg m}^{-3}) = (n_C \times M_C) \times C_{\text{ppbV}}/V_m$  avec  $n_C$  : nombre de carbone du COV considéré,  $M_C = 12 \text{g mol}^{-1}$ , masse molaire du carbone et  $V_m$  volume molaire du composé en phase gazeuse ( $24 \text{L mol}^{-1}$ )

### 4.2.3 Efficacité du système E1 (en référence à la norme XP B44-013)

#### 4.2.3.1 Tests d'efficacité avec le système E1 (neuf et vieilli 17 jours) sans COVs ajoutés

Le système E1 est testé à l'état neuf et après un vieillissement (de 17 jours) sans ajout particulier de polluants (avec un fonctionnement en continu au laboratoire).

Il a fonctionné avec le débit maximum proposé par le fournisseur (soit  $230 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ ).

##### 4.2.3.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le système E1 sans COVs ajoutés

Avec un suivi sur plusieurs heures (par GC-PID) du système E1, différents COVs sont détectés dont l'acétaldéhyde, l'acétone à des concentrations de quelques centaines de ppbV (Figure 2).

Les concentrations mesurées pour l'acétaldéhyde et l'acétone au bout de 24 à 64 heures de fonctionnement du système E1, neuf et vieilli pendant 17 jours, sont reportées dans le Tableau 2. La Figure 3 montre l'évolution des concentrations lors des tests. Des prélèvements sur cartouches DNPH et analyse HPLC-UV ont aussi permis de quantifier le formaldéhyde émis par le système (Tableau 2, Figure 6 : exemple de chromatogramme).

Un prélèvement de 1L d'air dans l'enceinte, pour faire un contrôle par ATD-GC-MS après 24 heures de fonctionnement, confirme la génération significative de plusieurs COVs (Figure 4 : résultat pour l'appareil neuf et Figure 5 : résultat pour l'appareil vieilli pendant 17 jours).

Par analyse ATD-GC-MS, plus d'une dizaine de composés sont identifiés. Les composés majoritaires sont l'acétaldéhyde, l'acétone, l'acétate d'éthyle, le dodécane et le tétradécane (ces 3 derniers composés totalisant environ 148 ppbV équivalent toluène).

Une analyse HPLC-UV a mis en évidence la présence de formaldéhyde dans un échantillon d'air prélevé à  $t=24\text{h}$  révélant la présence de 42 ppbV de formaldéhyde (Figure 6).

Un prélèvement de 1L d'air dans l'enceinte, cette fois à  $t=64\text{h}$  par ATD-GC-MS, pour le système E1 vieilli 17 jours, confirme la génération toujours significative de plus d'une dizaine de composés gazeux. Les composés majoritaires sont l'acétaldéhyde, l'acétone, l'acétate d'éthyle. Le dodécane et le tétradécane, identifiés en quantités importantes dans le test avec le système neuf, sont à présent émis en faibles quantités avec le système vieilli 17 jours (Figure 5).

DURÉE DES TESTS (E1 neuf, E1 vieilli 17 jours)	Formaldéhyde (ppbV)	Acétaldéhyde (ppbV)	Acétone (ppbV)
24h-système E1 neuf	42	260	160
24 h-système E1 vieilli 17 j		170	111
64 h-système E1 vieilli 17 j	71	393 (GC-PID) 380 (HPLC-UV)	236 (GC-PID) 246 (HPLC-UV)

Tableau 2 : Concentrations mesurées pour le système E1 dans les tests sans COVs ajoutés, avec un système en fonctionnement (mode ON)

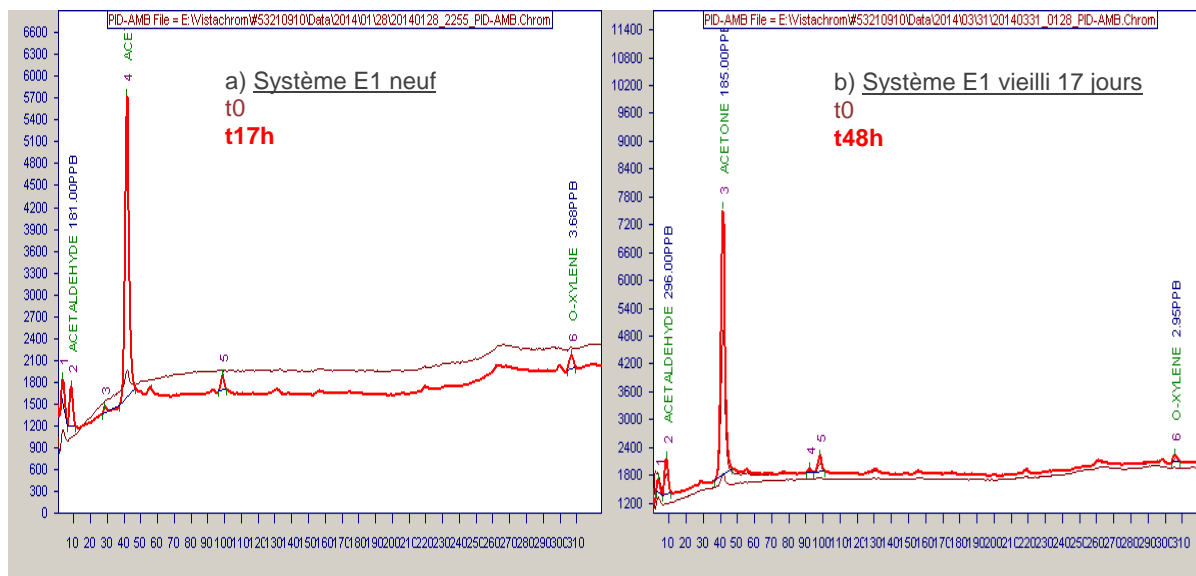


Figure 2 : Exemples de chromatogramme pour le système E1, neuf et vieilli, sans COVs ajoutés (analyse en ligne GC-PID)  
 NB : De gauche à droite : Système neuf (a) ; Système vieilli pendant 17 jours (b) –

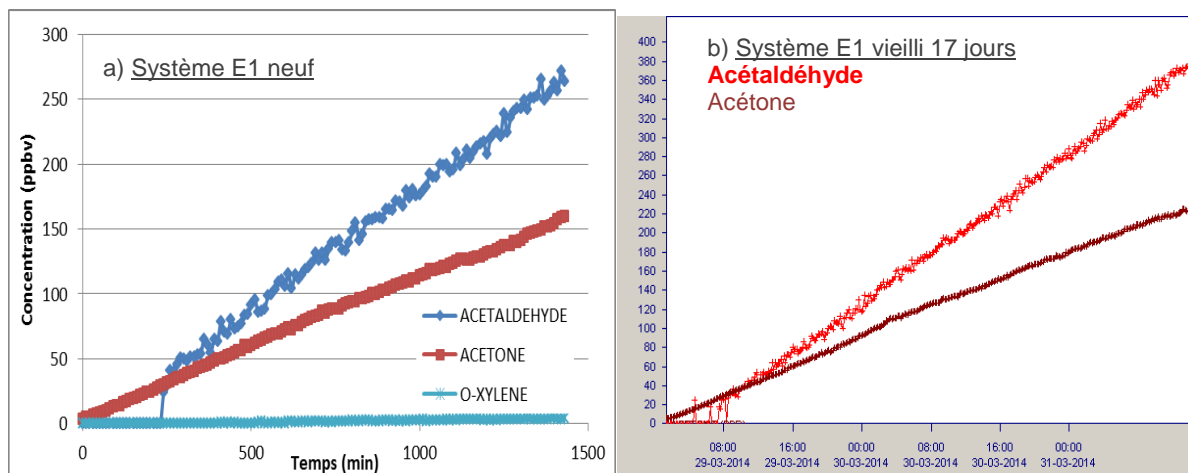


Figure 3 : Suivi des concentrations en acétaldéhyde et en acétone par GC-PID pour le système E1, neuf et vieilli, sans COVs ajoutés  
 NB : De gauche à droite : Système neuf (a) -acétaldéhyde (bleu /losange) et acétone (rouge/carré) ; Système vieilli pendant 17 jours (b) -acétaldéhyde (rouge/croix) et acétone (marron/point)

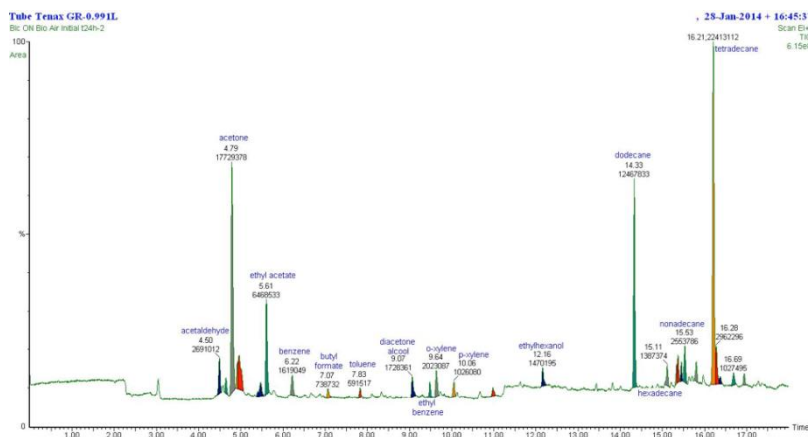


Figure 4 : Analyse pour le système E1 neuf d'un échantillon d'air, prélevé dans l'enceinte par ATD-GC-MS, après 24 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés

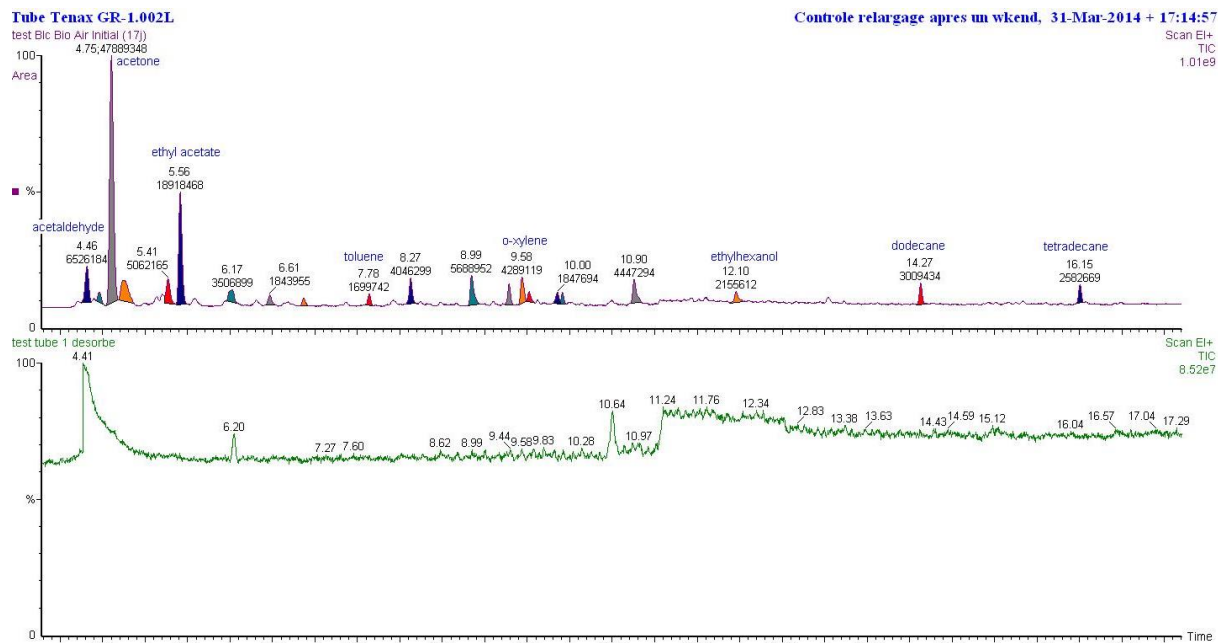


Figure 5 : Analyses d'échantillons d'air, prélevés dans l'enceinte, par ATD-GC-MS, après 64 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés

NB : De haut en bas : Système E1 vieilli 17 jours ; Analyse d'un tube blanc de contrôle

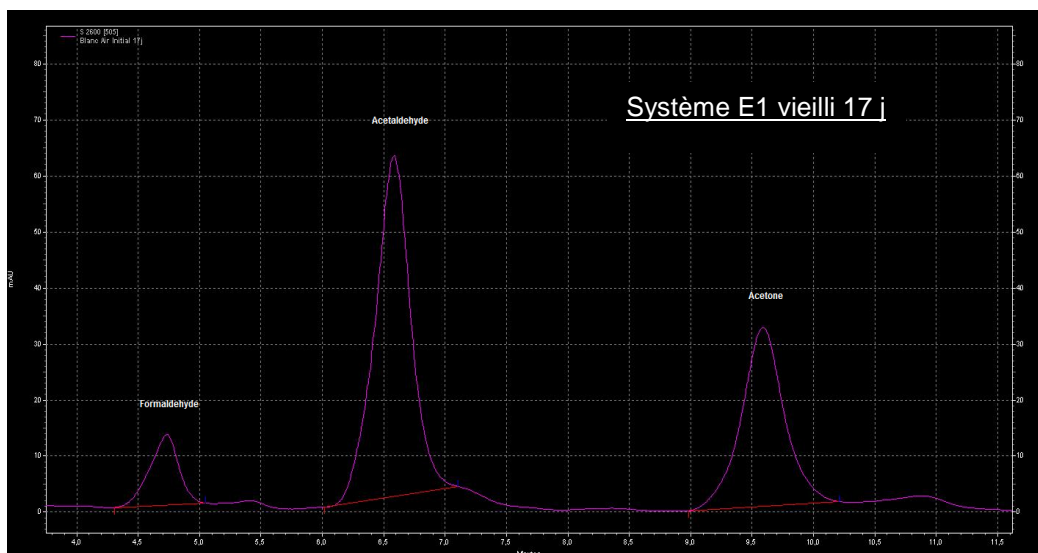
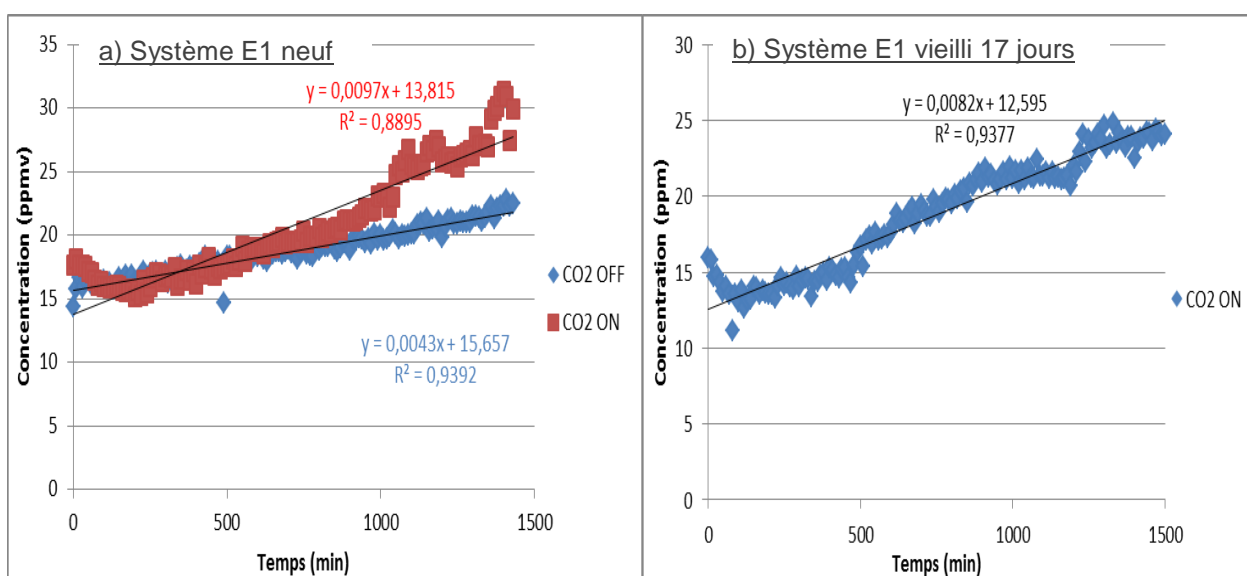


Figure 6 : Analyse pour le système E1 vieilli 17 jours par HPLC-UV d'un échantillon d'air, prélevé dans l'enceinte après 64 heures de fonctionnement (Test sans COVs ajoutés)

#### 4.2.3.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> - relargage par E1 sans COVs ajoutés

En l'absence de COVs ajoutés, une augmentation des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) est enregistrée en 24 heures avec le système E1, de l'ordre de 8 ppmV en mode OFF (système neuf à l'arrêt) et de l'ordre de 12 ppmV en mode ON (système neuf en fonctionnement). L'augmentation des concentrations en CO<sub>2</sub> après 17 jours de vieillissement du système E1 (mode ON) est similaire à celle obtenue avec le système E1 neuf (mode ON) (Figure 7).

En conclusion, le système E1 n'émet pas de CO<sub>2</sub> en l'absence de COVs ajoutés. Les concentrations en CO<sub>2</sub> mesurées proviennent des infiltrations d'air extérieur.



**Figure 7** : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> avec le système E1 neuf (a) et vieilli pendant 17 jours (b) sans COVs ajoutés

**NB** : De gauche à droite : Système neuf (a) - éteint (mode OFF) en bleu (losange) et allumé (mode ON) en rouge (carré) ; Système vieilli 17 jours (b) - allumé (mode ON) en bleu (losange)

#### 4.2.3.2 Tests d'efficacité avec le système E1 neuf en présence de COVs ajoutés

##### 4.2.3.2.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le système E1 neuf avec COVs primaires ajoutés

L'activité photocatalytique pour le système E1 est observée significative d'après les concentrations mesurées pour les 4 COVs ajoutés dans les conditions expérimentales mises en œuvre (Figure 8). Pour le système E1, une vitesse de ventilation a été fixée à  $150 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$  jusqu'à 1200 min, puis elle a été augmentée à  $230 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$  jusqu'à la fin du test. Les variations de concentrations des COVs sont reportées dans le Tableau 3.

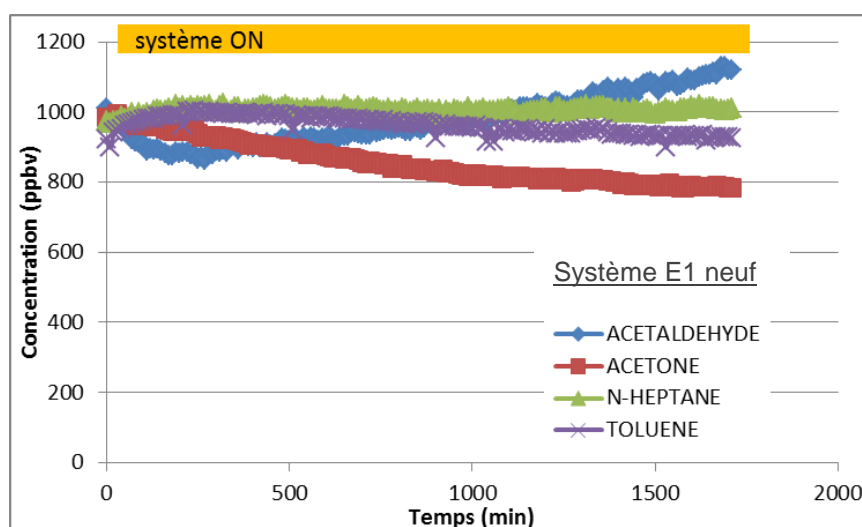


Figure 8 : Suivi des concentrations en COVs (GC-PID) pour le système E1 neuf, après ajout d'un mélange de COVs

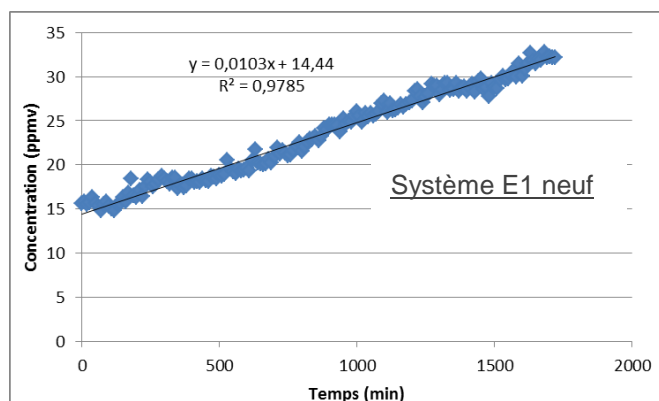
NB : COVs : Acétaldéhyde (bleu/losange) ; Acétone (rouge/carré) ; n-Heptane (vert/triangle) ; Toluène (violet/croix)

Polluants gazeux(COVs)	Rendement d'abattement (Syst. E1 neuf/allumé)
Acétaldéhyde	+10 % en 26 heures
Acétone	-20 % en 26 heures
n-heptane	<5 % en 26 heures
Toluène	<5 % en 26 heures

Tableau 3 : Rendement d'abattement des concentrations en COVs pour le système E1 neuf (en mode ON) après ajout d'un mélange de COVs (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène).

##### 4.2.3.2.2 Suivi des concentrations de CO<sub>2</sub> – relargage par le système E1 neuf avec COVs ajoutés

Avec le système E1 neuf (en fonctionnement : mode ON), l'évolution des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) en présence de COVs ajoutés (Figure 9) est du même ordre de grandeur que celle enregistrée sans COVs ajoutés (courbe rouge/système ON, Figure 7).



**Figure 9 :** Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> avec le système E1 neuf en présence d'un mélange de COVs (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène)

#### 4.2.3.3 Conclusions des tests pour le système E1 (en référence à la norme XP B44-013)

Les tests d'efficacité réalisés avec le système E1 sont globalement très décevants.

Les résultats marquants sont les suivants :

- En absence de polluants (sans COVs ajoutés), il y a des quantités de COVs qui sont émises à des concentrations significatives par le système lui-même (estimées à plusieurs centaines de ppbV). Un test complémentaire, réalisé après 17 jours de vieillissement (le système a fonctionné en continu pendant 17 jours), révèle que les teneurs en COVs dans l'air (en absence de polluants ajoutés) sont toujours significatives. Elles sont estimées à plusieurs centaines de ppbV, c'est-à-dire que des COVs sont toujours émis par le système E1 vieilli.
- En présence de polluants (COVs primaire ajoutés), l'activité photocatalytique du système E1 n'a pas été mise en évidence. Le système E1 est composé d'un filtre en charbon actif. Pourtant, les COVs mesurées dans l'air (n-heptane et toluène, par exemple) ne diminuent pas grâce aux propriétés d'adsorption du filtre. Il est donc donné comme hypothèse que le filtre serait saturé en composés émis par le système lui-même.

En conséquence, le système E1 n'a pas pu être retenu dans la suite de l'étude car :

- Il émet des COVs lorsque le système est en fonctionnement ;
- Il n'est pas efficace pour éliminer des COVs ajoutés (suivant la norme AFNOR XP B44-013).

Le système E15 qui avait été retenu au début de l'étude comme une option (§ 4.1) a donc été testé dans la suite de l'étude.

## 4.2.4 Efficacité du système E10 (en référence à la norme XP B44-013)

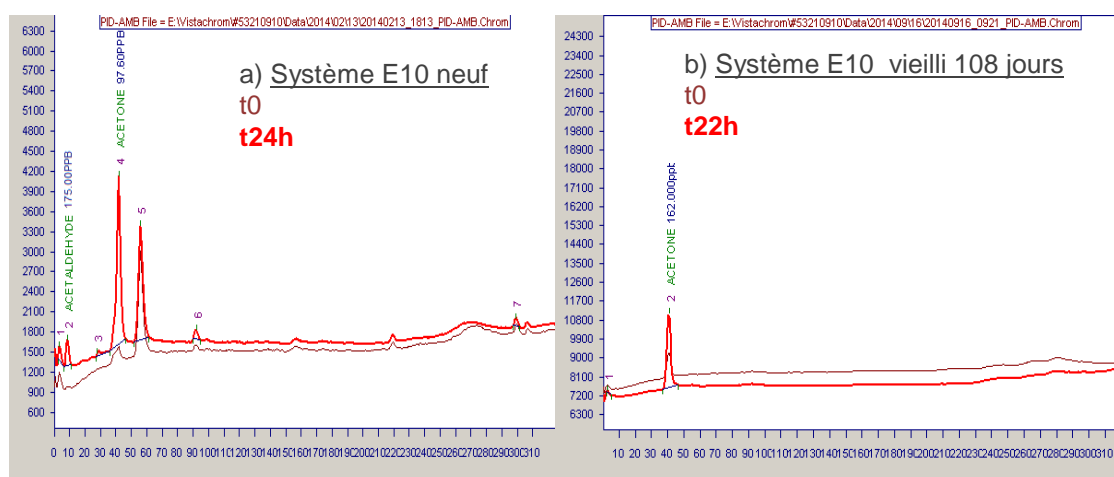
### 4.2.4.1 Tests d'efficacité avec le système E10 (neuf et vieilli 108 jours) sans COVs ajoutés

Le système E10 a été testé neuf mais aussi après sa mise en fonctionnement en continu (état de vieillissement à 108 et 228j) pendant 228 jours au total, soit 7,6 mois. Les tests se sont déroulés sans ajout de COVs. Le système E10 a fonctionné avec le débit d'air le plus élevé indiqué par le constructeur ( $285 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ ).

#### 4.2.4.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le système E10 sans COVs ajoutés

Avec le système E10 neuf sans COVs ajoutés, plusieurs COVs émis sont détectés, dont l'acétaldéhyde et l'acétone, à des concentrations de quelques centaines de ppbV grâce à une analyse en GC-PID sur 24 heures (Figure 10a). Les concentrations mesurées au bout de 24 heures sont de l'ordre de 175 ppbV pour l'acétaldéhyde et de 98 ppbV pour l'acétone (Figure 11). D'autres composés (ethanol, t-butanol, butanal) sont détectés par GC-PID et identifiés par ATD-GC-MS (Figure 13). Ces deux derniers composés totalisent environ 88 ppbV équivalent toluène. De plus, une analyse HPLC-UV a mis en évidence la présence d'environ 39 ppbV de formaldéhyde dans un échantillon d'air prélevé à  $t=24$  heures.

Avec le système E10 vieilli pendant 21 jours et au-delà (jusqu'à 108 et 228 jours), l'acétone est le composé majoritaire détecté par GC-PID durant les tests (Figure 10). Par analyse ATD-GC-MS, on enregistre un relargage plus faible de COVs pour ce système. Les deux composés majoritaires détectés sont l'acétone et l'acétate d'éthyle (Figure 14). De plus, une analyse HPLC-UV a mis en évidence la présence d'environ 40 ppbV de formaldéhyde dans un échantillon d'air prélevé à  $t=17$ h. La concentration en acétaldéhyde mesurée sur cet échantillon par HPLC-UV est de 23 ppbV (Figure 15).



**Figure 10 :** Exemples de chromatogramme pour le système E10 sans COVs ajoutés (par analyse en ligne GC-PID)

**NB :** De gauche à droite : Système neuf (a) ; Système vieilli pendant 108 jours (3,6 mois) (b)

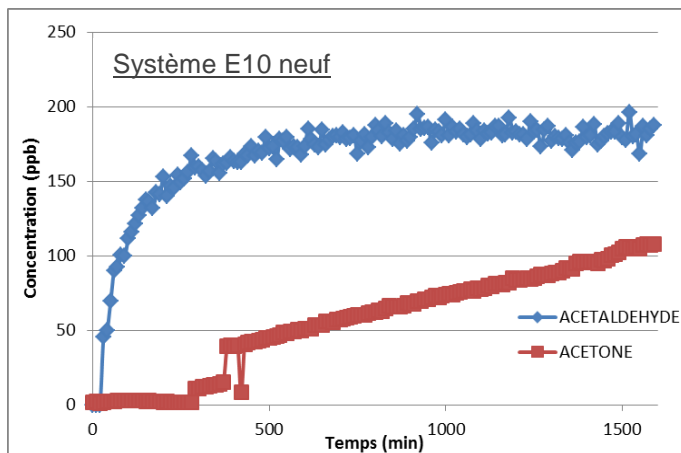


Figure 11 : Suivi des concentrations en acétaldéhyde et en acétone pour le système E10 neuf sans COVs ajoutés (analyse GC-PID)

NB : COVs : Acétaldéhyde (bleu/losange) ; Acétone (rouge/carré)

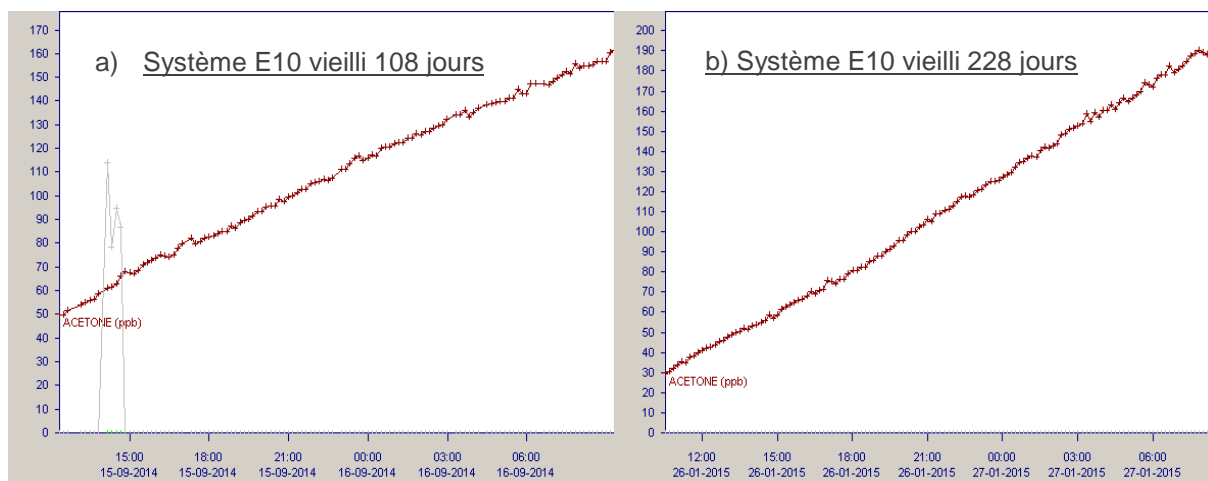


Figure 12 : Suivi des concentrations en acétone (par GC-PID) pour le système E10 sans COVs ajoutés

NB : De gauche à droite : Système vieilli pendant 108 jours, soit 3,6 mois (a) ; Système vieilli pendant 228 jours, soit 7,6 mois (b)

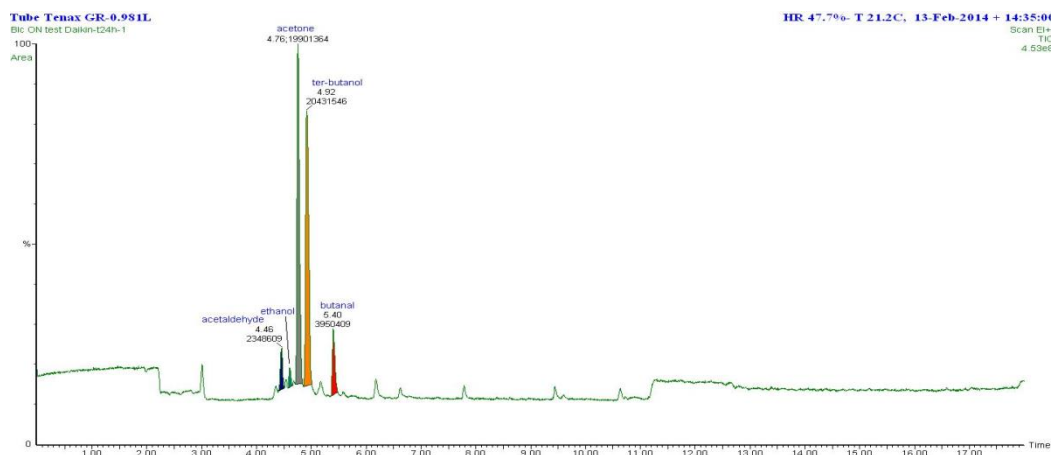


Figure 13 : Analyse pour le système E10 neuf par ATD-GC-MS après 24 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés

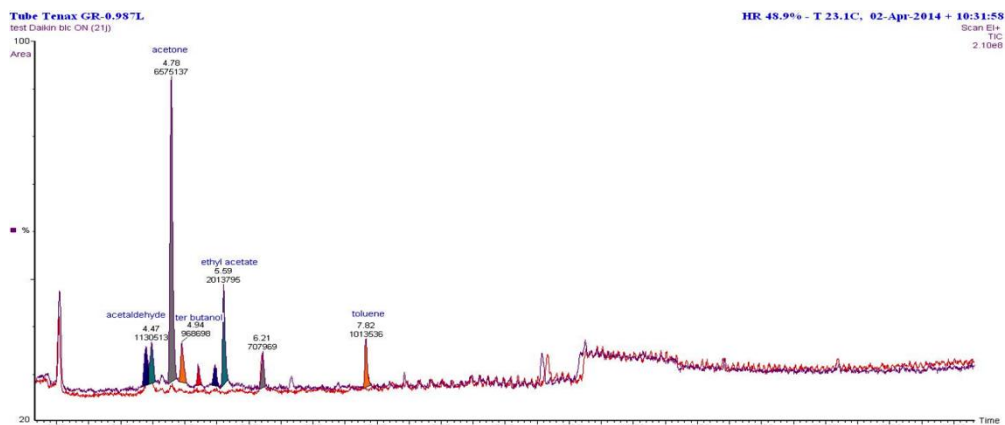


Figure 14 : Analyse pour le système E10 sans COVs ajoutés, vieilli 21 jours, par ATD-GC-MS à  $t_0$  (tracé en rouge) et après 17 heures de fonctionnement (tracé en violet)

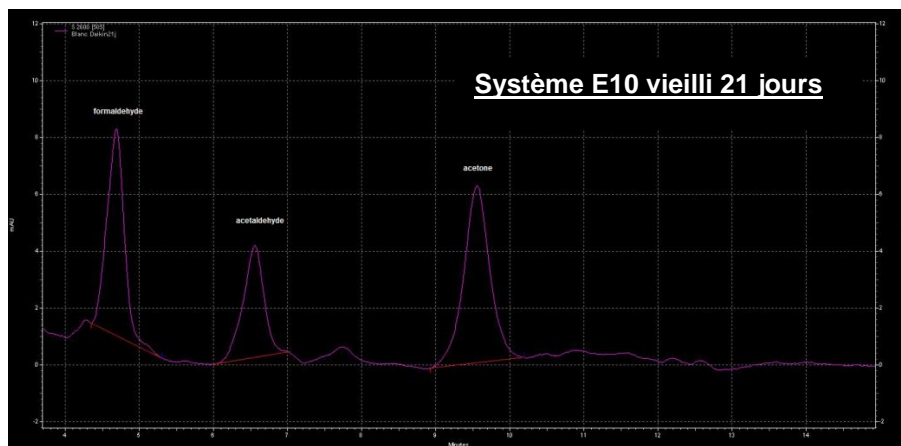


Figure 15 : Analyse pour le système E10 vieilli 21 jours (par HPLC-UV) d'un échantillon d'air prélevé après 17 heures de fonctionnement (Test sans COVs ajoutés)

#### 4.2.4.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> – relargage par le système E10 sans COVs ajoutés

En l'absence de COVs ajoutés, une augmentation de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) est enregistrée en 24 heures avec le système E10 en fonctionnement (Figure 16). La production de CO<sub>2</sub> est faible pour le système neuf. Par contre avec le système vieilli, la teneur en CO<sub>2</sub> atteint son maximum entre 21 et 108 jours de fonctionnement en continu du système puis elle commence à diminuer après 228 jours de fonctionnement. Le maximum de CO<sub>2</sub> produit par le système E10 en l'absence de COVs ajoutés est de l'ordre de 30 ppmV.

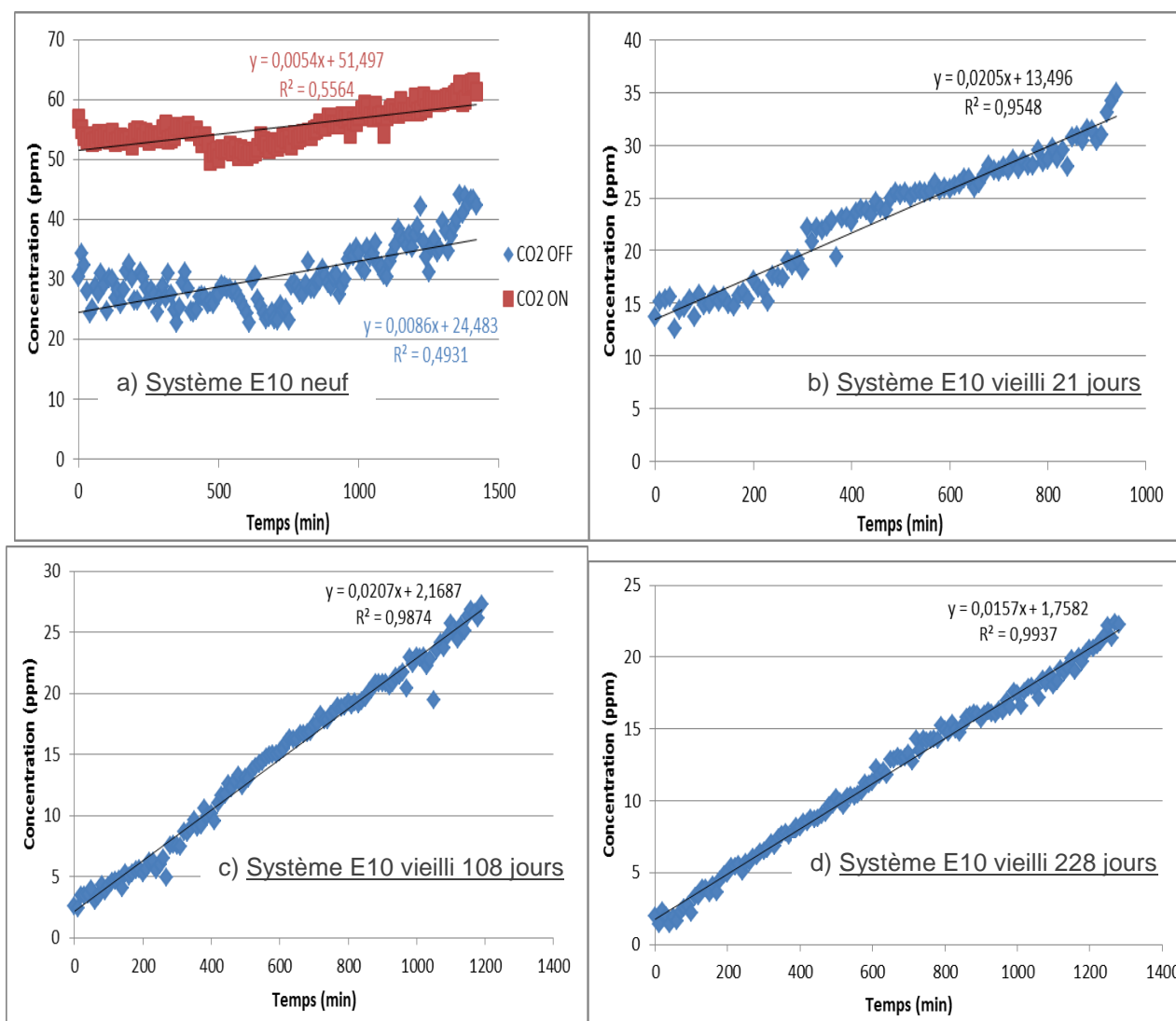


Figure 16 : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> avec le système E10 neuf et vieilli (21, 108, 228 jours) sans COVs ajoutés

**NB** : De gauche à droite et de haut en bas : Système neuf (a) en mode OFF (bleu/losange) et en mode ON (rouge/carré) ; Système vieilli 21 jours (b), 108 jours (c) et 228 jours (d) en mode ON (bleu/losange)

#### 4.2.4.1.3 Suivi des concentrations en O<sub>3</sub> – relargage par le système E10 sans COVs ajoutés

Le contrôle réalisé avec un prélèvement de 30 litres d'air dans l'enceinte à t=24 heures sur cartouche BPE-DNPH puis l'analyse en HPLC-UV ne permettent pas de révéler une génération d'ozone (O<sub>3</sub>) en quantité détectable.

#### 4.2.4.2 Tests d'efficacité avec le système E10 (neuf et vieilli) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

##### 4.2.4.2.1 Suivi des concentrations de COVs primaires – relargage par le système E10 avec COVs ajoutés

La Figure 17 présente les résultats des tests d'efficacité pour le système E10 neuf et vieilli (pendant 21, 108 et 228 jours). Les concentrations émises par le système E10 en marche (mode ON) sont suivies pour 4 COVs (dits COVs primaires ajoutés à 1 ppmV).

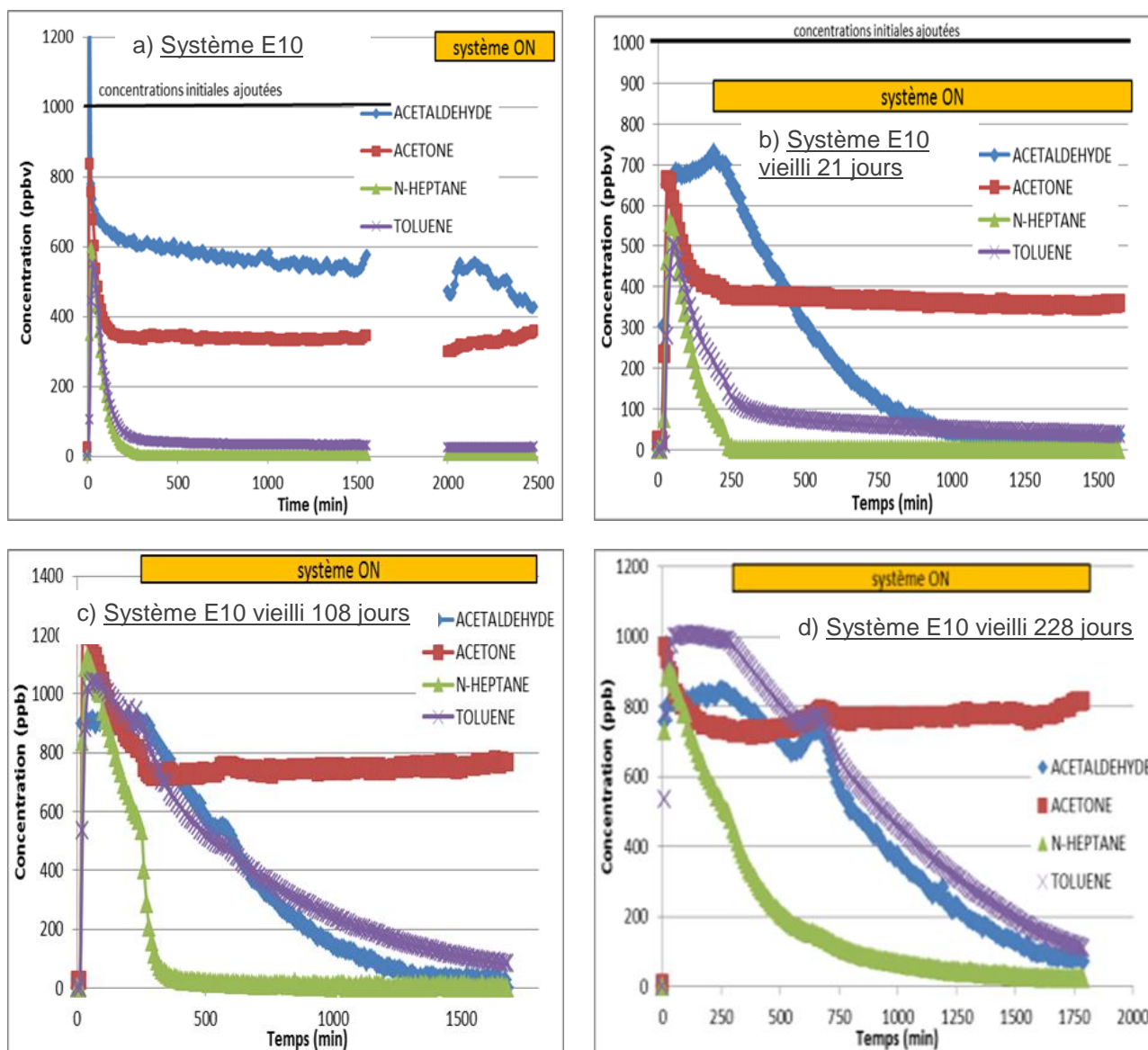


Figure 17 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le système E10 allumé (mode ON), neuf et vieilli (21, 108, 228 jours), en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB :** De gauche à droite et de haut en bas : Système neuf (a) ; Système vieilli 21 jours (b), 108 jours (c) et 228 jours (d) – Acétaldéhyde/bleu (losange) ; Acétone/rouge (carré) ; n-heptane/vert (triangle) ; Toluène/violet (croix)

Avec le système E10 éteint (mode OFF), on constate une forte diminution des COVs en 250 minutes (plus particulièrement pour le toluène et le N-Heptane) ce qui est vraisemblablement due à leur adsorption sur les parois, le filtre ou le media photocatalytique (Figure 18a). Par contre, avec le vieillissement du système cette adsorption diminue significativement.

Avec le système E10 en fonctionnement (mode ON), après cette phase d'adsorption, les concentrations en acétaldéhyde, n-heptane et toluène chutent jusqu'à une valeur nulle. Les pourcentages d'élimination sont donc très significatifs, proches en moyenne de 80 à 95 % (Figure 18b). Mais l'acétone n'est pas dégradée par le système E10 en fonctionnement. Les pentes des courbes de concentrations en COVs présentées à la Figure 17 montrent que les vitesses de disparition des polluants diminuent de manière sensible lorsque le système vieillit.

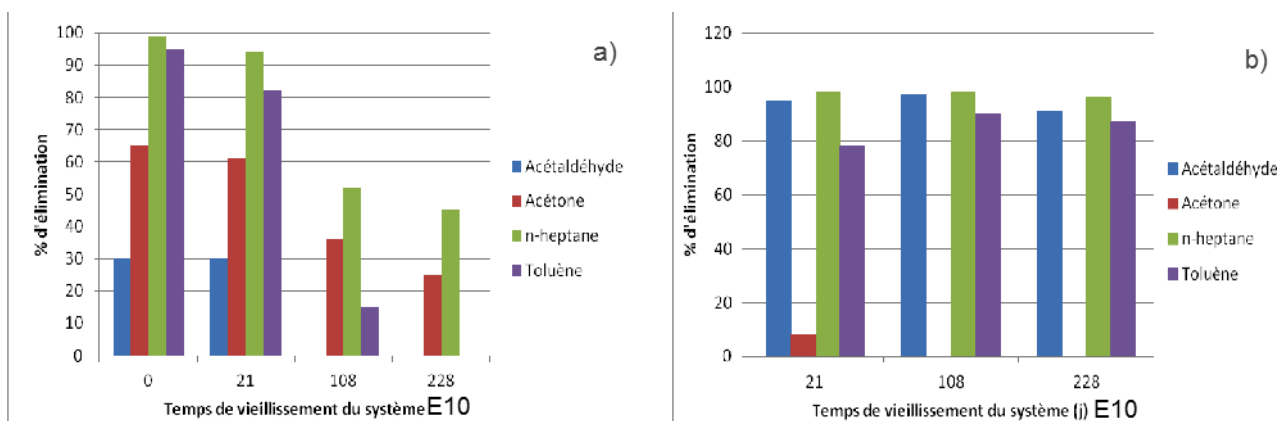


Figure 18 : Pourcentage de COVs éliminés pour le système E10, neuf et vieilli (21, 108 et 228 jours), avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : Système éteint (mode OFF) pendant 250 minutes (a) ; Système allumé (mode ON) pendant 24 heures (b) – Acétaldéhyde en bleu ; Acétone en rouge ; n-heptane en vert ; Toluène en violet

À la fin du test d'efficacité avec le système E10 neuf, 15 litres d'air sont prélevés sur une cartouche DNPH et analysés en HPLC-UV mettant en évidence la présence d'environ 50 ppbV de formaldéhyde (Figure 19). Les autres composés détectés sur ce prélèvement sont majoritairement de l'acétaldéhyde, de l'acétone (déjà quantifiés par GC-PID), ainsi que du propanal et du butanal en quantités plus faibles (estimées à quelques dizaines de ppbV).

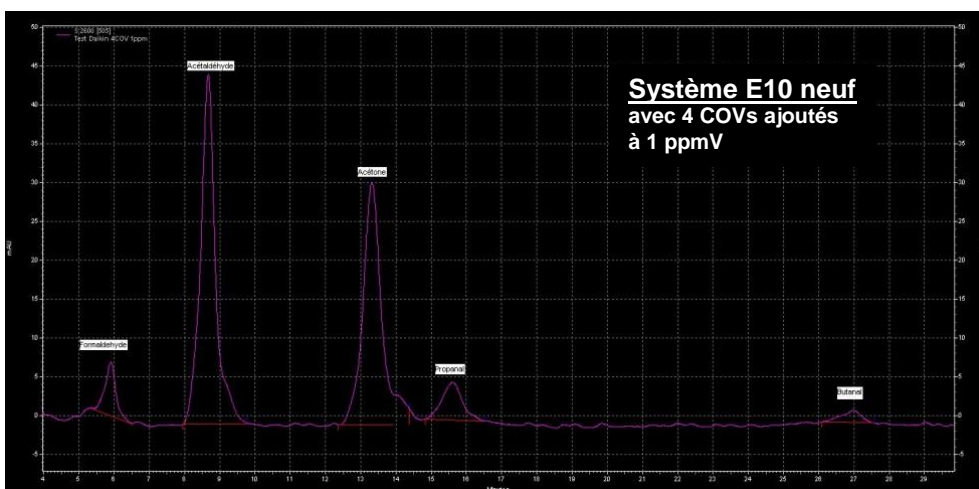


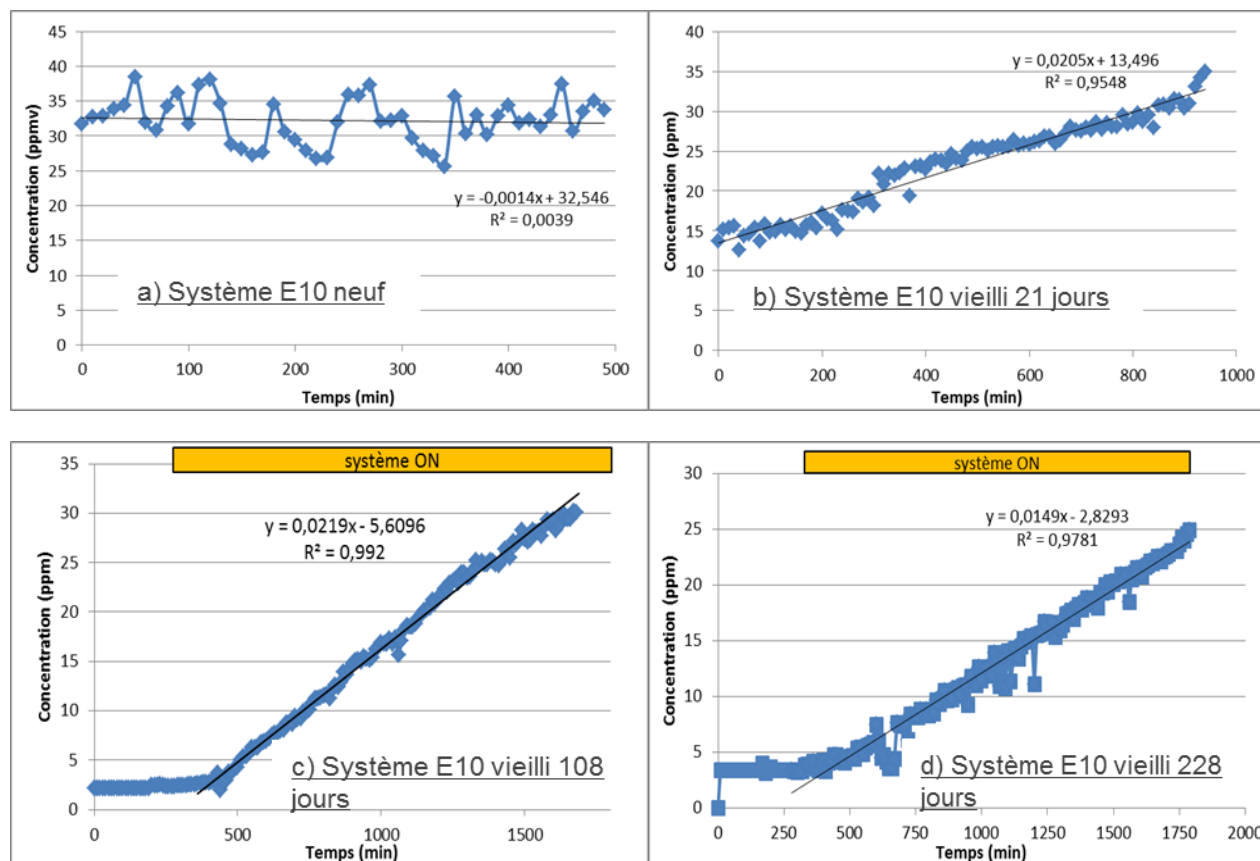
Figure 19 : Analyse pour le système E10 neuf par HPLC-UV d'un échantillon d'air (en fin de test, avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV)

NB : Le 1<sup>er</sup> pic sur la gauche de la figure est du formaldéhyde

#### 4.2.4.2.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> – relargage par le système E10 avec COVs ajoutés

Les tests d'efficacité présentés à la Figure 20, et réalisés avec le système E10 allumé (mode ON) en présence de COVs ajoutés, montrent un profil similaire dans l'évolution des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) (à celui obtenu sans ajout de COVs (Figure 16)).

Cette observation démontre que la minéralisation des COVs n'est pas quantifiable avec le système E10.



**Figure 20** : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> pour le système E10 allumé (mode ON), neuf (a) et vieilli (21, 108 et 228 jours), avec un mélange de COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB** : De gauche à droite et de haut en bas : Système neuf (a) ; Système vieilli 21 jours (b), 108 jours (c) et 228 jours (d)

#### 4.2.4.3 Test d'efficacité avec le système E10 neuf en présence de COVs ajoutés à 250 ppbV

##### 4.2.4.3.1 Suivi des concentrations de COVs primaires – relargage par le système E10 avec COVs ajoutés

Le système E10 est mis en marche (mode ON) pendant 190 minutes après avoir ajouté les 4 COVs à une concentration initiale d'environ 250 ppbV en chaque composé (Figure 21). Avant la mise en route du système, on enregistre une concentration inférieure aux 250 ppbV théoriques pour tous les composés, en particulier pour le n-heptane (qui n'est plus détecté à 190 min) ainsi que pour le toluène (la concentration s'équilibre autour de 30 ppbV). Ces composés sont donc très fortement adsorbés par des composants de l'épurateur. Les variations approximatives des concentrations en COVs qui sont obtenues avec le système éteint (mode OFF) sont précisées dans le Tableau 4.

Une fois le système E10 mis en marche, avec les 3 COVs résiduels (acétone, acétaldéhyde, toluène), l'activité de dégradation est significative pour l'acétaldéhyde seul (- 46 %). En revanche, la concentration en toluène reste stable et

celle de l'acétone augmente (+ 30 %). Au bout de 430 minutes (soit 4 heures après la mise en route du système), 15 litres d'air sont prélevés sur cartouche DNPH et analysés en HPLC-UV mettant en évidence la présence d'environ 50 ppbV de formaldéhyde (Figure 22). D'autres composés sont également détectés dans ce prélèvement d'air, avec majoritairement l'acétaldéhyde, l'acétone (déjà quantifiés par GC-PID) ainsi que le propanal et le butanal en quantités plus faibles.

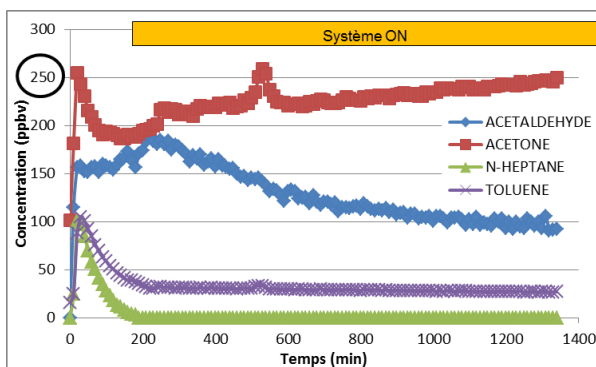


Figure 21 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le système E10 neuf allumé (mode ON) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV

NB : Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix)

Polluants gazeux (COVs)	Rendement d'abattement (Syst. E10 neuf/éteint) (%)
Acétaldéhyde	31 % en 190 minutes
Acétone	24 % en 190 minutes
n-heptane	>99 % en 190 minutes
Toluène	88 % en 190 minutes

Tableau 4 : Rendement d'abattement des concentrations en COVs pour le système E10 neuf éteint (mode OFF) après ajout d'un mélange de 4 COVs à 250 ppbV

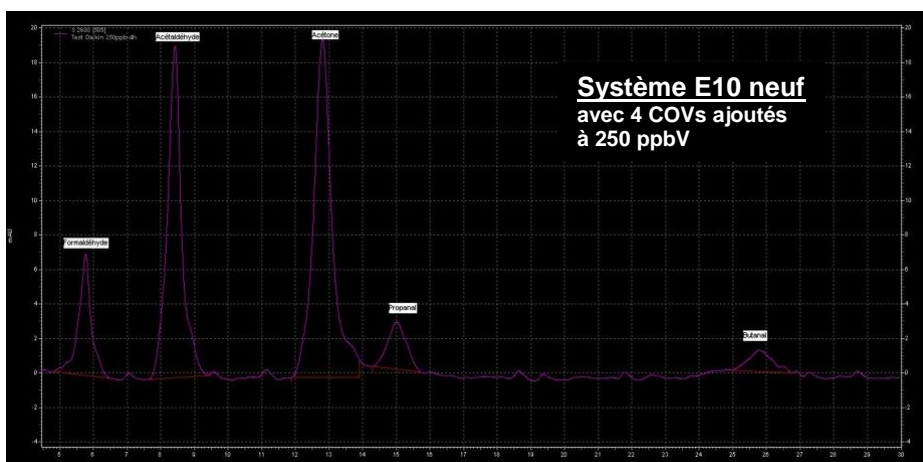


Figure 22 : Analyse pour le système E10 neuf par HPLC-UV d'un échantillon d'air prélevé en fin de test (avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV)

NB : Le 1<sup>er</sup> pic sur la gauche de la figure est du formaldéhyde

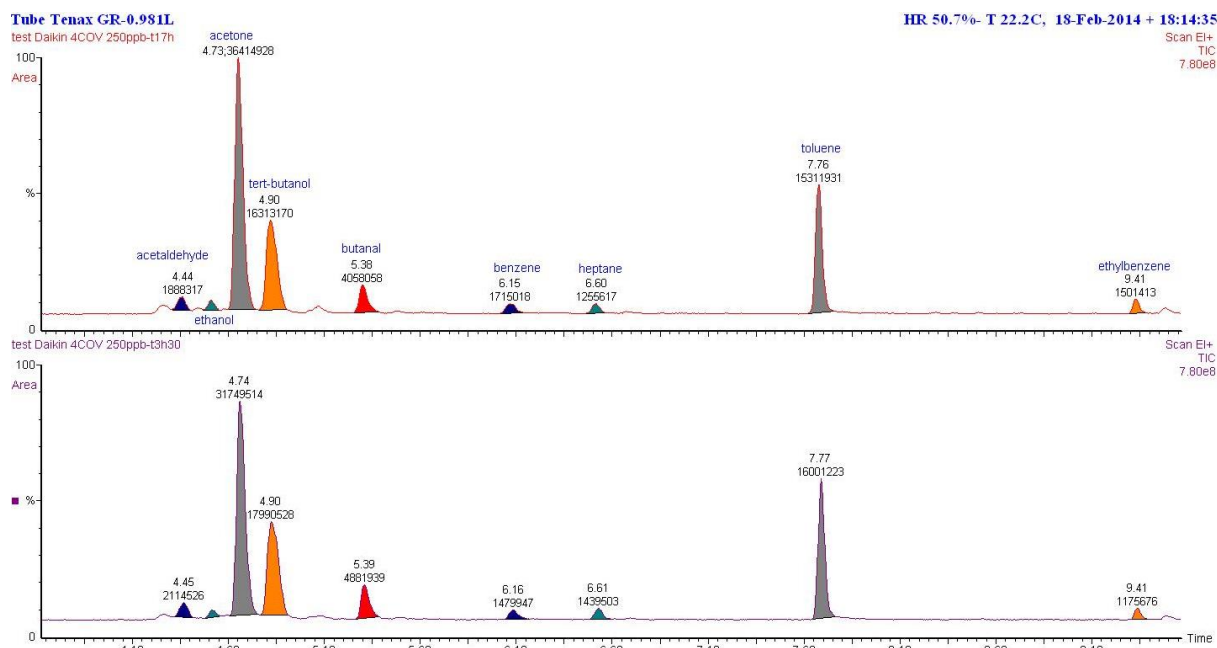


Figure 23 : Analyse pour le système E10 neuf (par ATD-GC-MS) d'échantillons d'air prélevés dans l'enceinte à t=400 min (bas) et t=1210 min (haut) après ajout d'un mélange de 4 COVs à 250 ppbV

Des analyses complémentaires sont réalisées par ATD-GC-MS à t=400 min et t=1210 min (respectivement, 3h30 et 17h00 après la mise en route du système). Les chromatogrammes obtenus sont reportés sur la Figure 23.

Avec une analyse par ATD-GC-MS, le propanal n'est pas mis en évidence (mais il est identifié par HPLC-UV). Ce composé co-élu probablement avec l'acétone ou le *t*-butanol lors de l'analyse ATD-GC-MS. Outre les 4 COVs résiduels (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène), d'autres composés sont identifiés dont deux composés majoritaires, le *t*-butanol et le butanal (ces 2 composés totalisent en équivalent toluène environ 83 ppbV à t=400 min et 73 ppbV à t=1210 min), et deux autres composés à l'état de traces (benzène et d'éthylbenzène).

#### 4.2.4.4 Conclusions des tests pour l'épurateur E10 (en référence à la norme XP B44-013)

Les tests d'efficacité réalisés sur l'épurateur E10 montrent des résultats plutôt mitigés :

- En absence de polluants (sans COVs ajoutés), des quantités significatives de COVs sont émises par le système neuf E10 (acétaldéhyde, acétone et *t*-butanol, notamment, avec des concentrations estimées à quelques centaines de ppbV). Une forte odeur de plastique a également été ressentie avec l'appareil neuf mis en fonctionnement (mode ON). Après 21 jours de mise en fonctionnement du système E10 (toujours en absence de COVs ajoutés), des émissions de COVs sont détectées mais en concentrations plus faibles que celles enregistrées avec le système neuf (l'acétone étant le composé majoritaire détecté) ;
- Avec le système E10 éteint (mode OFF) et en présence de COVs ajoutés, les concentrations de polluants diminuent en proportion importante (n-heptane et toluène, notamment) car ces polluants seraient adsorbés vraisemblablement par des composants du système (filtre) ;
- Avec le système E10 en fonctionnement (allumé, mode ON), il est mesuré de manière significative en fin de test que 3 COVs (acétaldéhyde, n-heptane et toluène) sur les 4 ajoutés sont dégradés puisque leurs concentrations sont faibles. Par contre, les concentrations en acétone persistent en fin de test et les performances épuratoires diminuent avec le vieillissement du système ;
- L'activité photocatalytique du système E10 n'a pas été mise en évidence car la minéralisation n'a pas été quantifiée.

## 4.2.5 Efficacité du système E8 (en référence à la norme XP B44-013)

Le système E8 est testé neuf et vieilli (après sa mise en en fonctionnement en continu dans un des laboratoires de travail pendant 120 jours, soit 4 mois, sans ajout de COVs). Il a fonctionné pour tous les tests avec le débit d'air maximum donné par le constructeur ( $250 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ ).

### 4.2.5.1 Tests d'efficacité avec le système E8 (neuf et vieilli) sans COVs ajoutés

#### 4.2.5.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le système E8 sans COVs ajoutés

Il n'y a pas d'augmentation de COVs sur 24 heures dans l'enceinte d'après l'analyse en GC-PID (Figure 24). La Figure 25 présente les chromatogrammes pour le système E8 allumé (mode ON), obtenus par analyse en ATD-GC-MS, avec le test d'efficacité réalisé sans COVs ajoutés (avec 1 litre d'air prélevé à  $t=0$  et  $t=24\text{h}$ ). Leurs résultats ne révèlent pas de présence de COVs identifiables (le seul nouveau pic détecté au bout de 24h à  $t_r=5,14$  minutes ne correspond à aucun composé répertorié dans la bibliothèque).

Aucune émission significative de COVs est à signaler pour le test avec le système E8 (neuf et vieilli) sans COVs ajoutés.

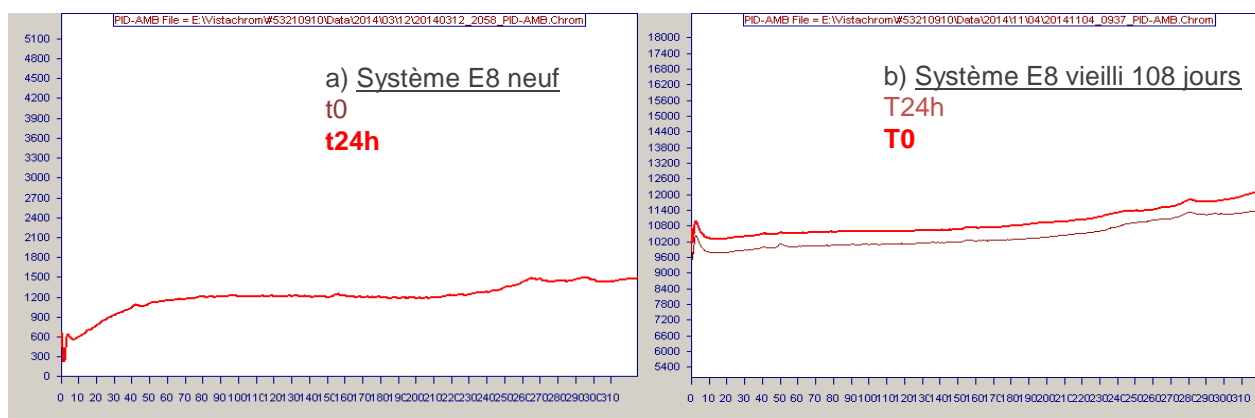


Figure 24 : Exemples de chromatogramme pour le système E8 (par GC-PID) après 24 heures de fonctionnement du système, sans COVs ajoutés

**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite : Système neuf (a) ; Système vieilli pendant 108 jours (b)

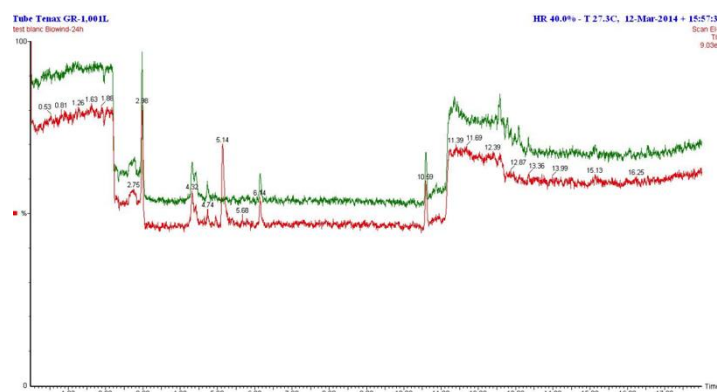
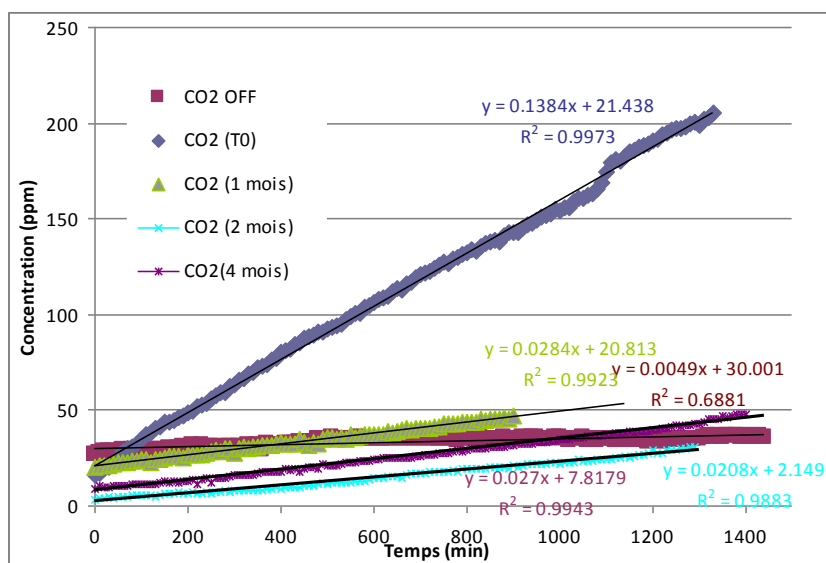


Figure 25 : Analyse pour le système E8 neuf allumé (par ATD-GC-MS en mode ON) sans COVs ajoutés – à  $t=0$  (en vert) et après 24 heures de fonctionnement (en rouge) -

#### 4.2.5.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> - relargage par le système E8 sans COVs ajoutés

Avec le système E8 à l'état neuf en absence de COVs ajoutés, la concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) augmente très significativement (environ 190 ppmV) sur 24 heures ce qui traduit une production de CO<sub>2</sub> par le système lui-même (Figure 26). Pour le système E8 vieilli pendant 1, 2 et 4 mois, l'augmentation de la concentration en CO<sub>2</sub> est beaucoup plus faible (d'un facteur environ 5) par rapport au système E8 neuf. La forte augmentation notée pour le système neuf peut s'expliquer par le fait qu'avant la première utilisation, le média a adsorbé des impuretés qui sont minéralisées lors des premiers jours de mise en service.



**Figure 26** : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (par GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 neuf et vieilli (pendant 1, 2 et 4 mois) sans COVs ajoutés  
**NB** : Système neuf éteint (mode OFF) en marron (carré) ; Système allumé (mode ON) : neuf (T0) (bleu foncé /losange) et vieilli 1 mois (vert /triangle), vieilli 2 mois (bleu ciel /croix), vieilli 4 mois (violet /croix)

#### 4.2.5.1.3 Suivi des concentrations en O<sub>3</sub> - relargage par le système E8 sans COVs ajoutés

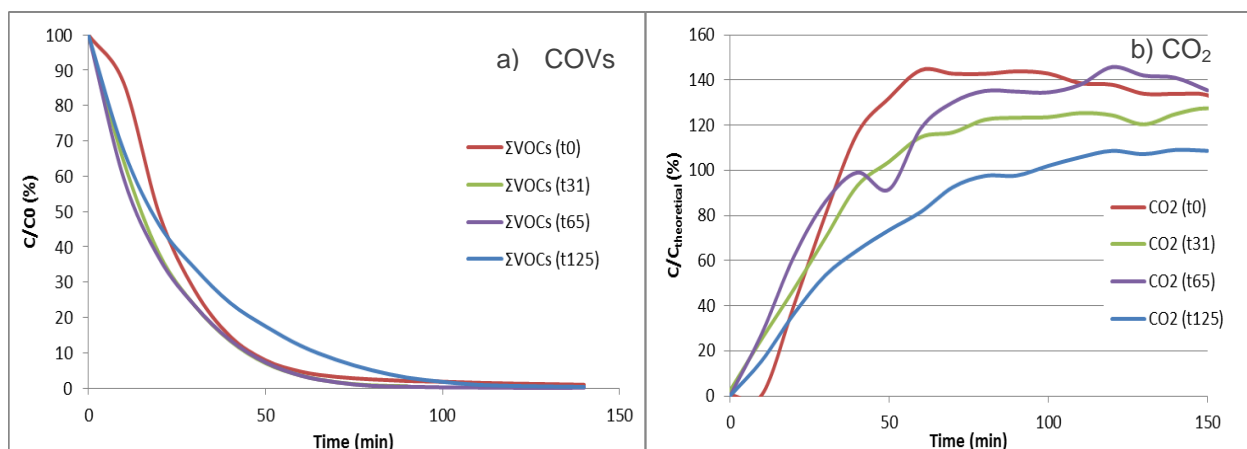
Le contrôle réalisé avec un prélèvement de 30 litres d'air dans l'enceinte à t=24 heures sur cartouche BPE-DNPH puis l'analyse en HPLC-UV ne permettent pas de révéler une génération d'ozone (O<sub>3</sub>) en quantité détectable.

### 4.2.5.2 Tests d'efficacité avec le système E8 en présence de COVs à 1 ppmV

#### 4.2.5.2.1 Suivi des concentrations en COVs primaires et en CO<sub>2</sub> – relargage par le système E8 avec COVs ajoutés

Les résultats obtenus en détails pour les tests d'efficacité en fonction du vieillissement du système E8 sont reportés dans l'annexe 2. L'acétone est ajoutée à une concentration similaire aux 3 autres composés (environ 1 ppmV) mais il est partiellement adsorbé (environ 30 %) avant la mise en marche du système, contrairement aux autres polluants. En moins de 3 heures après le démarrage du système E8, plus de 99 % des 4 COVs ajoutés sont éliminés dans l'enceinte (Figure 27a). La concentration expérimentale en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) indique une minéralisation complète des COVs, y compris après un vieillissement du système pendant 4 mois (

Figure 27b).

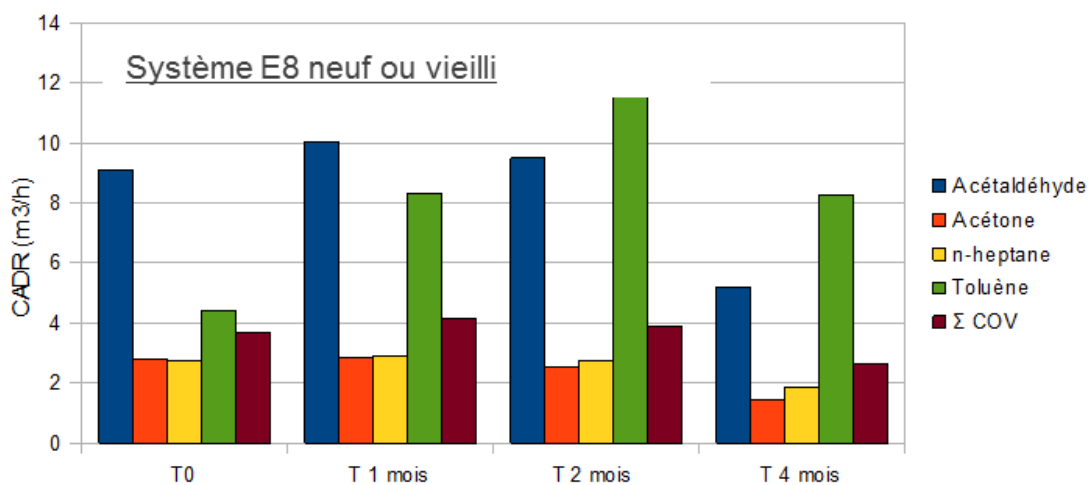


**Figure 27** : Suivi des concentrations en COVs (analyse par GC-PID) et en  $\text{CO}_2$  pour le système E8 avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB** : Lecture des figures de gauche à droite : Total des 4 COVs (a) ;  $\text{CO}_2$  (b) – à t0 (en rouge), t31 jours (en vert), t65 jours (en violet), t125 jours (en bleu)

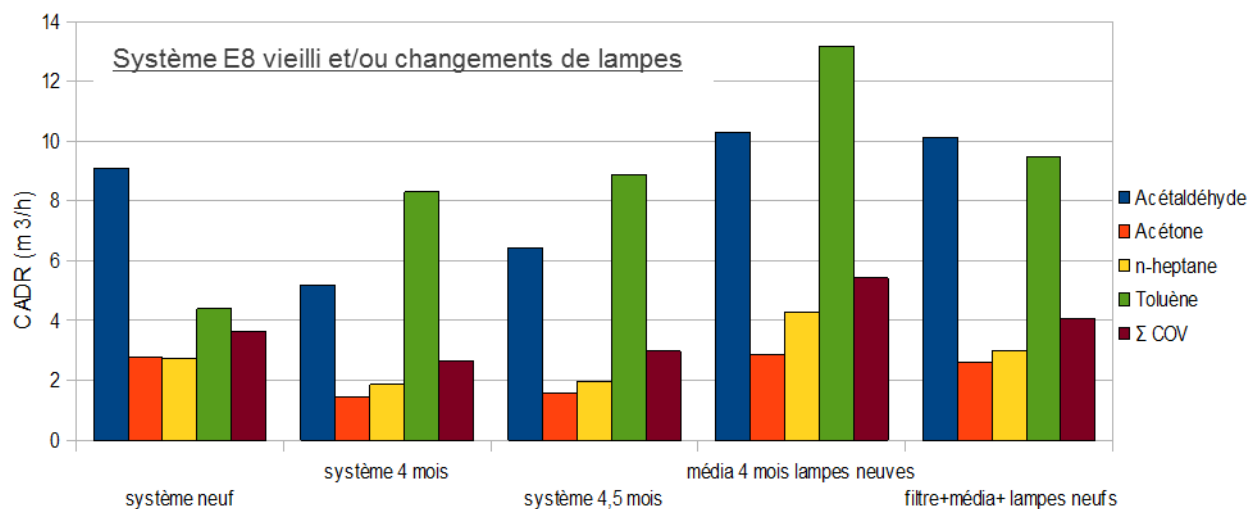
#### 4.2.5.2 Estimation du débit d'air épuré (CADR) à 1 ppmV

Les résultats obtenus lors des tests d'efficacité avec les 4 COVs ajoutés après 4 mois de vieillissement du système E8 indiquent que l'activité photocatalytique est toujours significative. Une diminution sensible de l'efficacité est tout de même observée pour l'acétone, l'acétaldéhyde et le n-heptane (Figure 28). Les valeurs sont surprenantes pour le toluène puisque le débit d'air épuré (CADR) augmente entre 0 et 2 mois. Ce résultat s'explique grâce à une meilleure adsorption du toluène sur le media photocatalytique sous irradiation, après que ce media ait éliminé les COVs préalablement adsorbés lors de sa fabrication ou de son transport. En d'autres termes, l'hypothèse est que le media était probablement « contaminé » dans le système neuf ce qui a compromis son efficacité vis-à-vis du toluène. Le conditionnement, qui est réalisé avant tout premier test d'efficacité et qui est fixé systématiquement pour une durée d'une nuit, n'était vraisemblablement pas suffisant pour débarrasser le système de ses impuretés. La mesure d'irradiance des lampes du système E8 indique une baisse d'un facteur 2 environ au bout de 4 mois (Tableau 5). Un test complémentaire réalisé après 4 mois de vieillissement, avec des lampes neuves mais sans changement de média, permet d'atteindre une efficacité égale ou supérieure à celle obtenue avec le système neuf, indiquant de fait que le média ne semble pas affecté par un vieillissement pendant cette période de 4 mois (Figure 29).



**Figure 28** : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 1, 2 et 4 mois (COVs ajoutés à 1 ppmV)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : État neuf (T0) et états vieillis de 1 à 4 mois (T1, T2, T4) ; A chaque état du système, lecture de gauche à droite : Acétaldéhyde /bleu, acétone /rouge orangé, n-heptane /jaune, toluène /vert et la somme des 4 COVs /marron



**Figure 29** : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 4 et 4,5 mois et/ou du changement de lampes et media (COVs ajoutés à 1 ppmV)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : État neuf, états vieillis de 4 et 4,5 mois et vieilli 4 mois avec ou sans lampes et media neufs ; A chaque état du système, lecture de gauche à droite : Acétaldéhyde /bleu, acétone /rouge orangé, n-heptane /jaune, toluène /vert et la somme des 4 COVs /marron

#### 4.2.5.2.3 Contrôle de l'irradiance de la lampe UVA du système E8

L'irradiance des 2 lampes du système E8 après 4 mois de fonctionnement en continu varie de manière significative.

Gamme longueur d'ondes	300-550 nm Lampe 1-haut	300-550 nm Lampe 2-bas
Système E8 neuf	5,7 mW cm <sup>-2</sup>	5,8 mW cm <sup>-2</sup>
Système E8 vieilli pendant 4 mois	2,2 mW cm <sup>-2</sup>	2,3 mW cm <sup>-2</sup>

**Tableau 5** : Valeurs d'irradiance des lampes du système E8 en fonction du temps de fonctionnement

### 4.2.5.3 Tests d'efficacité avec le système E8 en présence de 4 COVs à 250 ppbV

#### 4.2.5.3.1 Suivi des concentrations en COVs primaires - relargage par le système E8 avec COVs ajoutés (250 ppbV)

En moins de 2 heures, après le démarrage du système E8, plus de 99 % des 4 COVs sont éliminés dans l'enceinte avec le système neuf ou vieilli pendant 4 mois (Figure 30a et b). Le calcul des débits d'air épuré (CADRs) sur la somme des COVs indique une valeur similaire avec le système neuf et avec le système vieilli pendant 4 mois (Figure 31). Il y a une augmentation sensible du CADR d'après les tests d'efficacité avec un vieillissement à 1 et 2 mois, ce qui est liée probablement à une amélioration de l'efficacité de dégradation du toluène (Figure 28).

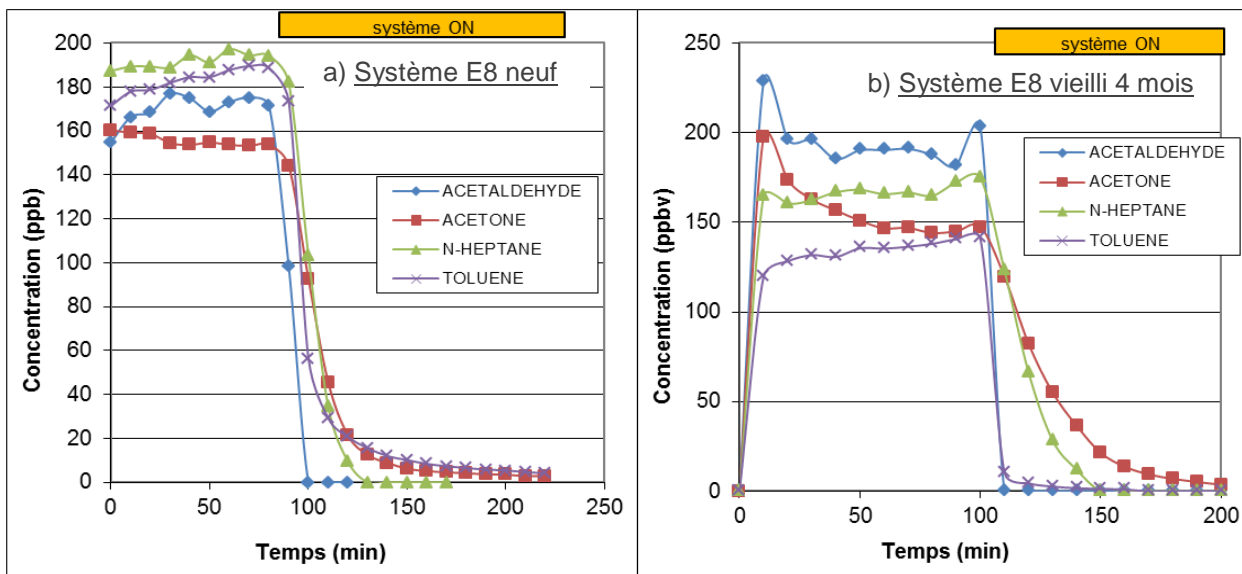


Figure 30 : Suivi des concentrations en COVs (par GC-PID) pour le système E8 allumé (mode ON), neuf et vieilli pendant 4 mois avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV

NB : Lecture des figures de gauche à droite : Système neuf (a) et système vieilli 4 mois (b) – Acétaldéhyde en bleu (losange) ; Acétone en rouge (carré) ; n-heptane en vert (triangle) ; Toluène en violet (croix)

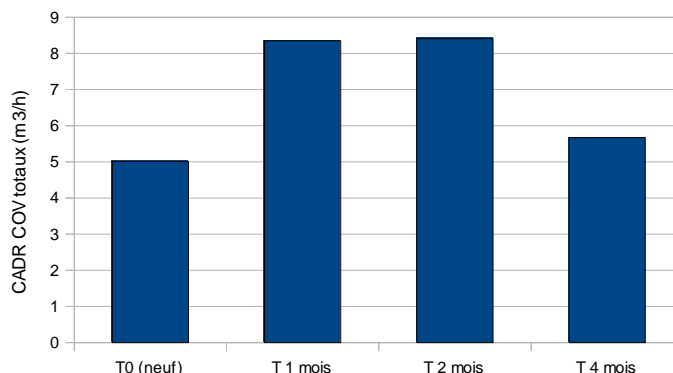


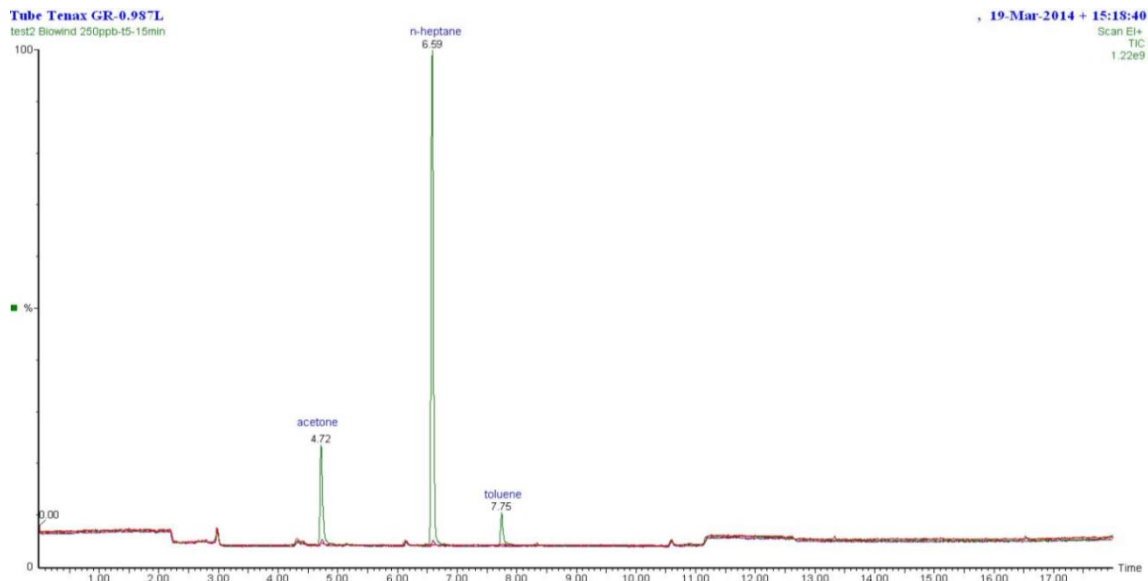
Figure 31 : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR), calculé pour la somme des COVs, pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 1, 2 et 4 mois (4 COVs ajoutés à 250 ppbV)

NB : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Système neuf (T0) et systèmes vieillis 1, 2 et 4 mois (T1, T2, T4)

#### 4.2.5.3.2 Suivi des concentrations en COVs secondaires (éventuellement formés durant les tests d'efficacité)

##### Analyses ATD-GC-MS

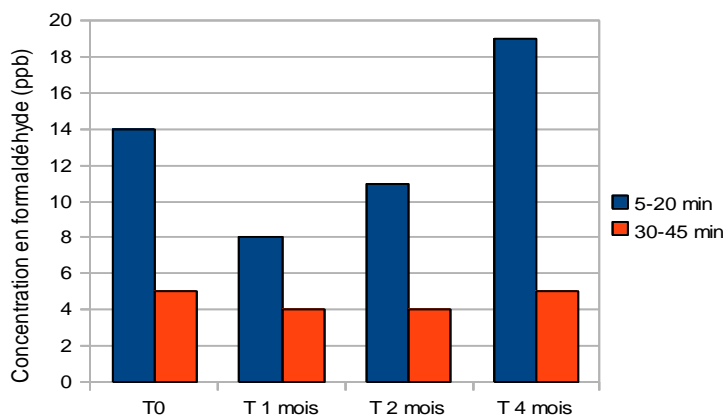
Avec le système E8, seuls les COVs initiaux (dits primaires car ajoutés) ont été détectés mais aucun sous-produit de réaction (polluants dits secondaires car éventuellement formés) a été identifié (Figure 32, à titre d'exemple de résultat). Un échantillon d'un litre d'air est prélevé, dans l'enceinte en présence du système E8, sur des tubes TENAX GR à différents temps durant les tests (T0, T5-15mn, T30-40mn).



**Figure 32 :** Analyses pour le système E8 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 4 COVs à 250 ppbV à différents temps de prélèvement  
**NB :** Avant le début du test à T0 (tracé rouge) ; Système en fonctionnement à T5-15 min (tracé vert) et T30-40 min (tracé violet)

**Analyses HPLC-UV**

Un échantillon de 15 litres d’air est prélevé dans l’enceinte en présence du système E8 sur des cartouches à 2 temps durant les tests d’efficacité (T5-20mn et T30-45mn). Seul le formaldéhyde a été détecté comme sous-produit intermédiaire mais les teneurs sont faibles (< 20 ppbV) (Figure 33). Ces teneurs sont maximales en début d’irradiation et diminuent très significativement après 30 minutes ce qui indique une minéralisation du formaldéhyde dans ces conditions.



**Figure 33 :** Concentrations en formaldéhyde à différents temps de prélèvement, avec un mélange de 4 COVs à 250 ppbV, pour l’appareil E8 en fonction du vieillissement (LD=5 ppbV)

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Système neuf (T0) et systèmes vieillis 1, 2 et 4 mois (T1, T2, T4) – Prélèvements entre 5 et 20 minutes (bleu) et entre 30 et 45 minutes (rouge)

#### 4.2.5.4 Tests d'efficacité avec le système E8 en présence de 5 polluants dont le formaldéhyde (à 250 ppbV)

##### 4.2.5.4.1 Suivi des concentrations en COVs primaires - relargage par le système E8 avec 5 polluants ajoutés (à 250 ppbV)

La Figure 34 représente les résultats des tests réalisés avec le système E8, neuf d'une part et vieilli pendant 4 mois d'autre part. Pour les différents essais, les 4 COVs (acétaldéhyde, acétone, n-heptane et toluène) sont analysés en ligne par GC-PID alors que le formaldéhyde est analysé par prélèvement sur cartouches DNPH et analyse HPLC-UV (selon la méthode normalisée ISO 16000-3). Les résultats montrent que le formaldéhyde ajouté au mélange des 4 COVs est éliminé très rapidement et présente un comportement similaire à l'acétaldéhyde. Après 4 mois d'utilisation en continu du système E8, le test d'efficacité est toujours significatif en présence des 5 COVs.

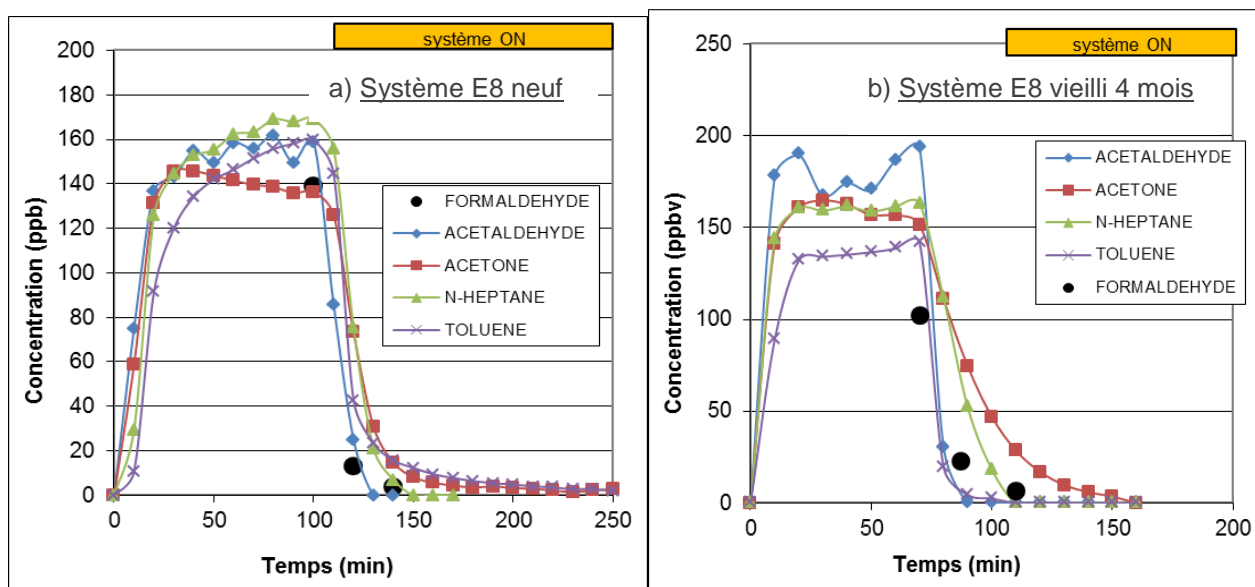


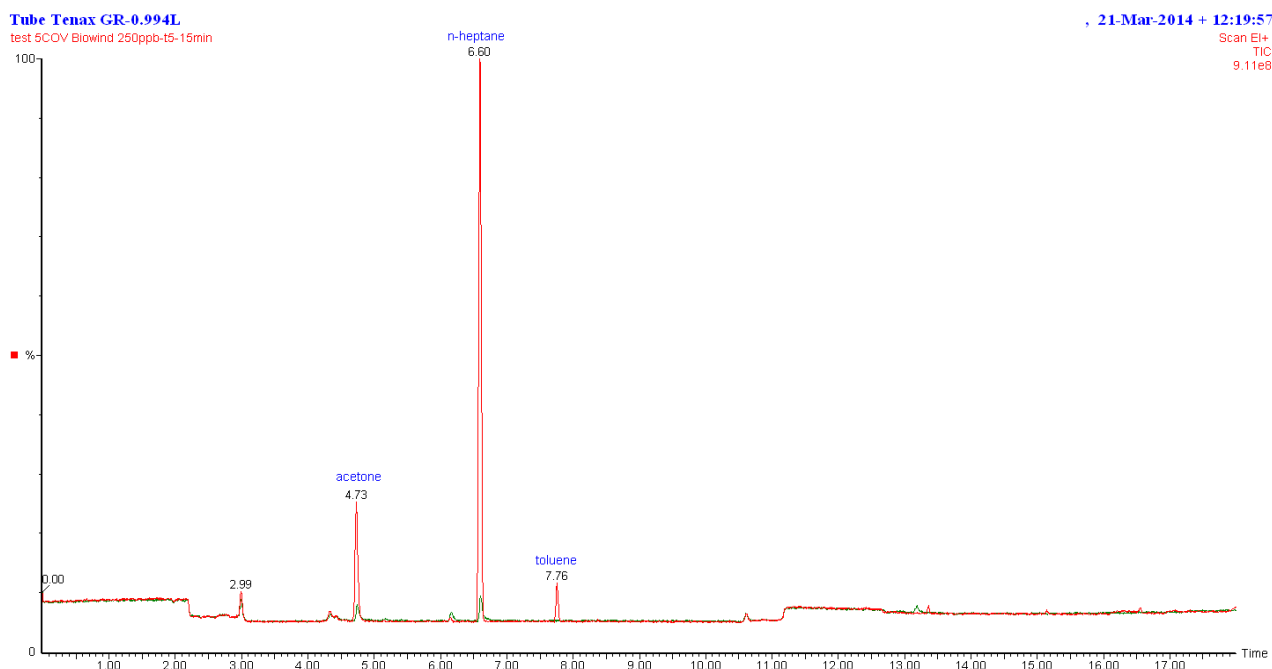
Figure 34 : Suivi des concentrations en COVs pour le système E8 neuf et vieilli 4 mois avec un mélange de 5 polluants ajoutés à 250 ppV

**NB :** Lecture de gauche à droite : Système neuf (a) et système vieilli 4 mois (b) – Formaldéhyde en noir (point) ; Acétaldéhyde en bleu (losange) ; Acétone en rouge (carré) ; n-heptane en vert (triangle) ; Toluène en violet (croix)

##### 4.2.5.4.2 Suivi des concentrations en COVs secondaires (éventuellement formés au cours des tests avec les 5 COVs ajoutés)

###### Analyses ATD-GC-MS

Un litre d'échantillon d'air est prélevé, dans l'enceinte en présence du système E8, sur des tubes TENAX GR à différents temps durant les tests (avec 5 polluants ajoutés). La Figure 35 présente un exemple de chromatogramme obtenu. Seuls les COVs initiaux/ajoutés (dits primaires) sont détectés et aucun sous-produit de réaction (polluants dits secondaires car éventuellement formés) a été identifié.



**Figure 35** : Analyses pour le système E8 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 5 polluants à 250 ppbV à différents temps de prélèvement  
**NB** : Système en fonctionnement à T5- 15 min (tracé en rouge) et T20-30 min (tracé en vert)

#### 4.2.5.5 Conclusion des tests pour le système E8 (en référence à la norme XP B44-013)

Les tests d'efficacité réalisés avec le système E8 à l'état neuf sont concluants. La production de COVs émis par le système lui-même n'a pas été mise en évidence. L'efficacité photocatalytique du système E8 est démontrée selon la norme AFNOR XP-B44-013 qui permet de tester les 4 COVs retenus pour l'étude SafePHOTOCAT (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène).

- Une concentration importante de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), générée par le système E8 à l'état neuf, est mesurée en absence de COVs ajoutés ce qui interfère avec le CO<sub>2</sub> de la minéralisation. Avec un système vieilli (c'est-à-dire en fonctionnement pendant 1 mois en continu), la production de CO<sub>2</sub> est nettement plus faible. Cela suggère que le système neuf a adsorbé une quantité significative de COVs durant sa fabrication/transport. Et, que ces COVs sont minéralisés lors de la première utilisation du système (une fois en fonctionnement).
- Les tests d'efficacité réalisés avec les 4 COVs ajoutés (à 1 ppmV) ont confirmé une élimination complète des polluants et leur minéralisation totale.
- Les tests d'efficacité réalisés après 4 mois de fonctionnement en continu avec le système E8 restent concluants. Pourtant, l'efficacité du système mesurée au bout de 4 mois est sensiblement plus faible comparée à celle mesurée après 2 mois de fonctionnement. Cette diminution d'efficacité est à corrélérer avec la baisse significative de l'irradiance des lampes (environ 2,5 fois plus faible pour l'irradiance du système vieilli par rapport au système neuf). Un test complémentaire réalisé avec le système E8, à 4 mois d'utilisation avec des lampes neuves, a permis de mettre en évidence que le média photocatalytique ne semblait pas être affecté par le vieillissement du système pour cette durée d'utilisation.
- Les tests d'efficacité réalisés avec le système E8 en présence de 4 COVs ajoutés (à 250 ppbV environ) ont mis en évidence la présence de sous-produits intermédiaires, comme du formaldéhyde formé et détecté en faible concentration (moins de 20 ppbV). Le formaldéhyde (qui se comporte comme un composé transitoire) disparaît en fin de test quelle que soit la durée de vieillissement du système (entre 0 et 4 mois).
- Les tests, réalisés avec 4 COVs ajoutés (à 250 ppbV environ) et en plus le formaldéhyde ajouté, ont montré que le système E8 était efficace pour dégrader le formaldéhyde quel que soit l'état du système (neuf et vieilli jusqu'à 4 mois).

## 4.2.6 Efficacité du système E15 (en référence à la norme XP B44-013)

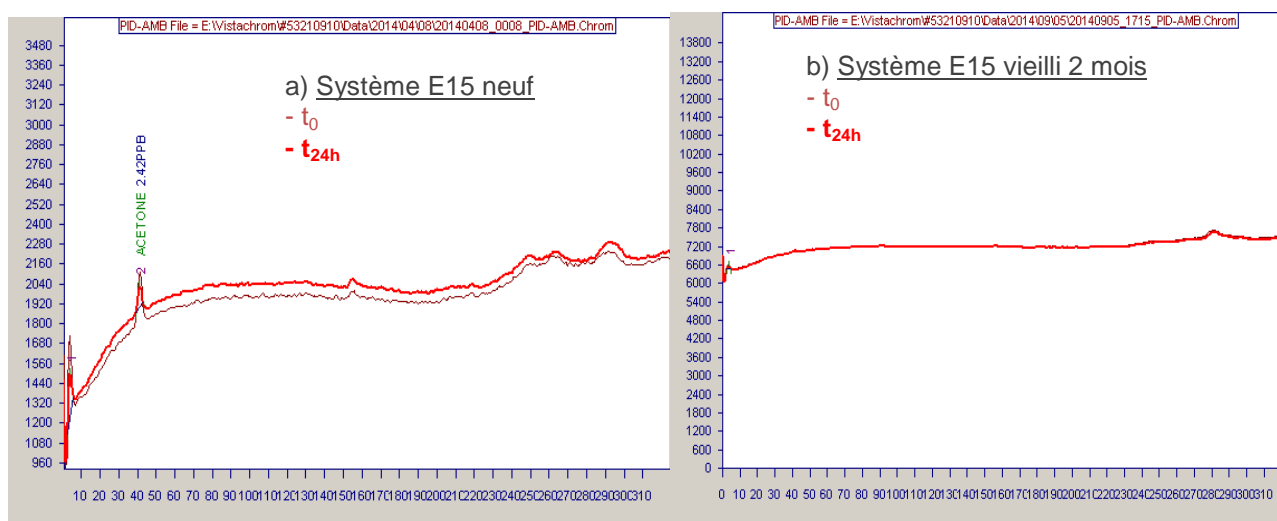
### 4.2.6.1 Tests d'efficacité avec le système E15 (neuf et vieilli) sans COVs ajoutés

Le système E15 est testé sans polluants ajoutés dans une enceinte au laboratoire, d'une part à l'état neuf, et d'autre part après un vieillissement de 4 mois au maximum (le système est laissé en fonctionnement en continu). Un débit d'air de  $160 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$  est appliqué dans tous les tests (débit maximum donné par le fournisseur).

#### 4.2.6.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le système E15 sans COVs ajoutés

Pour le système E15 à l'état neuf, après 24 heures de fonctionnement, une analyse en GC-PID a montré dans l'enceinte une augmentation mineure des teneurs en acétone, soit moins de 10 ppbV (Figure 36a). Avec le système E15 vieilli pendant 1 mois et plus, l'acétone n'est plus détectée lors du test sans COVs ajoutés (Figure 36b).

Les chromatogrammes par analyse ATD-GC-MS avec le système E15 neuf allumé (mode ON) sans COVs ajoutés (prélèvement de 1 litre d'air à  $t=0$  et  $t=24$  heures) révèlent une production de méthyle formate et d'acétone (Figure 37a). Mais les COVs émis par le système sont faibles (de l'ordre de quelques ppbV).



**Figure 36 :** Exemples de chromatogrammes pour le système E15 neuf et vieilli pendant 2 mois (par analyse en ligne GC-PID) sans COVs ajoutés, après 24 heures de fonctionnement

**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite : Système neuf (a) ; Système vieilli pendant 2 mois (b) – Système éteint/ $T_0$  (tracé en violet) ; Système allumé pendant 24 heures/ $T_{24h}$  (tracé en rouge)

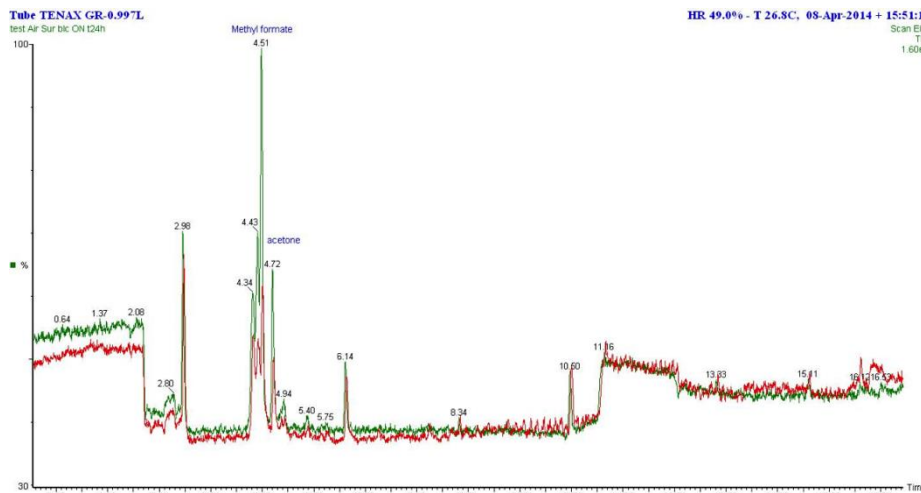


Figure 37 : Analyse pour le système E15 neuf sans COVs ajoutés, par ATD-GC-MS – Système éteint à t=0 (tracé en rouge) ; Système allumé après 24 heures de fonctionnement (tracé en vert).

#### 4.2.6.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> – relargage par le système E15 sans COVs ajoutés

Pour le système E15 neuf en l'absence de COVs ajoutés, la concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) augmente sur 24 heures, de l'ordre de 230 ppmV environ. Le CO<sub>2</sub> est donc produit par le système lui-même (Figure 38). Pour le système E15 vieilli (1, 2 et 4 mois), du CO<sub>2</sub> est également produit mais en concentration nettement plus faible, d'un facteur 4 à 5 environ par rapport au système neuf. Une forte production de CO<sub>2</sub> par le système E15 à l'état neuf peut s'expliquer si le média ainsi que le filtre à charbon actif présents dans le système ont adsorbé des impuretés avant la première mise en marche du système. Ces impuretés qui sont en fait des composés organiques adsorbés sur le média et le filtre à charbon peuvent ensuite être minéralisées dans les premiers jours de mise en service du système.

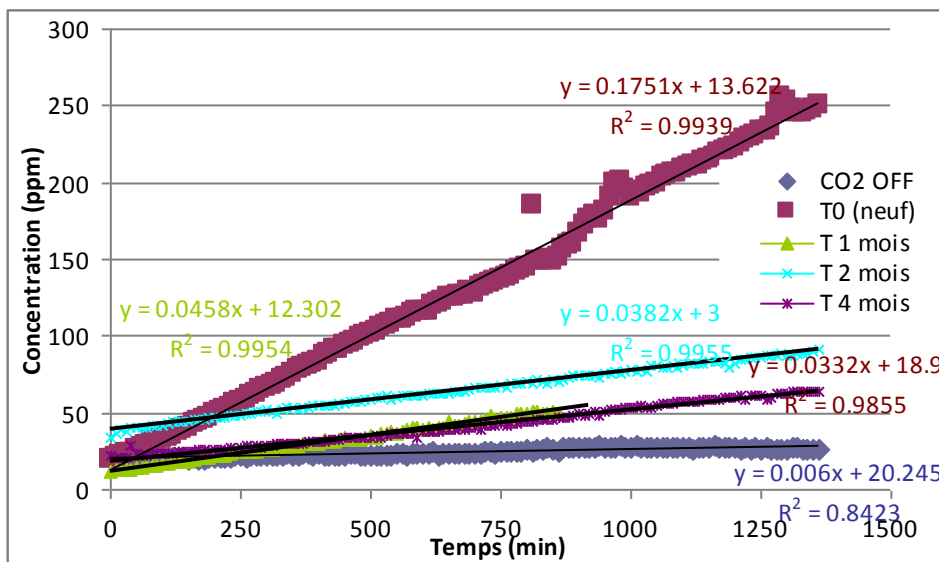


Figure 38 : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (par GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 neuf et vieilli (pendant 1, 2 et 4 mois) sans COVs ajoutés

**NB :** Système neuf éteint (mode OFF) (tracé bleu /losange) ; Système allumé (mode ON) : neuf (T0 : tracé marron/carré), vieilli 1 mois (T1 : tracé vert/triangle), vieilli 2 mois (T2 : tracé bleu ciel /croix), vieilli 4 mois (T4 : tracé violet /croix)

#### 4.2.6.1.3 Suivi des concentrations en O<sub>3</sub> - relargage par le système E15 sans COVs ajoutés

L'ozone (O<sub>3</sub>) n'a pas été détecté dans un échantillon d'air (30 litres), prélevé dans l'enceinte après 8 heures de fonctionnement du système E15, suite à un contrôle réalisé sur cartouche BPE-DNPH et une analyse en HPLC-UV.

### 4.2.6.2 Tests d'efficacité avec le système E15 en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

#### 4.2.6.2.1 Suivi des concentrations en COVs primaires et en CO<sub>2</sub> - relargage par le système E15 avec COVs ajoutés (1 ppmV)

L'annexe 3 détaille l'ensemble des résultats en fonction de l'état de vieillissement du système E15 en présence d'un mélange de polluants ajoutés à 1 ppmV. Le système présente une activité de dégradation significative sur les 4 COVs ajoutés.

Un filtre à charbon actif, qui est un composant du système E15, permet d'adsorber les 4 COVs lors de la phase d'homogénéisation (système en mode OFF), quel que soit l'état de vieillissement du système.

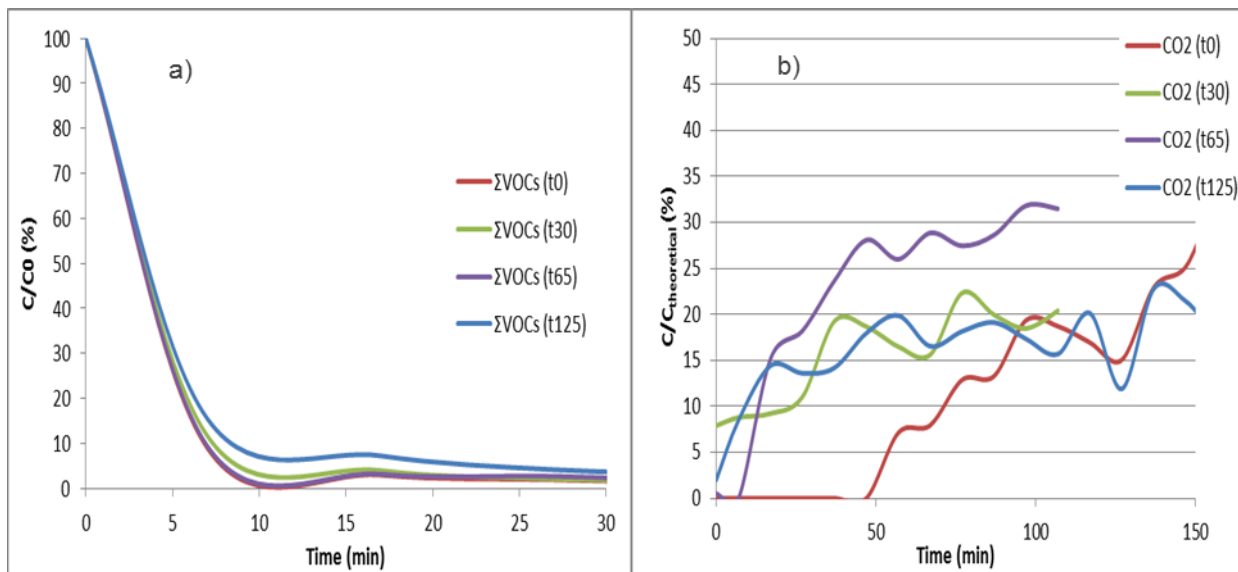
Après la mise en route du système E15, les concentrations des 4 COVs ajoutés décroissent rapidement. Mais, de l'acétone est encore présent 3 heures après le démarrage du système avec 20 ppbV environ (Tableau 6).

La minéralisation expérimentale est très inférieure à la quantité théorique (Figure 39). La minéralisation des COVs totaux génère du CO<sub>2</sub>. Il semblerait que la production de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) soit décalée dans le temps, surtout lorsque le système est neuf du fait de la présence d'un filtre à charbon actif dans le système.

Les COVs sont adsorbés d'abord préférentiellement et de manière efficace, d'autant plus avec un système neuf car le filtre à charbon actif n'est pas saturé. Les COVs sont ensuite dégradés par photocatalyse.

Polluants gazeux (COVs)	Rendement d'abattement du système E15 neuf (%)
Acétaldéhyde	> 99 % en 1 heure
Acétone	96 % en 4 heures
n-heptane	> 99 % en 2 heures
Toluène	> 99 % en 3 heures

**Tableau 6 :** Rendement d'abattement des concentrations en COVs à 1ppmV pour le système E15 neuf

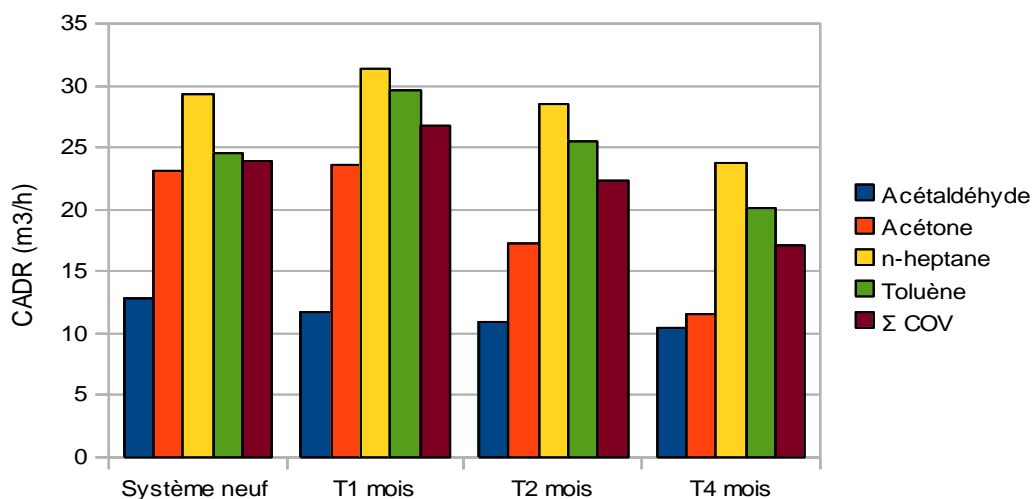


**Figure 39** : Suivi des concentrations en COVs totaux (analyse par GC-PID) et des concentrations en CO<sub>2</sub> pour le système E15 (neuf et vieilli 1, 2 et 4 mois) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB** : Lecture des graphes de la gauche vers la droite : Concentrations en COVs totaux (a) ; Concentrations en CO<sub>2</sub> (b) – prélèvements à t0 (en rouge), t30 jours (en vert), t65 jours (en violet), t125 jours (en bleu)

#### 4.2.6.2.2 Calcul du débit d'air épuré (CADR) à 1 ppmV

Les débits d'air épuré (CADRs) mesurés pour différents états du système E15 (neuf et vieillis pendant 1, 2 et 4 mois) sont reportés à la Figure 40. Suite à un fonctionnement du système en continu pendant 4 mois, les CADRs diminuent de manière sensible (moins marquée pour l'acétaldéhyde) et restent encore très élevés, notamment par rapport aux valeurs de CADRs obtenues avec le système E8. Les valeurs de débit d'air épuré (CADR) sont données pour tous les composés avec une forte incertitude car le calcul est réalisé à partir d'une droite passant entre 2 points uniquement.



**Figure 40** : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) en fonction du vieillissement (COVs à 1 ppmV) pour le système E15

**NB** : Lecture de la figure de gauche à droite : Système neuf (T0) ; Système vieilli pendant 1 mois (T1), 2 mois (T2), 4 mois (T4) – Pour chaque état du système, de gauche à droite : acétaldéhyde /bleu, acétone /rouge orangé, n-heptane /jaune, toluène /vert et la somme des 4 COVs /marron

#### 4.2.6.2.3 Contrôle de l'irradiance de la lampe UVC du système E15

Il n'est pas mesuré de chute significative de l'irradiance des 2 lampes après 4 mois de fonctionnement en continu du système E15 (Tableau 7). Au contraire, elle a tendance à augmenter très légèrement (avec une erreur sur la mesure estimée à 20 %).

Gamme longueur d'ondes	200-300 nm	200-800 nm
Système E15 neuf	7,7 mW/cm <sup>2</sup>	10,8 mW/cm <sup>2</sup>
Système E15 vieilli 4 mois	9,4 mW/cm <sup>2</sup>	11,5 mW/cm <sup>2</sup>

Tableau 7 : Valeurs d'irradiance des lampes du système E15 en fonction du temps de fonctionnement (neuf et vieilli 4 mois)

#### 4.2.6.3 Test d'efficacité avec le système E15 en présence de COVs ajoutés à 250 ppbV

##### 4.2.6.3.1 Suivi des concentrations en COVs primaires - relargage par le système E15 avec COVs ajoutés (250 ppbV)

Une heure à peine après la mise en marche du système E15, plus de 99 % des 3 COVs (acétaldéhyde, n-heptane et toluène) sont éliminés dans l'enceinte. Le rendement épuratoire est un peu moins bon pour l'acétone avec le système neuf (Figure 41). L'adsorption des COVs est importante avec le système éteint (en mode OFF) ce qui a déjà été constaté lors des précédents tests à 1 ppmV. Les rendements d'abattement pour le système E15, neuf ou vieilli jusqu'à 4 mois, en présence des COVs ajoutés sont notés dans le Tableau 8.

Polluants gazeux (COVs)	Rendement d'abattement du système E15 neuf et vieilli 4 mois (%)
Acétaldéhyde	> 99 % en 30 minutes
Acétone	90 % à 95% en 1heure
n-heptane	> 99 % en 30 minutes
Toluène	> 99 % en 30 minutes

Tableau 8 : Rendement d'abattement des concentrations en COVs à 250 ppbV pour le système E15 neuf et vieilli 4 mois

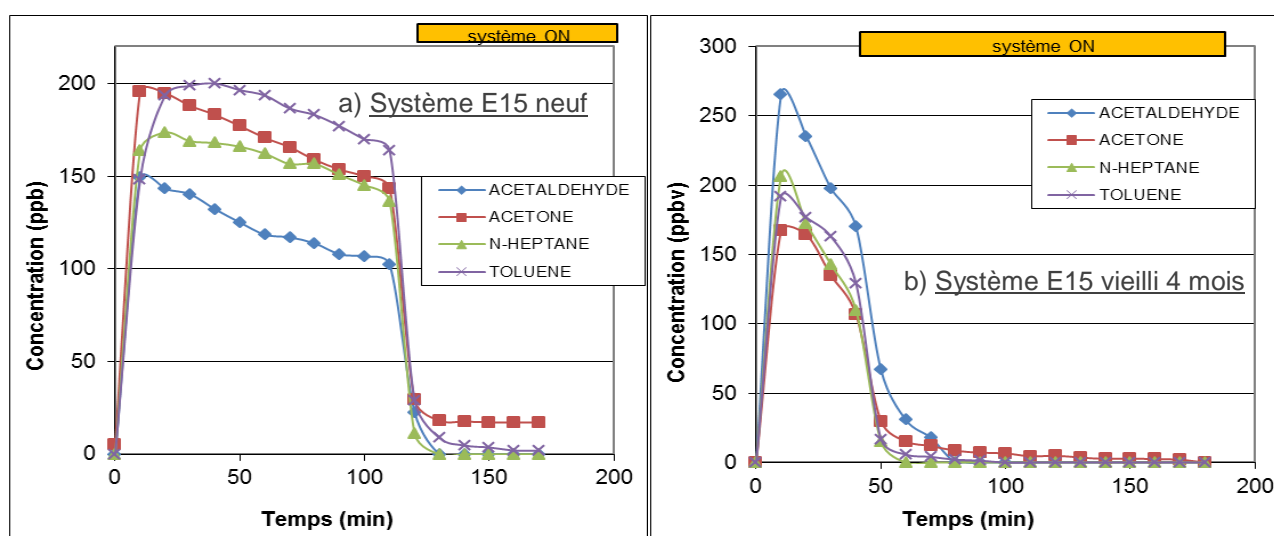
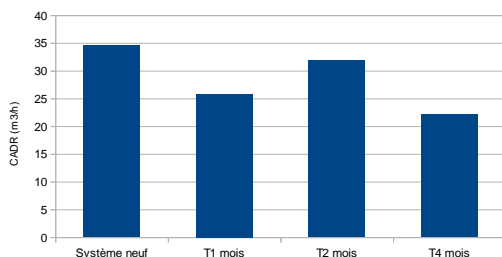


Figure 41 : Suivi des concentrations en COVs (par GC-PID) pour le système E15 neuf et vieilli 4 mois avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV

**NB :** Lecture des graphes de la gauche vers la droite : Système neuf (a) ; Système vieilli 4 mois (b) – Acétaldéhyde (tracé en bleu /losange) ; Acétone (tracé en rouge /carré) ; N-Heptane (tracé en vert /triangle) ; Toluène (tracé en violet /croix)

### 4.2.6.3.2 Calcul du débit d'air épuré (CADR) à 250ppbV

Les débits d'air épuré (CADRs) sont donnés avec une grande incertitude pour les différents composés mesurés. Les CADRs sont calculés à partir d'une pente qui a pu être tracées uniquement entre deux points. Suivant l'état de vieillissement du système E15, le CADR calculé pour la somme des 4 COVs va légèrement diminuer avec le temps, à l'exception du système qui est laissé en fonctionnement pendant deux mois. La valeur de son CADR est en effet légèrement plus grande mais l'imprécision des mesures rend ce résultat non significatif (Figure 42).



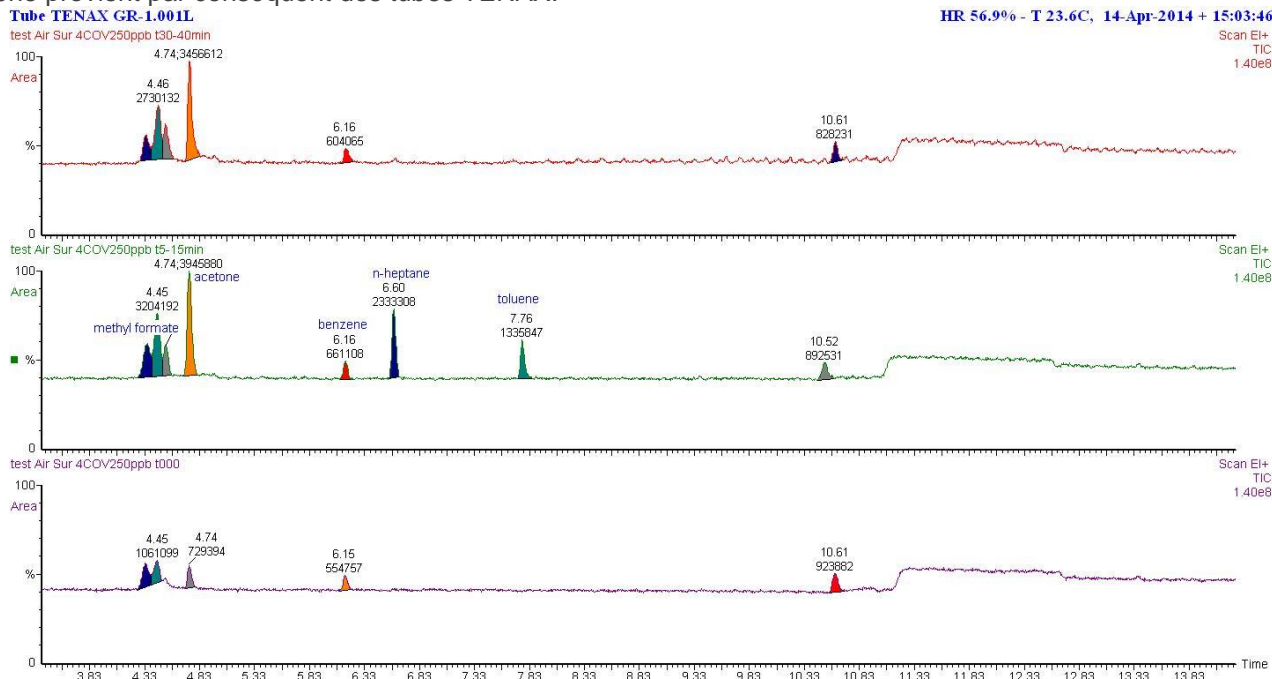
**Figure 42 :** Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR), calculés pour la somme des COVs, pour le système E15 en fonction du vieillissement (avec 4 COVs ajoutés à 250 ppbV)

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Système neuf ; Système vieilli 1 mois (T1), 2 mois (T2) et 4 mois (T4)

### 4.2.6.4 Suivi des concentrations en COVs secondaires (polluants formés éventuellement au cours des tests et issus des 4 COVs ajoutés)

#### Analyses ATD-GC-MS

Un échantillon d'air (1 litre) est prélevé dans l'enceinte sur des tubes TENAX GR à différents temps après la mise en route du système E15. La Figure 43 présente des exemples de chromatogramme. Par rapport au blanc, en plus des COVs initiaux qui ont été ajoutés, le méthyle formate est détecté en quantité minime. Il avait été également détecté au cours du test sans COVs). Du benzène est également détecté avec des quantités similaires à l'échantillon blanc ( $t_0$ ). Le benzène provient par conséquent des tubes TENAX.

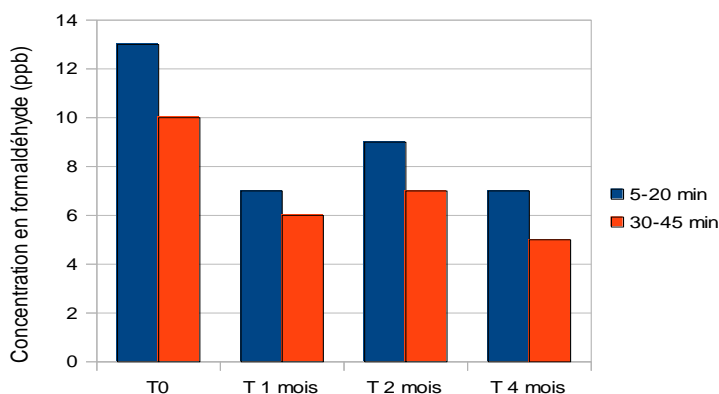


**Figure 43 :** Système E15 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV : analyses à différents temps de prélèvement ( $T_0$ ,  $T_{5-15\text{ mn}}$ ,  $T_{30-40\text{ mn}}$ )

**NB :** Lecture des graphes du bas vers le haut : Système allumé avant l'ajout des COVs (tracé en violet/bas) ; Système allumé après l'ajout des COVs : prélèvements entre 5 à 15 minutes (tracé en vert/milieu) ; prélèvements entre 30 à 40 minutes (tracé en rouge/haut)

### Analyses HPLC-UV

Un échantillon d'air (15 litres) est prélevé dans l'enceinte sur des cartouches, à différents temps de fonctionnement du système E15. Du formaldéhyde a été détecté avec des teneurs très faibles, <15 ppbV (Figure 44), ce qui est en accord avec les résultats précédents (§4.2.6.1). Aucune formation de formaldéhyde n'a été détectée avec ce type de système ce qui est en accord avec la notice fournie par le fournisseur.



**Figure 44** : Concentrations en formaldéhyde pour le système E15 neuf et en fonction du vieillissement (1, 2 et 4 mois) avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV, (LD=5 ppbV), à différents temps de prélèvement (5-20mn, 30-45mn)

**NB** : Lecture de la figure, de la gauche vers la droite : Système neuf (T0) ; Système vieilli pendant 1 mois (T1), 2 mois (T2) et 4 mois (T4) – Temps de prélèvements : entre 5 et 20 minutes (bleu), et entre 30 et 45 minutes (rouge)

## 4.2.6.5 Test d'efficacité avec le système E15 en présence de 5 polluants (COVs) dont le formaldéhyde (à 250 ppbV environ)

### 4.2.6.5.1 Suivi des concentrations en COVs primaires - relargage par le système E15 /5 polluants ajoutés à 250 ppbV

Dans cet essai, les 4 COVs sont analysés par GC-PID alors que le formaldéhyde est analysé par prélèvement sur cartouches DNPH et suivi par une analyse HPLC-UV (selon la méthode normalisée ISO 16000-3). Le formaldéhyde qui est ajouté au mélange des 4 COVs est éliminé rapidement par le système E15 neuf (Figure 45a). Pour le système E15 vieilli pendant 1 mois (c'est-à-dire en fonctionnement depuis 1 mois), on mesure une concentration en formaldéhyde résiduel de 18 ppbV dans le prélèvement d'air réalisé entre 30 et 45 minutes après le démarrage du système (Figure 45b).

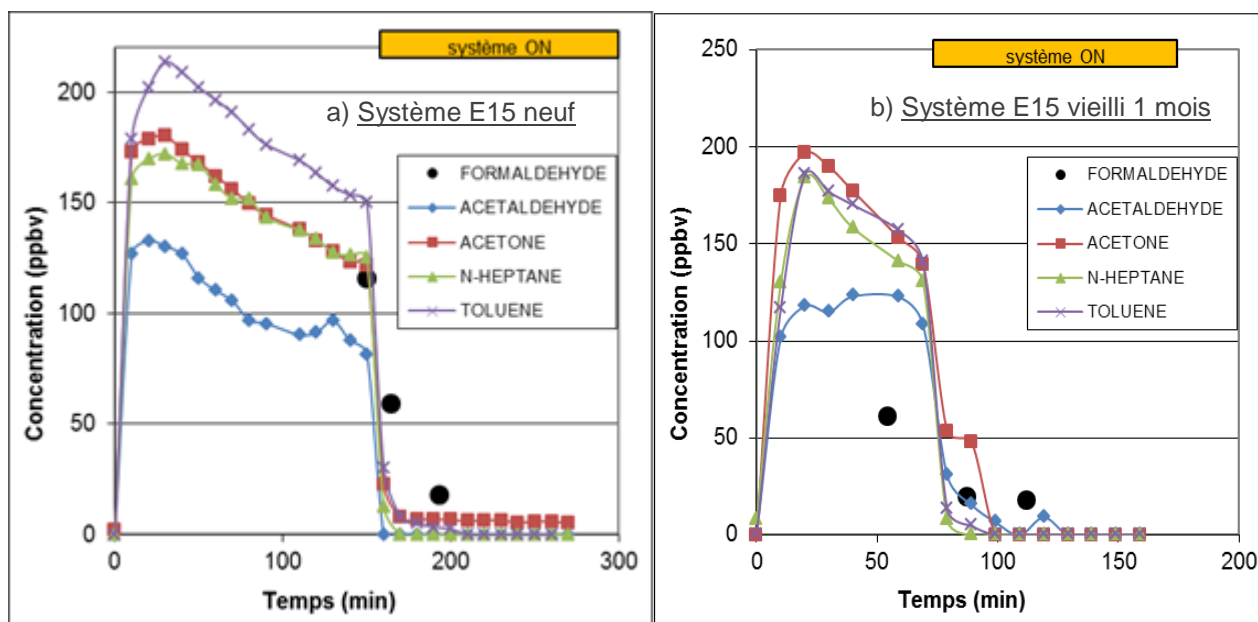


Figure 45 : Suivi des concentrations en COVs pour le système E15 neuf et vieilli 1 mois avec un mélange de 5 polluants ajoutés à 250 ppbV

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Système neuf en mode ON à partir de 160 mn d'essai (a) ; Systèmes vieilli (pendant 1 mois) en mode ON à partir de 70 mn d'essai (b) – Formaldéhyde (point noir) ; Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; N-Heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix)

#### 4.2.6.6 Conclusion des tests pour le système E15 (en référence à la norme XP B44-013)

Les tests d'efficacité réalisés avec le système E15 neuf sont concluants. Les résultats n'ont pas mis en évidence une production de COVs émis par le système lui-même en quantité significative. **L'efficacité photocatalytique du système E15 a été démontrée pour les 4 COVs considérés dans la norme AFNOR XP-B44-013.**

- Les tests d'efficacité en présence de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV ont permis de constater une disparition complète des COVs dans l'enceinte. Leur minéralisation n'a toutefois pas pu être mise en évidence. L'hypothèse suivante est avancée : les COVs sont d'abord adsorbés rapidement sur le filtre à charbon actif avant d'être dégradés par photocatalyse plus lentement.
- En absence de COVs ajoutés, on observe une production de dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) importante générée par le système E15 neuf qui va interférer avec le  $\text{CO}_2$  de minéralisation. Mais le  $\text{CO}_2$  émis diminue très sensiblement après 1 mois de fonctionnement en continu du système. La production initiale de  $\text{CO}_2$  peut donc être imputée à la minéralisation des COVs qui ont été adsorbés pendant la fabrication ou le conditionnement ou le transport du système.
- Après 4 mois de fonctionnement en continu du système E15, les tests d'efficacité restent concluants. Pour cette durée de vieillissement, il n'est pas enregistré de baisse significative de l'irradiance de la lampe.
- Les tests d'efficacité réalisés avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV environ n'ont pas permis de mettre en évidence la formation de sous-produits intermédiaires, à l'exception du formaldéhyde qui est détecté à des concentrations faibles (moins de 20 ppbV). C'est un composé transitoire car il disparaît en fin de test.
- Avec un mélange de 5 COVs ajoutés à 250 ppbV environ (avec du formaldéhyde ajouté aux 4 COVs initiaux), les tests ont montré l'efficacité du système E15 à dégrader le formaldéhyde de façon similaire aux autres COVs.

## 4.3 Résultats sur l'efficacité des systèmes autonomes commercialisés (via des tests en référence à la norme AFNOR XP B44-200)

### 4.3.1 Protocole mis en œuvre

Le système est placé dans une enceinte (volume de 1,17 m<sup>3</sup>) mais sans y être pas relié de façon étanche (car cela n'était pas faisable dans la chambre). NB : alors que la norme le spécifie normalement. Un balayage de l'enceinte est réalisé avec de l'air comprimé de réseau, purifié (pré-filtres PSA + sécheur d'air sans CO<sub>2</sub>) et ré-humidifié, (au moyen d'un barboteur) afin d'obtenir la valeur souhaitée en humidité relative (50±5 % pour T=22°C) avec le système éteint (mode OFF) pendant 8 heures au minimum.

Pour le test avec les polluants ajoutés, l'enceinte est alimentée en continu en COVs (formaldéhyde, acétaldéhyde, acétone, n-heptane et toluène) avec un débit de 3 litres par minute généré au moyen du perméamètre (avec une alimentation en air sec uniquement). L'humidité relative peut diminuer de façon significative au cours de l'expérience. Du fait de la difficulté de mise en œuvre avec le perméamètre, une seule expérience est réalisée en stabilisant l'humidité relative.

Un suivi en continu est réalisé durant les tests pour les composés organiques volatils (COVs) par analyse en GC-PID, le monoxyde de carbone et le dioxyde de carbone (CO-CO<sub>2</sub>) par GC-méthaniseur-FID, et aussi pour le monoxyde d'azote et le dioxyde d'azote (NO-NO<sub>x</sub>) par chimiluminescence. Des prélèvements ponctuels sont réalisés pour l'analyse de l'ozone (O<sub>3</sub>) par un échantillonnage sur cartouche BPE-DNPH puis une analyse en HPLC-UV.

### 4.3.2 Efficacité du système E10 (en référence à la norme XP B44-200)

#### 4.3.2.1 Tests d'efficacité avec le système E10 neuf

##### 4.3.2.1.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Durant le test, des concentrations en acétone et toluène sont enregistrées, de quelques dizaines de ppbV, qui sont bien inférieures aux concentrations introduites dans l'enceinte (Figure 46 et 47). De plus, une analyse O<sub>3</sub>/HCHO réalisée en fin de test (à 1420 minutes) avec la méthode ARMINES (cartouches BPE-DNPH) n'a pas révélé la présence d'ozone (O<sub>3</sub>). En revanche, elle a permis de quantifier la présence de 46 ppbV de formaldéhyde (en accord avec les 49 ppbV mesurés par la méthode normalisée avec prélèvement sur cartouches DNPH).

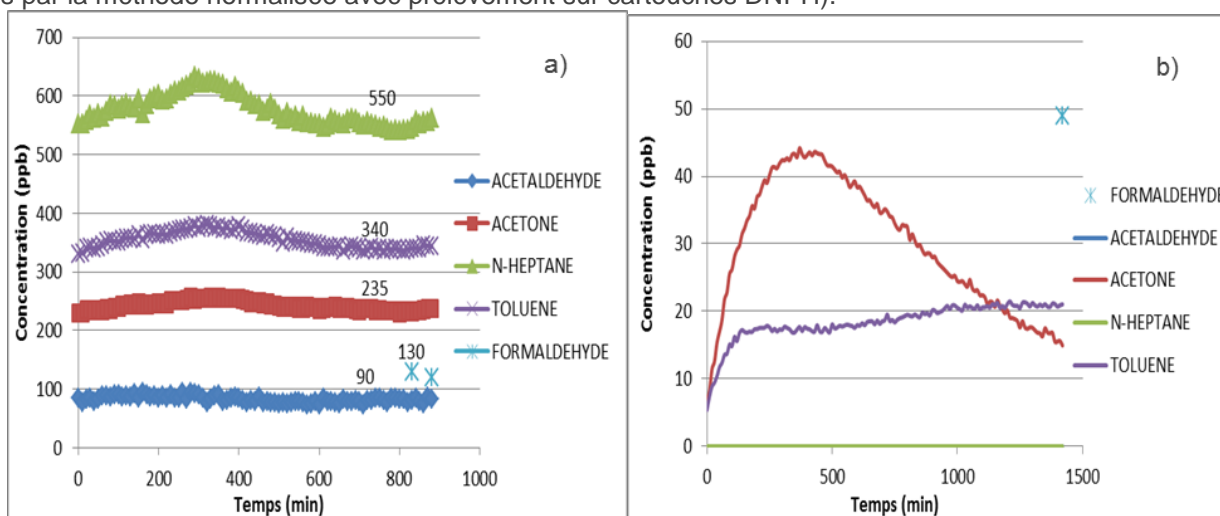
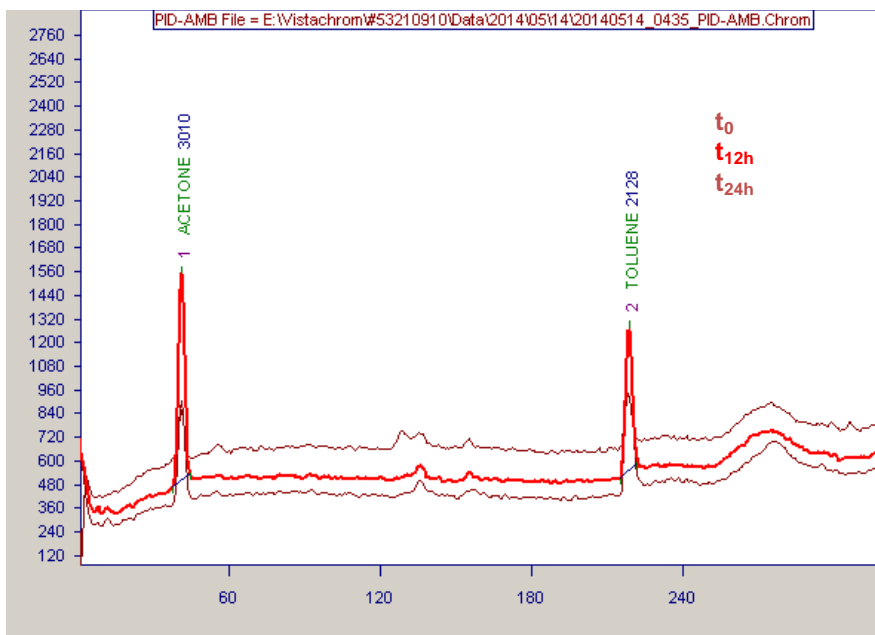


Figure 46 : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 neuf (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés en référence à la norme XP B44-200

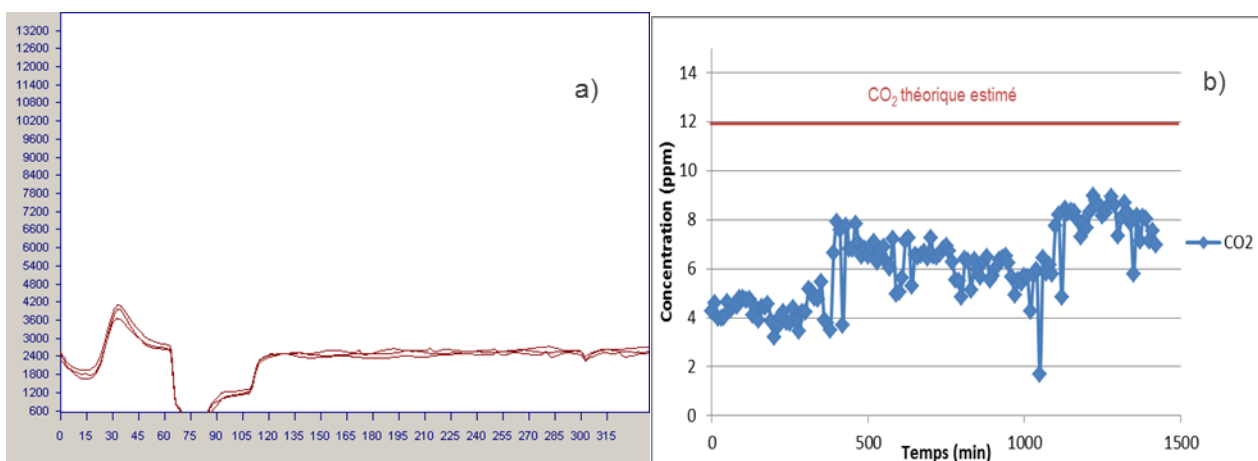
**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte (a) ; En sortie de chambre/système (b) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; N-Heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)



**Figure 47** : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf (allumé/ON, par analyse en ligne GC-PID) suivant la norme XP B44-200  
**NB** : Analyses au cours du test (tracés de haut en bas) : Début (t<sub>0</sub>), milieu (t<sub>12h</sub>), à la fin du test (t<sub>24h</sub>)

#### 4.3.2.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie d'enceinte)

Il n'y a pas eu d'augmentation très significative du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) durant le test. Les chromatogrammes sont très similaires au début, au milieu et en fin de test (Figure 48). En début de test, l'enceinte contient de l'air avec une concentration faible en CO<sub>2</sub> (environ 4 ppmV résiduels). Dans tous les cas, la concentration reste bien inférieure à la concentration théorique estimée à environ 12 ppmV (8 ppmV provenant de la minéralisation des COVs + 4 ppmV de CO<sub>2</sub> résiduels dans l'air en sortie du sécheur).

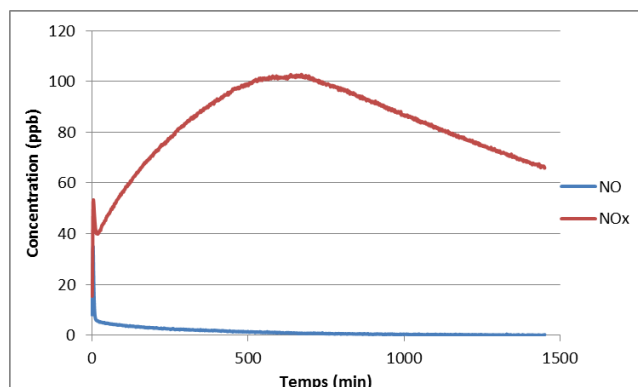


**Figure 48** : Analyses en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf (allumé/ON) - Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID suivant la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test) et concentrations en CO<sub>2</sub>

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Chromatogramme (début, milieu, fin de test) en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf allumé/ON (a); Concentrations en CO<sub>2</sub> mesurées en sortie d'enceinte durant le test (b)

#### 4.3.2.1.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

La concentration en oxydes d'azote, NO<sub>x</sub> (=NO+NO<sub>2</sub>), qui était de 12 ppbV en début de test, augmente au cours du test de manière significative (jusqu'à atteindre une concentration maximale de 100 ppbV) mais elle diminue progressivement en fin de test (Figure 49). En revanche, la concentration en monoxyde d'azote (NO), de 4 ppbV en début de test, diminue franchement.

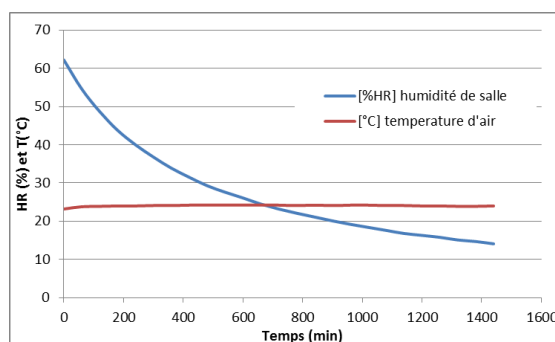


**Figure 49** : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO<sub>x</sub>) pour le système E10 neuf (allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, en référence à la norme XP B44-200

**NB** : Concentration en NO (tracé bleu) ; Concentration en NO<sub>x</sub> (tracé rouge)

#### 4.3.2.1.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E10, la température se stabilise à 24°C environ alors que l'humidité relative diminue (Figure 50). Les polluants ajoutés à 3 L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec.



**Figure 50** : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E10 neuf (allumé/ON), en référence à la norme XP B44-200

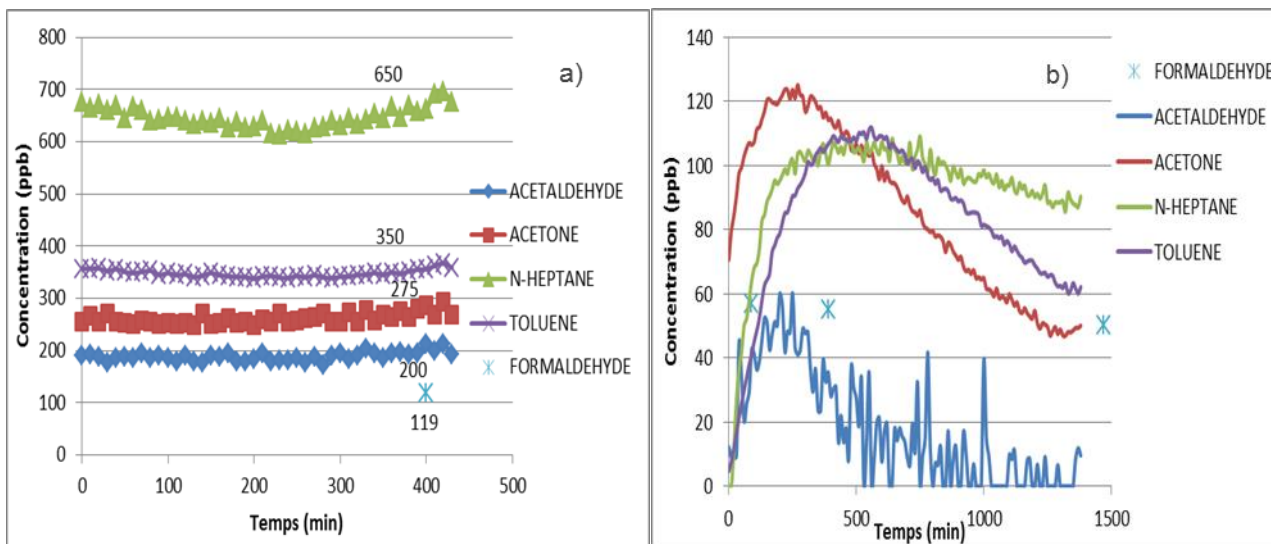
**NB** : Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

### 4.3.2.2 Tests d'efficacité avec le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) sans régulation de l'humidité relative

#### 4.3.2.2.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

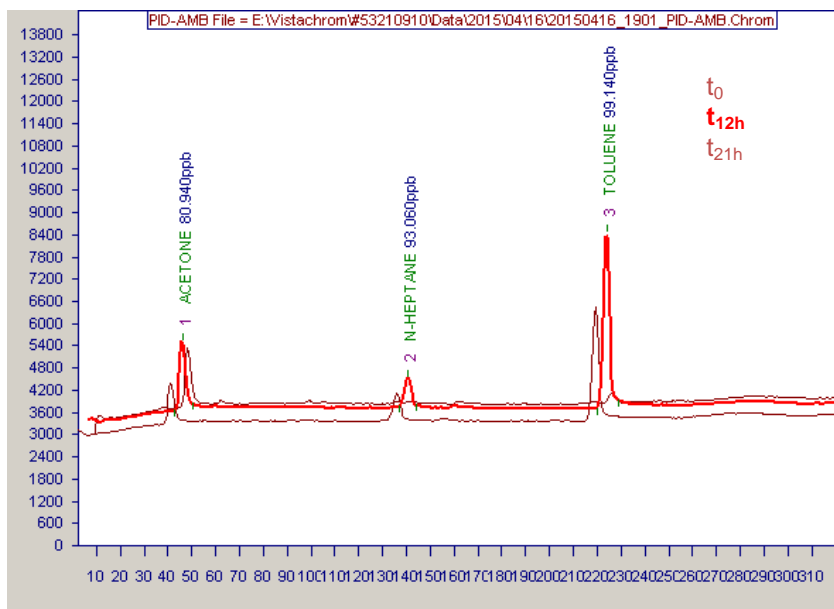
Les concentrations en COVs mesurées avec le système E10 vieilli (228 jours), présentées à la Figure 51 (des exemples de chromatogramme sont présentés Figure 52), sont supérieures à celles obtenues avec le système neuf (plusieurs dizaines à centaines de ppbV). Les concentrations augmentent puis baissent à partir de 200 minutes de test. Or, c'est le temps au bout duquel l'humidité relative devient inférieure à 40 % (Figure 51b).

Une analyse O<sub>3</sub>/HCHO, réalisé avec la méthode ARMINES (cartouches BPE-DNPH) à différents temps d'essai (90, 390 et 1470 minutes), n'a pas révélé la présence d'ozone mais elle a montré la présence de formaldéhyde, de l'ordre d'une cinquantaine de ppbV (Figure 51b).



**Figure 51** : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés sans régulation de l'humidité relative (référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte (a) ; En sortie de chambre/système (b) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; n-heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)

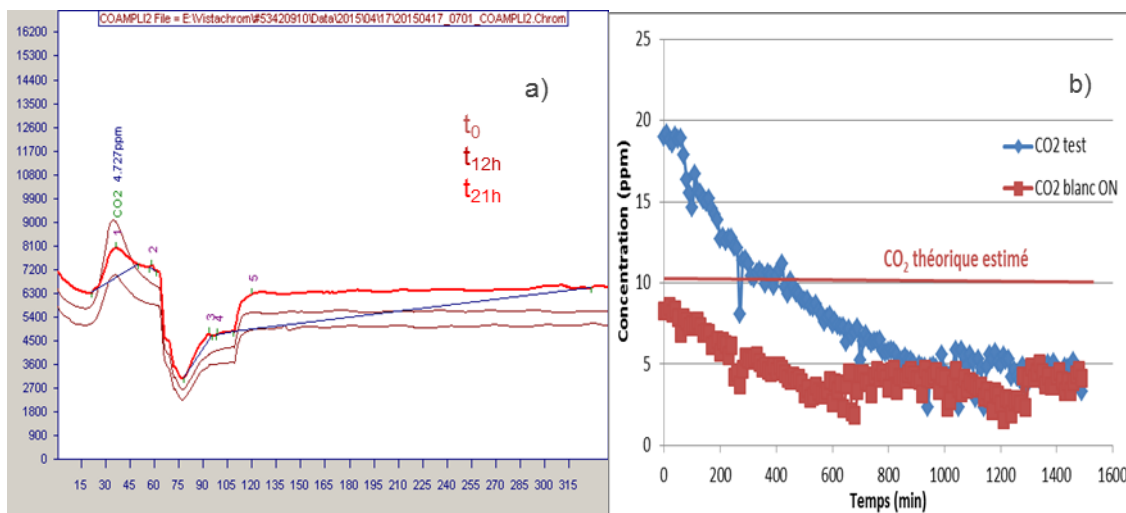


**Figure 52** : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON, par analyse GC-PID) sans régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Analyses au cours du test (tracés de haut en bas) : Début (t<sub>0</sub>), milieu (t<sub>12h</sub>), à la fin du test (t<sub>21h</sub>)

#### 4.3.2.2.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie de l'enceinte)

Il n'y a pas eu d'augmentation des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) durant le test (Figure 53). Elles sont inférieures à 5 ppmV en fin de test, ce qui est bien inférieur à la concentration théorique (estimée à 10 ppmV environ) pour une minéralisation totale des 5 COVs ajoutés en continu (Figure 53). Au début du test, la concentration en CO<sub>2</sub> résiduels est de 19 ppmV environ mais elle diminue très significativement par la suite. La minéralisation des COVs ne semble pas être correctement réalisée par le dispositif E10 vieilli (228 jours) ce qui était aussi le cas avec le système neuf (Figure 48).

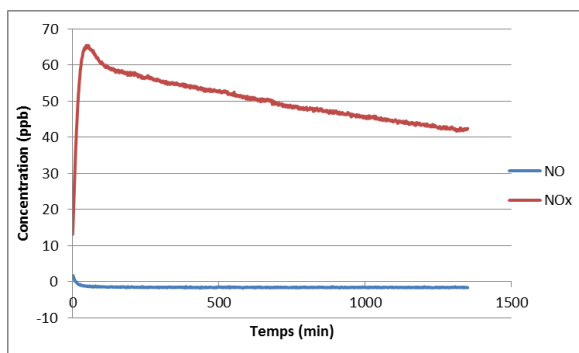


**Figure 53** : Analyses sans régulation de l'humidité relative en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON) - Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID, en référence à la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test), et concentrations en CO<sub>2</sub>

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Chromatogramme (début t<sub>0</sub>, milieu t<sub>12h</sub>, fin de test t<sub>21h</sub>) en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf allumé/ON (a); Concentrations en CO<sub>2</sub> mesurées en sortie d'enceinte durant le test (b)

#### 4.3.2.2.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

L'augmentation de la concentration en NO<sub>x</sub> (=NO+NO<sub>2</sub>) est significative avec l'appareil E10 vieilli 228 jours (la concentration maximale atteinte est de l'ordre de 65 ppb). Il en était de même avec l'appareil neuf (Figure 49). En début de test, la concentration en oxydes d'azote (NOx) était de 13 ppbV. Par contre, la concentration en monoxyde d'azote (NO) n'augmente pas durant le test (elle reste à 0).

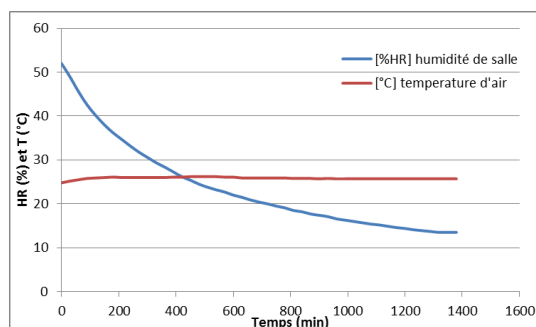


**Figure 54** : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO<sub>x</sub>) pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, sans régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Concentration en NO (tracé bleu) ; Concentration en NO<sub>x</sub> (tracé rouge)

#### 4.3.2.2.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

La Figure 55 montre que la température se stabilise à 24°C environ après la mise en route du système E10 vieilli (pendant 228 jours), alors que l'humidité relative diminue (les polluants ajoutés à 3 L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec). Ce profil de température et d'humidité est similaire à celui correspondant au test avec le système E10 neuf (Figure 50).



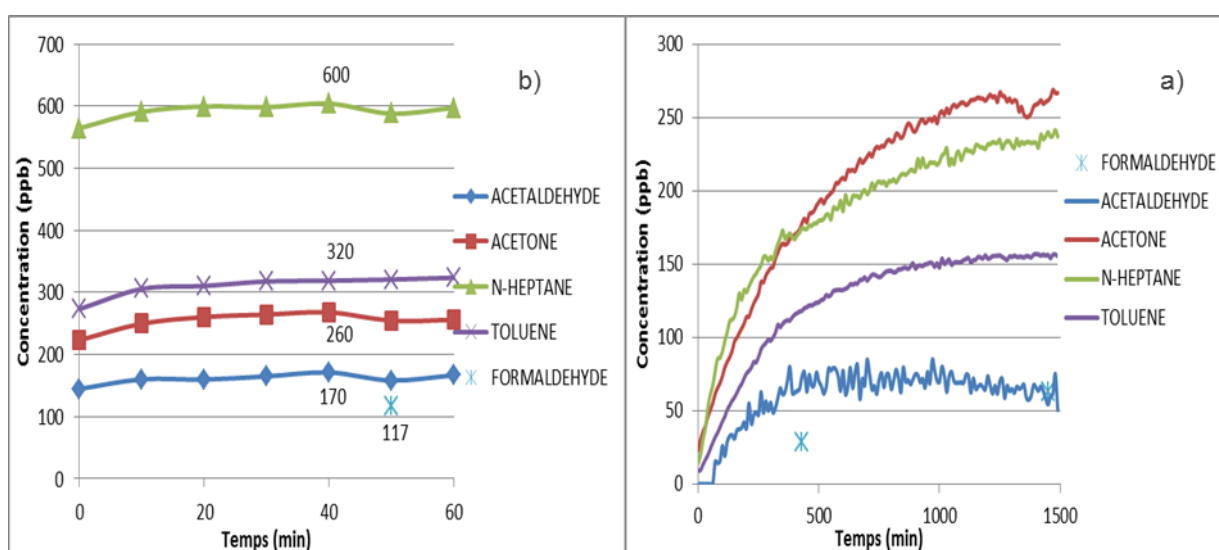
**Figure 55** : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) et allumé/ON, sans régulation de l'humidité relative (en référence à la Norme XP B44-200)

**NB** : Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

#### 4.3.2.3 Tests d'efficacité avec le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) avec régulation de l'humidité relative

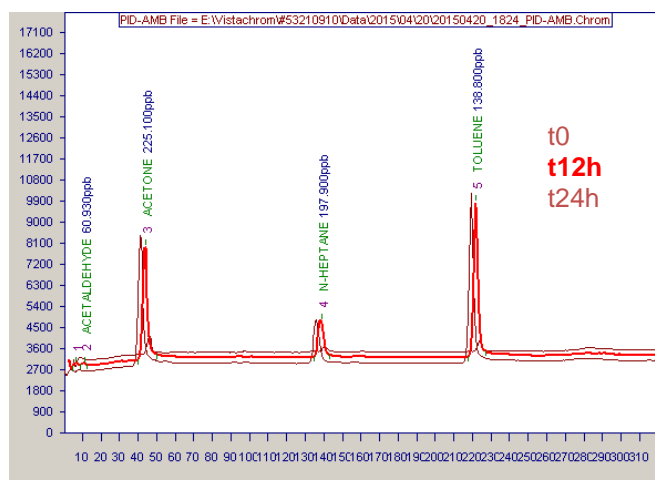
##### 4.3.2.3.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Les concentrations des 5 COVs sont supérieures avec le système E10, vieilli 228 jours et régulé en humidité relative, en sortie de chambre (Figure 56) comparées à celles mesurées lors du test sans contrôle de l'humidité relative (Figure 51b). Leurs concentrations varient de quelques dizaines à quelques centaines de ppbV (Figure 56). La stabilisation de l'humidité relative se traduit donc par une stabilisation de la concentration des 5 COVs en sortie d'enceinte à des valeurs plus élevées que précédemment. Par conséquent, l'humidité relative influence nettement les performances du système E10.



**Figure 56** : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés avec régulation de l'humidité relative (référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte (b) ; En sortie de chambre/système (a) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; N-Heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)

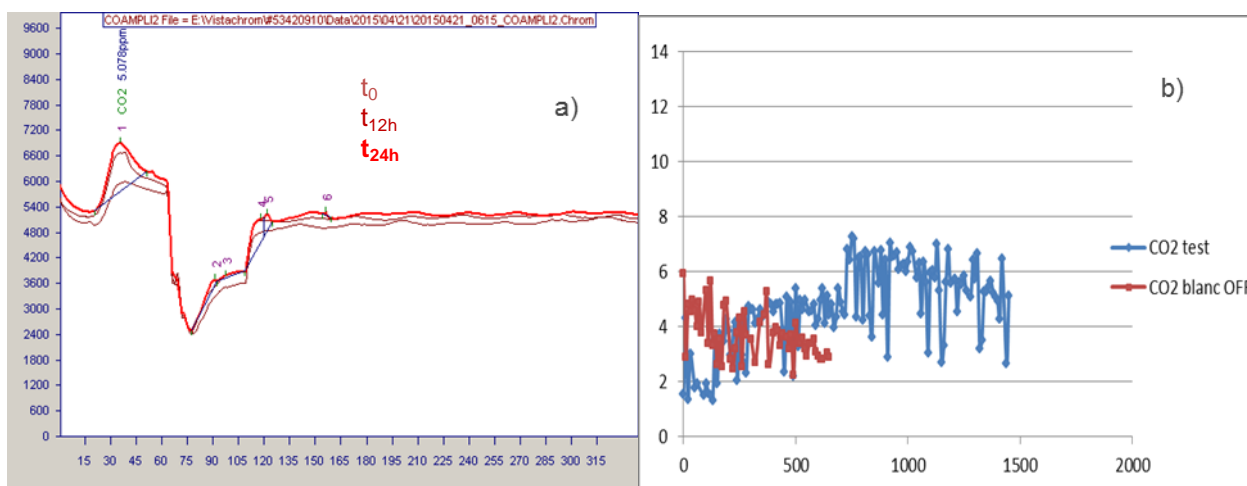


**Figure 57** : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON, par analyse GC-PID) avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Analyses au cours du test : Début (t0), milieu (t12h), à la fin du test (t24h)

#### 4.3.2.3.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie d'enceinte)

Il n'y a pas d'augmentation très significative des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) durant le test. Les chromatogrammes obtenus au début, milieu et fin de test ou avec le système éteint (mode off) sont très similaires (Figure 58).



**Figure 58** : Analyses avec régulation de l'humidité relative, en sortie d'enceinte, pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON) – Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID, en référence à la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test) et concentrations en CO<sub>2</sub>

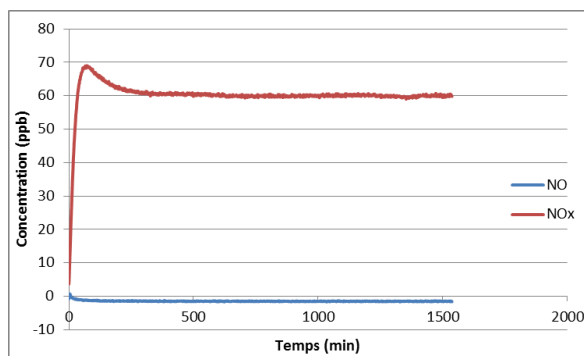
**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Chromatogramme (début t<sub>0</sub>, milieu t<sub>12h</sub>, fin de test t<sub>24h</sub>) en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli 228 jours et allumé/ON (a); Concentrations en CO<sub>2</sub> mesurées en sortie d'enceinte durant le test (b)

#### 4.3.2.3.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

L'augmentation de la concentration en NO<sub>x</sub> (=NO+NO<sub>2</sub>) est significative avec l'appareil E10 vieilli 228 jours (avec l'humidité relative régulée) comme le montre la Figure 59. C'est aussi démontré dans les tests précédents avec l'appareil neuf ou vieilli 228 jours sans régulation de l'humidité relative (Figure 49, Figure 54). Le niveau de concentration des oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) se stabilise autour de 60 ppbV. Par contre, la concentration en NO<sub>x</sub> ne diminue

pas à la fin du test alors que cela a pu être observé dans le test précédent sans régulation de l'humidité relative (Figure 54). En effet, l'humidité relative a diminué en fin de test (Figure 55).

La stabilisation de l'humidité relative se traduit donc par une stabilisation de la quantité d'oxydes d'azote émise ( $\text{NO}_x$ ). Enfin, la concentration en monoxyde d'azote ( $\text{NO}$ ) n'augmente pas durant le test ce qui implique que seul du dioxyde d'azote ( $\text{NO}_2$ ) est généré (Figure 59).

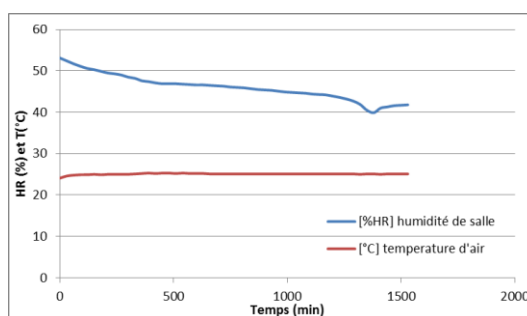


**Figure 59** : Concentrations en oxydes d'azote ( $\text{NO}$  et  $\text{NO}_x$ ) pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Concentration en  $\text{NO}$  (tracé bleu) ; Concentration en  $\text{NO}_x$  (tracé rouge)

#### 4.3.2.3.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E10 vieilli (pendant 228 jours), la température reste stable à  $25^\circ\text{C}$  environ et l'humidité relative se maintient à une valeur supérieure à 40 % (Figure 60). Les polluants ajoutés à  $3\text{L min}^{-1}$  sont générés dans de l'air humidifié au moyen d'un barboteur.



**Figure 60** : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) et allumé/ON, avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en  $^\circ\text{C}$ ) (tracé rouge)

### 4.3.3 Conclusion des tests pour le système E10 (en référence à la norme XP B44-200)

- Avec le système E10 neuf, l'abattement des 5 COVs ajoutés en continu est significatif. Quelques dizaines de ppbV seulement sont détectés en sortie d'enceinte pour le formaldéhyde, l'acétone et le toluène.
- Le vieillissement influence de manière significative les performances épuratoires du système E10. En effet, l'abattement des niveaux de concentration en COVs est moins efficace, si le système est vieilli (228 jours, soit 7.6 mois) et plus particulièrement lorsque l'humidité relative est maintenue à une valeur supérieure à 40 %.
- Le système E10 est très sensible à l'humidité relative. Les performances épuratoires diminuent quand l'humidité augmente au-delà de 20 %.

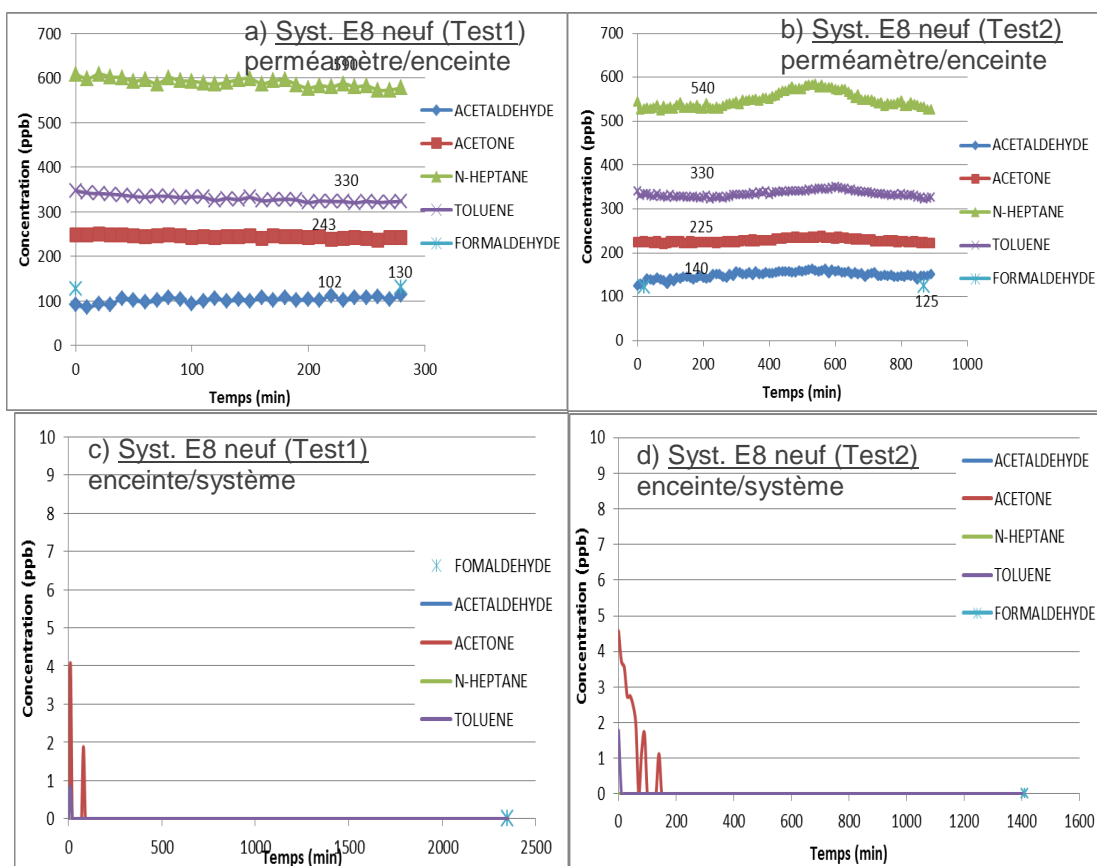
- La minéralisation n'est pas quantifiable quel que soit l'âge du système. Les concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) mesurées lors des tests varient assez peu et elles restent faibles. La valeur mesurée est inférieure à la quantité théorique calculée en considérant une minéralisation totale des 5 COVs ajoutés. Comme pour les tests en recirculation (norme XP-B44-013), la fonction photocatalytique n'a pas été mise en évidence pour le système E10.
- Le système E10 ne produit pas d'ozone. Par contre, il émet des oxydes d'azote (plusieurs dizaines de ppbV) qu'il soit neuf ou vieilli. Les concentrations en NO<sub>x</sub> restent stables si l'humidité relative est stable.

### 4.3.4 Efficacité du système E8 (en référence à la norme XP B44-200)

#### 4.3.4.1 Tests d'efficacité avec le système E8 neuf

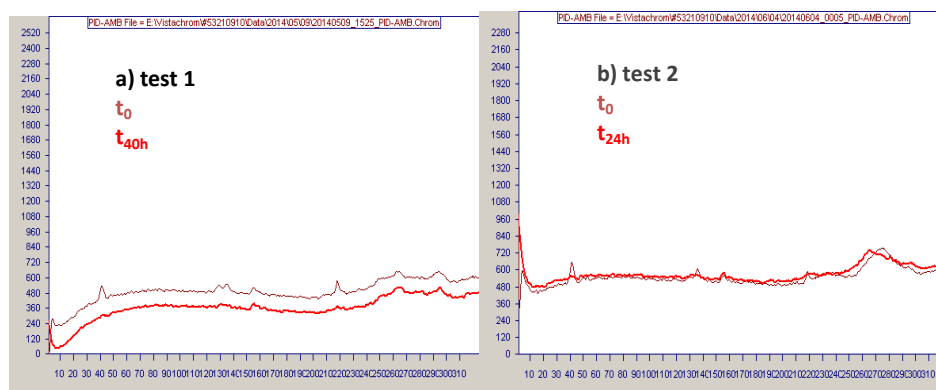
##### 4.3.4.1.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Tous les COVs ajoutés, y compris le formaldéhyde, sont complètement éliminés avec le système E8 (Figure 61 et Figure 62).



**Figure 61 :** Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et sortie d'enceinte/système) pour le système E8 neuf en présence de 5 polluants ajoutés (en référence de la norme XP B44-200)

**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite et de haut en bas : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte : test 1 (a) et test 2 (b) ; En sortie d'enceinte/système E8 neuf : test 1 (c) et test 2 (d) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; n-heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)



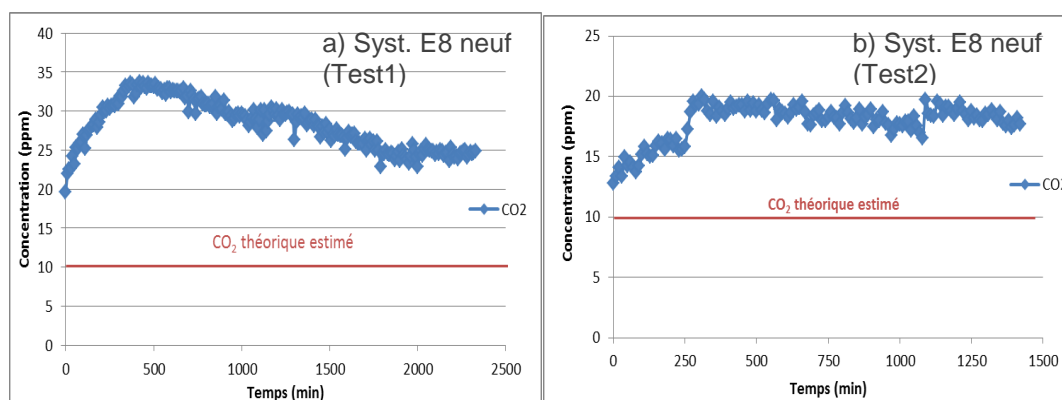
**Figure 62** : Chromatogrammes en sortie d'enceinte pour le système E8 neuf, par analyse GC-PID (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Test 1 (a) ; Test 2 (b) - Analyses au cours d'un test : Début ( $t_0$ ), à la fin du test ( $t_{24h}$  ou  $t_{40h}$ )

#### 4.3.4.1.2 Suivi des concentrations en $\text{CO}_2$ (en sortie de l'enceinte)

En début de test, l'enceinte contient de l'air à une concentration en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) faible, de l'ordre de 20 ppmV résiduels environ pour le test 1 (Figure 63a) et de 13 ppmV pour le test 2 (Figure 63b). Avec le système E8 neuf (allumé/ON), la concentration en  $\text{CO}_2$  augmente au début du test puis elle atteint un palier et enfin elle se stabilise à la fin de test à une concentration qui est supérieure à la concentration théorique estimée à 10 ppmV environ. NB : 8 ppmV provenant de la minéralisation des COV + environ 2 ppmV de  $\text{CO}_2$  résiduels dans l'air en sortie du sècheur (en rouge sur la Figure 63 a et b).

Lors des premiers tests, selon la norme XP B44-013, le relargage d'une quantité significative de  $\text{CO}_2$  a pu être mise en évidence pour le système E8 neuf (Figure 26) ce qui peut donc expliquer cet excès de  $\text{CO}_2$  mesuré par rapport à la quantité théorique. On observe cependant que l'écart entre la quantité mesurée et la quantité théorique tend à diminuer entre les tests n°1 et n°2.

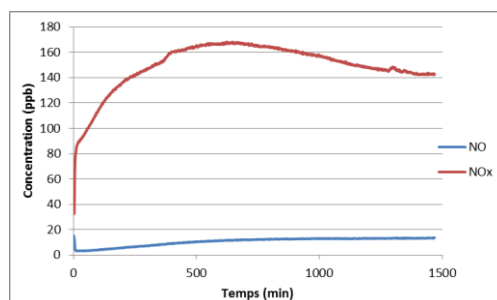


**Figure 63** : Concentrations en  $\text{CO}_2$  pour le système E8 neuf en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Test 1 (a) ; Test 2 (b)

#### 4.3.4.1.3 Suivi des concentrations en $\text{NO}/\text{NO}_x$ (en sortie d'enceinte)

La concentration en  $\text{NO}_x$  (=  $\text{NO} + \text{NO}_2$ ) augmente significativement au cours du test, passant de 39 ppbV en début de test à une valeur maximale de 167 ppbV jusqu'à atteindre 140 ppbV environ en fin de test. La concentration en monoxyde d'azote ( $\text{NO}$ ) diminue sensiblement en début de test mais elle se stabilise à 13 ppbV à la fin du test (Figure 64).

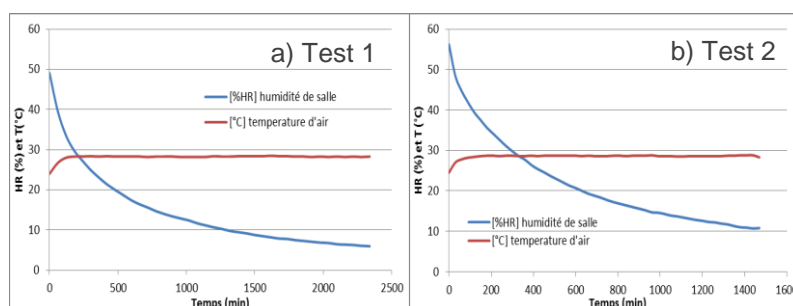


**Figure 64** : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO<sub>x</sub>) pour le système E8 neuf en sortie d'enceinte au cours du test n°2 (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Concentration en NO (tracé bleu) ; Concentration en NO<sub>x</sub> (tracé rouge)

#### 4.3.4.1.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E8 neuf, la température se stabilise à 28°C environ alors que l'humidité relative diminue (les polluants ajoutés en continu à 3L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec).



**Figure 65** : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E8 neuf (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : Test 1 (a) ; Test 2 (b) – Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

#### 4.3.4.1.5 Mesures complémentaires des concentrations en NO-NO<sub>x</sub> en sortie d'enceinte avec le système E8 sans COVs ajoutés

Pour mieux comprendre l'origine de la production des oxydes d'azote (NO-NO<sub>x</sub>) avec le système E8, des mesures sont réalisées en absence de COVs ajoutés dans l'enceinte, d'une part avec le système complet (c'est-à-dire tel qu'il est commercialisé, filtre inclus), et d'autre part avec le système auquel on a ôté le filtre à particules.

Avec un système E8 sans filtre à particules, il n'y a pas d'émissions d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>). Les concentrations en NO et NO<sub>x</sub> en début de test diminuent ensuite au cours du test (Figure 66b). En conclusion, les NO<sub>x</sub> générés par le système E8 commercialisé proviennent d'une réaction entre le filtre à particules et les UVA générés par le système (Figure 66a).

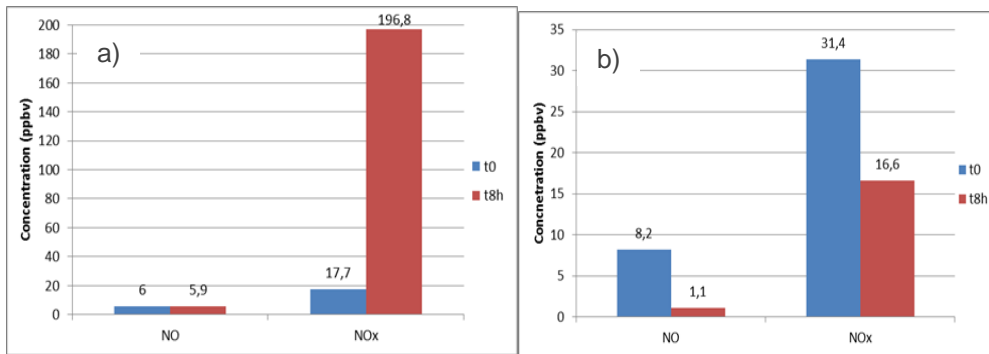


Figure 66 : Concentrations en NO-NO<sub>x</sub> en sortie d'enceinte pour le système E8

NB : Lecture des graphes de gauche à droite : Système complet (a) ; Système sans filtre à particules (b) – Analyses au cours du test : Début (t0), fin de test (t8h)

### 4.3.4.2 Tests d'efficacité avec le système E8 vieilli 4 mois

#### 4.3.4.2.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Les concentrations en COVs diminuent en sortie d'enceinte durant le test. Le formaldéhyde est détecté en quantité la plus importante (moins de 20 ppbV), tandis que les 4 autres COVs introduits en continu sont complètement éliminés par le système E8 vieilli 4 mois.

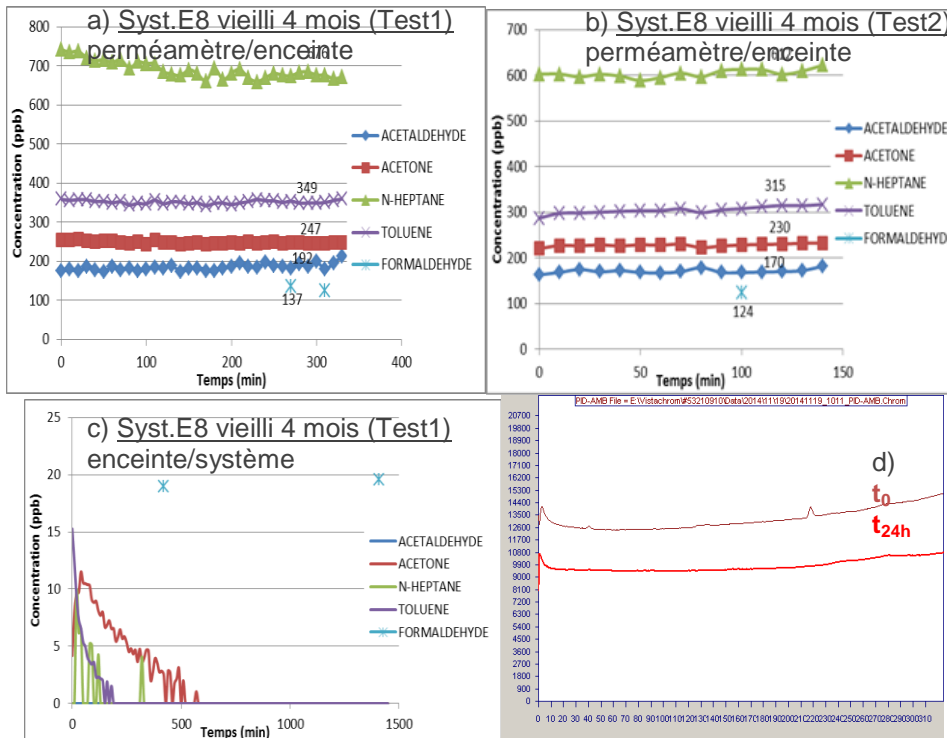


Figure 67 : Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et sortie d'enceinte/système) pour le système E8 vieilli 4 mois en présence de 5 polluants ajoutés (en référence de la norme XP B44-200)

NB : Lecture des graphes de gauche à droite et de haut en bas : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte : test 1 (a) et test 2 (b) ; En sortie d'enceinte/système E8 (vieilli 4 mois) : test 1 (c) ; Chromatogramme GC-PID en sortie d'enceinte/système E8 (vieilli 4 mois) (d) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; n-heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)

#### 4.3.4.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie d'enceinte)

Au cours du test, La concentration en dioxydes de carbone (CO<sub>2</sub>) dans l'enceinte atteint un palier de concentration dont le niveau est un peu supérieur à la valeur de concentration théorique estimée à environ 10 ppmV. NB : 8 ppmV provenant de la minéralisation des COV + environ 2 ppmV de CO<sub>2</sub> résiduels dans l'air en sortie du sécheur.

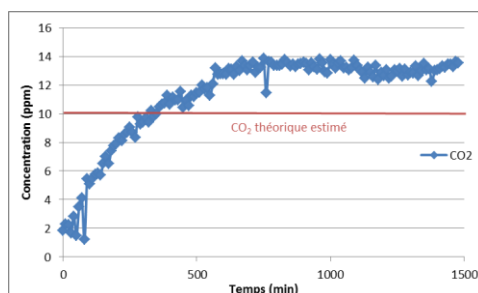


Figure 68 : Concentration en CO<sub>2</sub> pour le système E8 vieilli 4 mois, en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200)

#### 4.3.4.2.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

Avec le système E8 vieilli 4 mois, l'augmentation de la concentration en NO<sub>x</sub> (= NO+NO<sub>2</sub>) est plus importante (Figure 69) comparée à celle obtenue lors du test avec le système E8 neuf (Figure 64). Elle est à 83 ppbV en début de test et elle atteint une valeur maximum de 680 ppbV au cours du test (Figure 69). La concentration en NO augmente également et se stabilise autour de 115 ppbV en fin de test.

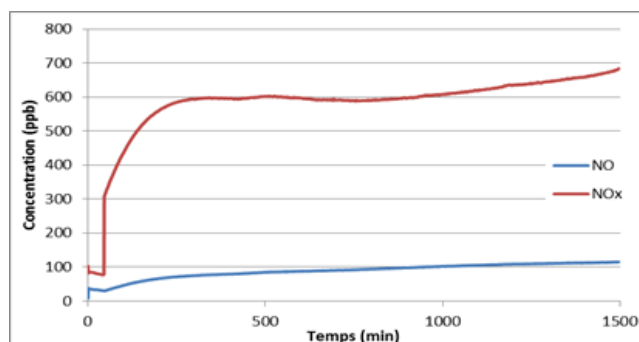


Figure 69 : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO<sub>x</sub>) pour le système E8 vieilli 4 mois, en sortie d'enceinte (Norme XP B44-200)

NB : Concentration en NO (tracé bleu) ; Concentration en NO<sub>x</sub> (tracé rouge)

#### 4.3.4.2.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E8 vieilli 4 mois, la température se stabilise à environ 28°C alors que l'humidité relative diminue (les polluants ajoutés à 3L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec, Figure 70).

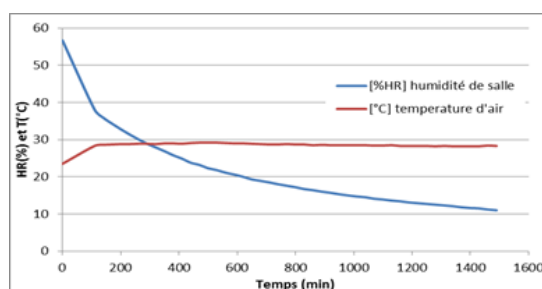


Figure 70 : Teneurs en humidité relative et la température dans l'enceinte durant le test pour le système E8 vieilli 4 mois (Norme XP B44-200)

NB : Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

#### 4.3.4.3 Conclusion des tests avec le système E8 (en référence à la norme XP B44-200)

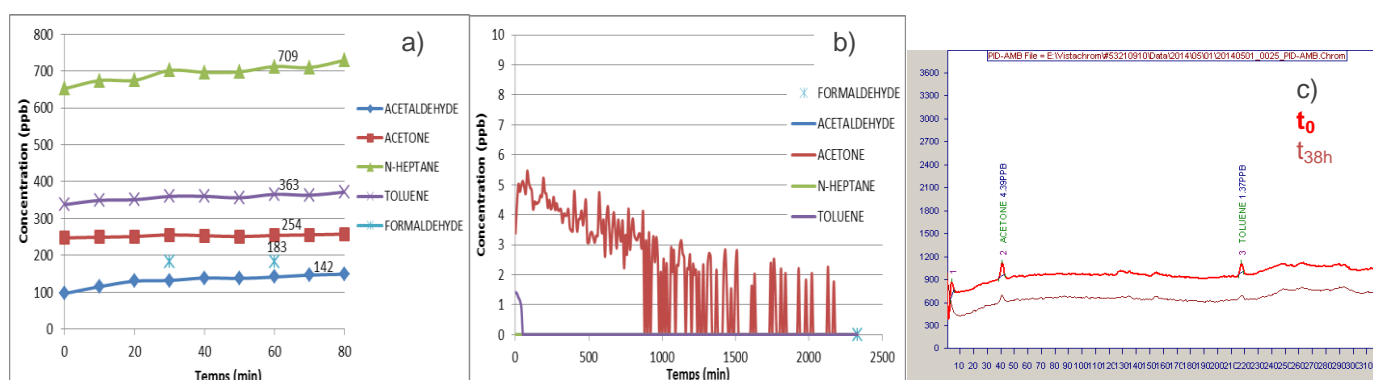
- Avec le système E8, quel que soit l'âge du système (neuf ou vieilli), un abattement est quantifié pour 5 COVs introduits en continu dans l'enceinte, y compris pour le formaldéhyde. Moins de 20 ppbV de formaldéhyde sont détectés à la fin du test en sortie d'enceinte avec le système vieilli pendant 4 mois.
- La minéralisation est quantifiée. Les concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), mesurées pour tous les tests (système E8 neuf ou vieilli), sont légèrement supérieures à la concentration théorique en CO<sub>2</sub> qui est calculée en considérant la minéralisation totale des COVs introduits. Il a pu être mis en évidence que le système E8 produit du CO<sub>2</sub> en absence de COVs ajoutés (Figure 26). Cela peut expliquer une quantité de CO<sub>2</sub> mesurée qui soit supérieure à la quantité théorique. Comme pour les tests en recirculation (en référence à la norme XP-B44-013), la fonction photocatalytique est mise en évidence pour le système E8.
- Le système E8 produit des oxydes d'azote de l'ordre de plusieurs dizaines de ppbV (test avec le système neuf) à quelques centaines de ppbV (test avec le système vieilli 4 mois). L'origine de cette production d'oxyde d'azotes (NO-NO<sub>x</sub>) a pu être identifiée. C'est causé par la présence d'un filtre à particules qui est instable aux rayonnements ultra-violets (UV). Il suffirait par conséquent de changer la nature du filtre pour éviter la production des oxydes d'azote et ainsi améliorer l'innocuité du système E8 dont les performances par ailleurs donnent satisfaction pour une dégradation des COVs.

#### 4.3.5 Efficacité du système E15 (en référence à la norme XP B44-200)

##### 4.3.5.1 Tests d'efficacité avec le système E15 neuf

###### 4.3.5.1.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Tous les COVs introduits en continu sont complètement éliminés par le système E15 neuf (Figure 71).



**Figure 71 :** Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et sortie d'enceinte/système) pour le système E15 neuf en présence de 5 polluants ajoutés (en référence à la norme XP B44-200)

**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte (a); en sortie d'enceinte/système E15 neuf (b); Chromatogramme (GC-PID) en sortie d'enceinte/système E15 neuf (c) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; n-heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)

#### 4.3.5.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie d'enceinte)

En début de test, l'enceinte contient de l'air avec une concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) faible (de l'ordre de 2 ppmV résiduels environ). Pendant le test, la concentration en CO<sub>2</sub> augmente, puis atteint un palier et enfin se stabilise à une valeur qui est supérieure à la concentration théorique estimée à environ 11 ppmV (correspondant à 9 ppmV provenant de la minéralisation des COVs + 2 ppmV de CO<sub>2</sub> résiduels dans l'air en sortie du sécheur, Figure 72). Ainsi au cours du test du CO<sub>2</sub> est mesuré en excès (~25 ppmV) par rapport à une quantité théorique (11 ppmV). Lors des tests réalisés en référence à la norme XP B44-013, il a été aussi mis en évidence des quantités significatives de CO<sub>2</sub> émises par le système E15 neuf (Figure 38).

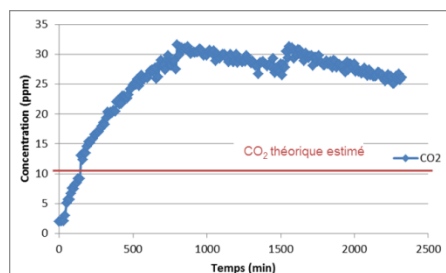


Figure 72 : Concentration en CO<sub>2</sub> mesurée en sortie d'enceinte/système E15 neuf (en référence à la norme XP B44-200)

#### 4.3.5.1.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

La production d'oxydes d'azote (NO/NO<sub>x</sub>) n'est pas constatée avec le système E15, qu'il soit neuf ou vieilli (comme à la Figure 76).

#### 4.3.5.1.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E15, la température se stabilise à 26,5°C environ alors que l'humidité relative diminue (les polluants ajoutés à 3L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec, Figure 73).

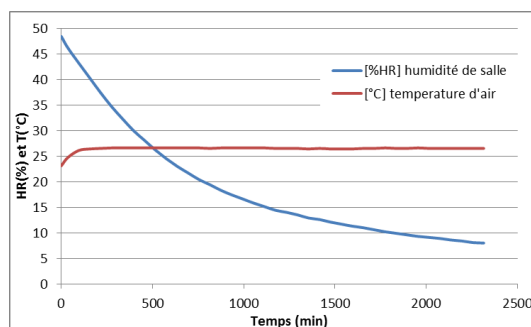


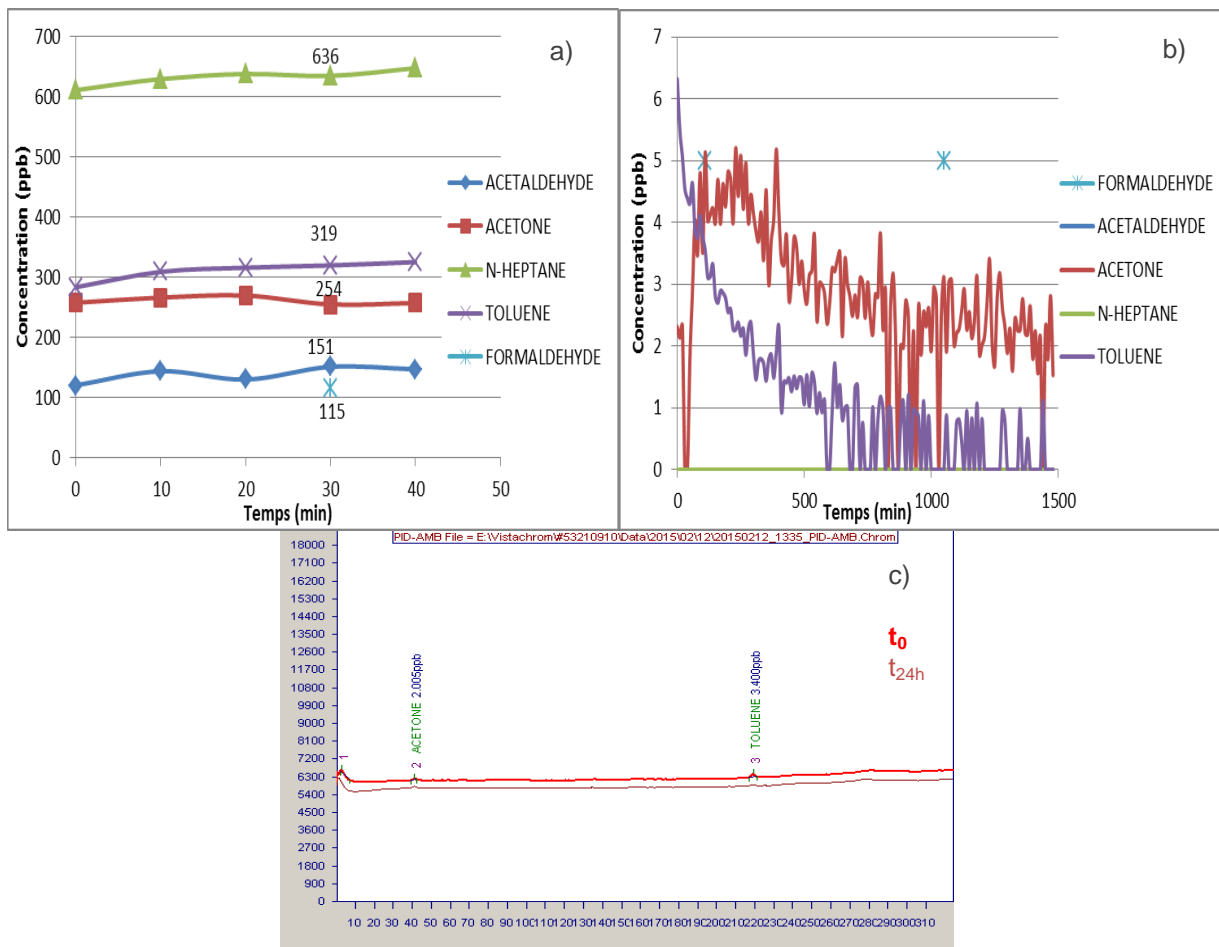
Figure 73 : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E15 neuf (en référence à la norme XP B44-200)

**NB :** Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

### 4.3.5.2 Tests d'efficacité avec le système E15 vieilli 4 mois

#### 4.3.5.2.1 Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/sortie enceinte)

Tous les COVs introduits en continu dans l'enceinte sont éliminés par le système E15 vieilli 4 mois. Les traces de polluants détectées en sortie d'enceinte sont de quelques ppbV pour l'acétone et le toluène (Figure 74b). Le formaldéhyde (limite de détection 5ppbV) n'a pas été détecté en sortie d'enceinte.



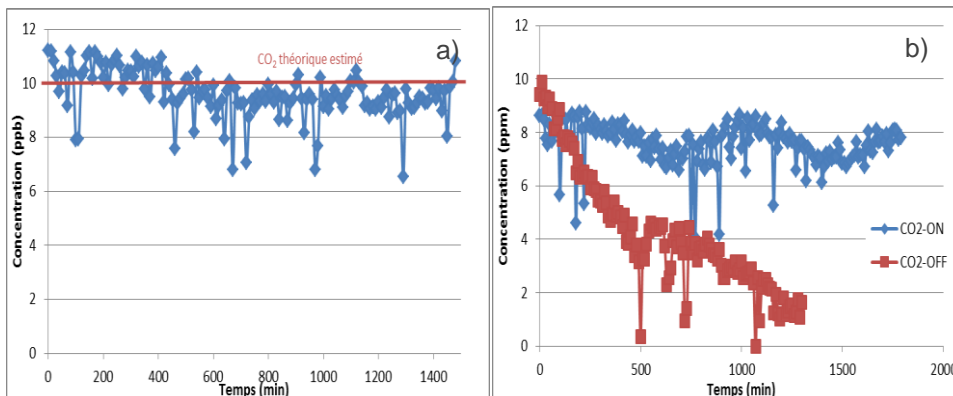
**Figure 74 :** Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et sortie d'enceinte/système) pour le système E15 vieilli 4 mois en présence de 5 polluants ajoutés (en référence à la norme XP B44-200)

**NB :** Lecture des graphes de gauche à droite : En sortie du perméamètre/entrée d'enceinte (a) ; en sortie d'enceinte/système E15 vieilli 4 mois (b) ; Chromatogramme (GC-PID) en sortie d'enceinte/système E15 vieilli 4 mois (c) – Acétaldéhyde (tracé bleu /losange) ; Acétone (tracé rouge /carré) ; N-Heptane (tracé vert /triangle) ; Toluène (tracé violet /croix) ; Formaldéhyde (bleu ciel /croix)

#### 4.3.5.2.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> (en sortie d'enceinte)

En présence de polluants ajoutés en continu dans l'enceinte (5 COVs + le système E15 vieilli 4 mois), la concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) tend à se stabiliser à une valeur qui correspond à la concentration en CO<sub>2</sub> théorique estimée à 10 ppmV environ. NB : 8 ppmV provenant de la minéralisation des COV + 2 ppmV de CO<sub>2</sub> résiduels dans l'air en sortie du sècheur (Figure 75a). Lors du test avec le système E15 neuf, une concentration très supérieure était mesurée (de l'ordre de 30 ppmV, Figure 72).

Par rapport aux concentrations atteintes en absence de COVs (8 ppmV : blanc système en mode ON, Figure 75b), la concentration en CO<sub>2</sub> issue de la minéralisation des COVs est seulement 2 ppmV ce qui implique une minéralisation partielle.

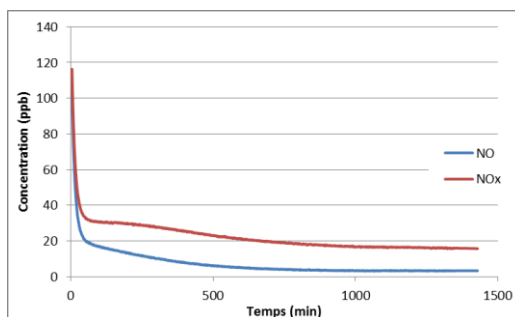


**Figure 75** : Concentration en CO<sub>2</sub> en sortie d'enceinte/système E15 vieilli 4 mois (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Lecture des graphes de gauche à droite : En présence des 5 COVs ajoutés (a) ; sans les COVs ajoutés au système ON-OFF (b)

#### 4.3.5.2.3 Suivi des concentrations en NO/NO<sub>x</sub> (en sortie d'enceinte)

Il n'y a pas eu d'oxydes d'azote (NO-NO<sub>x</sub>) produit au cours du test. Ces composés azotés sont présents en quantité significative en début de test, mais avec le système E15 allumé (mode ON) il y a un effet bénéfique pour les éliminer (Figure 76).

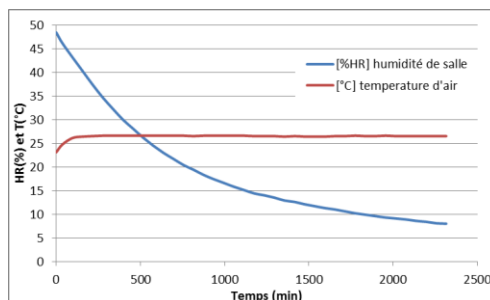


**Figure 76** : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO<sub>x</sub>) pour le système E15 vieilli 4 mois, mesurées en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Concentration en NO (tracé bleu) ; Concentration en NO<sub>x</sub> (tracé rouge)

#### 4.3.5.2.4 Suivi de l'humidité relative et de la température

Après la mise en route du système E15 vieilli 4 mois, la température se stabilise à environ 26,5°C alors que l'humidité relative diminue (les polluants ajoutés à 3L min<sup>-1</sup> sont générés dans de l'air sec, Figure 77).



**Figure 77** : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E15 vieilli 4 mois (en référence à la norme XP B44-200)

**NB** : Humidité relative (HR en %) (tracé bleu) ; Température (T en °C) (tracé rouge)

#### 4.3.5.3 Conclusions des tests avec le système E15 (en référence à la norme XP B44-200)

Les tests d'efficacité, réalisés avec le système E15 (neuf ou vieilli pendant 4 mois) alimenté en continu en COVs en référence à la norme AFNOR XP B44-200, ont mis en évidence :

- Quel que soit l'âge du système (E15 neuf ou vieilli 4 mois), un abattement quantitatif des 5 COVs qui ont été introduits en continu dans l'enceinte, y compris pour le formaldéhyde. Seuls quelques ppbV d'acétone et de toluène pour le système E15 vieilli 4 mois sont détectés en sortie d'enceinte à la fin du test.
- Une minéralisation apparente avec le système E15. La concentration en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) mesurée pendant le test avec le système E15 neuf est très supérieure à celle de la quantité théorique en  $\text{CO}_2$ . Par contre, après 4 mois de vieillissement du système E15 la valeur théorique en  $\text{CO}_2$  (pour une minéralisation complète) est atteinte. Il avait déjà été mis en évidence que le système E15 neuf produisait du  $\text{CO}_2$  en l'absence de COVs ajoutés (Figure 38). Aussi, cela permet d'expliquer que la quantité en  $\text{CO}_2$  mesurée soit très supérieure à la quantité théorique. Pour les tests en recirculation (en référence à la norme XP-B44-013), la fonction photocatalytique n'a pas été mise en évidence. En revanche, une adsorption significative des COVs sur le filtre à charbon actif (un composant du système E15) a été mise en évidence. Avec le système alimenté en polluants en continu, la production régulière de  $\text{CO}_2$  observée peut s'expliquer par une minéralisation progressive des COVs, préalablement adsorbés sur le charbon actif.
- Le système E15 ne produit pas d'ozone ( $\text{O}_3$ ), ni d'oxydes d'azote ( $\text{NO}_x$ ). Ce n'était pas le cas avec les 2 autres systèmes testés E10 et E8.

#### 4.4 Quantification des nano et microparticules émises par les systèmes autonomes commercialisés

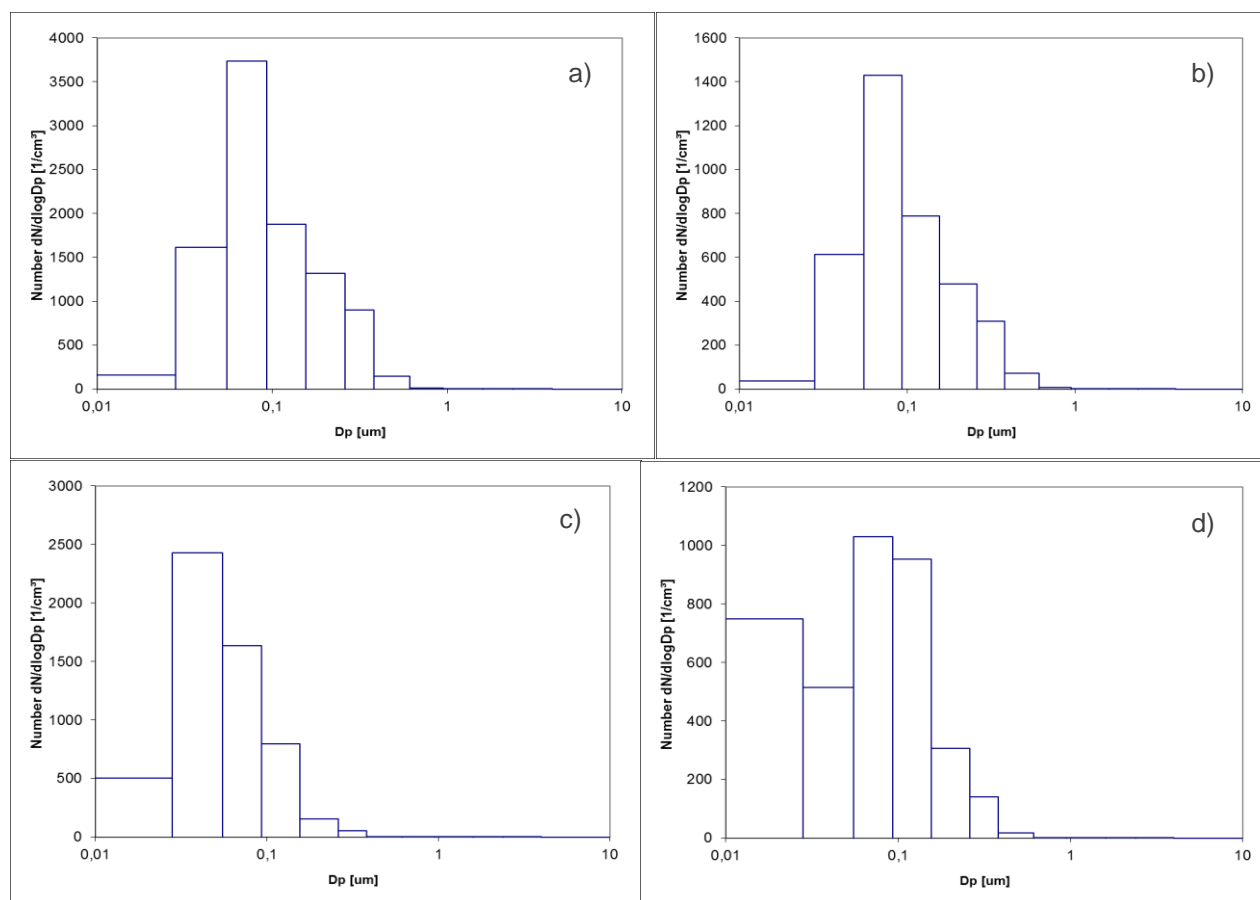
Les paramètres ELPI retenus pour effectuer toutes les mesures sont :

- **Mode** : ELPI filter stage 10 lpm
- **Réglage pompe** : pression=100 mbar
- **Trap voltage** : OFF
- **Charger** : ON / 5kV – current 1µA
- **Gamme de mesure** : 10 000 fA
- **Intervalle de sauvegarde des mesures** : 10 secondes

Les données compilées sont présentées en Annexe 4. Les techniques de mesures sont détaillées en Annexe 9.

##### 4.4.1 Résultats obtenus sur une mesure d'air du laboratoire

Selon les jours, il y a une variabilité importante du nombre et de la distribution des nano et microparticules mesurés dans l'air ambiant du laboratoire. Les valeurs de référence de concentrations moyennes en particules dans l'air ambiant du laboratoire (dans lequel les tests sont réalisés) peuvent toutefois être retenues entre 900 à 2 500 particules par  $\text{cm}^3$  d'air (Figure 78).



**Figure 78** : Distribution moyenne des nano et microparticules dans l'air ambiant du laboratoire en fonction des jours

**NB** : Lecture de gauche à droite et de haut en bas : Jours de mesures : 12-06-2014 (a) ; 18-06-2014 (b) ; 17-10-2014 (c) ; 30-01-2015 (d)

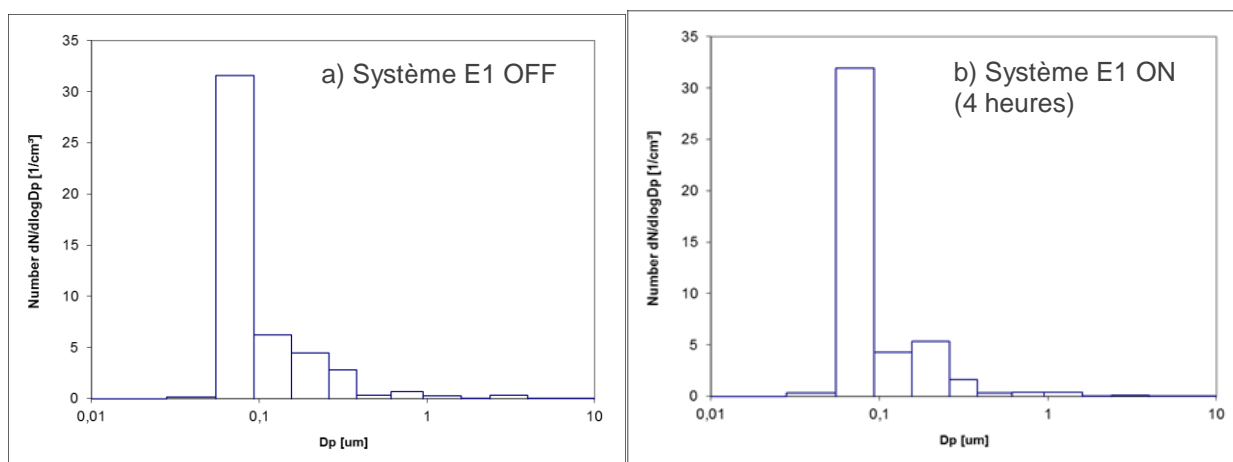
#### 4.4.2 Exemple de résultats des émissions de particules par le système E1 (cf Annexe 4 : E8, E10, E15)

Concernant la distribution des nano et microparticules collectées avec le système E1, les variations ne sont pas significatives avant sa mise en fonctionnement ou lors de son fonctionnement sur plusieurs heures. Les résultats ne mettent en évidence de relargage quantifiable par le système E1 en nano et microparticules (Figure 79). Les conditions de température et d'hygrométrie sont indiquées dans le Tableau 9.

	Début de test	Fin de test
HR (%)	58,1	48,5
T (°C)	23,9	26,8

**Tableau 9 :** Suivi de l'humidité relative (HR) et de la température (T) durant les mesures en nano et microparticules dans l'enceinte/épurateur E1

L'ensemble des données obtenues lors des tests réalisés avec les systèmes E8, E10 et E15 neufs ou vieillis est présenté en Annexe 4. Pour tous les systèmes étudiés, quel que soit l'âge du système (neufs ou vieillis), les variations sont minimales pour la distribution des nano et microparticules qui sont collectées soit avant le démarrage du système ou après sur plusieurs heures. Les résultats ne permettent pas de mettre en évidence un relargage quantifiable de nano et microparticules. Les valeurs obtenues dans l'enceinte, avec ou sans système en fonctionnement, sont toujours très inférieures à celles pour l'air ambiant dans le laboratoire témoin.



**Figure 79 :** Distribution moyenne des nano et microparticules dans l'enceinte avec le système E1

**NB :** Lecture de gauche à droite : Avec le système éteint/OFF et de l'air propre humide (a) ; avec le système en fonctionnement pendant 4 heures (b)

#### 4.4.3 Prélèvements de nanoparticules et analyses chimiques du titane

Il n'y a pas d'émissions significatives de nanoparticule enregistrées par ELPI avec les différents systèmes. En complément, des analyses du titane ont été réalisées sur les prélèvements totaux de nanoparticules. Le matériel utilisé pour ce type de prélèvement est présenté en Annexe 9. La totalité des particules, qui sont récupérées sur le filtre PTFE de porosité 0,2 µm, ont été dissoutes en vue d'une analyse chimique du titane (par ICP-MS). Des informations sur le protocole d'analyse sont aussi données en Annexe 9.

Aucune émission significative de dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) n'est observée dans l'enceinte avec les différents systèmes étudiés. Les principaux résultats des concentrations en titane mesurées (4 isotopes suivis) pour les systèmes E8, E10 et E15 sont reportés dans le Tableau 10. Des concentrations en titane sont aussi mesurées pour un blanc (enceinte sans épurateur, 4 mesures).

	Ti <sup>46</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>47</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>48</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>49</sup> (µg m <sup>-3</sup> )
<b>Blanc enceinte 1</b> (156 L)	7,5 10 <sup>-2</sup>	6,8 10 <sup>-2</sup>	8,1 10 <sup>-2</sup>	6,7 10 <sup>-2</sup>
<b>Blanc enceinte 2</b> (150 L)	1,1 10 <sup>-1</sup>	9,9 10 <sup>-2</sup>	1,2 10 <sup>-1</sup>	9,3 10 <sup>-2</sup>
<b>Blanc enceinte 3</b> (152 L)	1,1 10 <sup>-1</sup>	1,0 10 <sup>-1</sup>	1,1 10 <sup>-1</sup>	9,9 10 <sup>-2</sup>
<b>Blanc enceinte 4</b> (160 L)	9,3 10 <sup>-2</sup>	8,1 10 <sup>-2</sup>	1,2 10 <sup>-2</sup>	8,3 10 <sup>-2</sup>
<b>Système E15 ON</b> (156 L)	1,3 10 <sup>-1</sup>	1,2 10 <sup>-1</sup>	1,3 10 <sup>-1</sup>	1,2 10 <sup>-1</sup>
<b>Système E8 ON</b> (156 L)	9,4 10 <sup>-2</sup>	8,3 10 <sup>-2</sup>	9,8 10 <sup>-2</sup>	8,3 10 <sup>-2</sup>
<b>Système E10 ON</b> (156 L)	1,2 10 <sup>-1</sup>	1,1 10 <sup>-1</sup>	1,2 10 <sup>-1</sup>	1,1 10 <sup>-1</sup>
<b>Système E15 vieilli 4 mois ON</b> (156 L)	1,2 10 <sup>-1</sup>	1,1 10 <sup>-1</sup>	1,2 10 <sup>-1</sup>	1,1 10 <sup>-1</sup>

**Tableau 10** : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules en laboratoire

## 5 Tests en plateformes expérimentales (Evalis et BEF) avec les systèmes E15 et E8

Des tests sont aussi réalisés sur deux plateformes expérimentales (Evalis et BEF) avec les systèmes E8 et E15 (NB : Ces deux systèmes ont donné des résultats performants pour les tests en enceinte selon les deux normes XP B44-013 et XP B44-200). Les tests en plateformes permettent de présenter des conditions proches de situations réelles.

### 5.1 Conditions opératoires pour la réalisation des essais d'évaluation (EVALIS et BEF)

Deux plateformes expérimentales sont mises en œuvre et permettent de réaliser plusieurs tests :

- La plateforme EVALIS utilisée pour une première série de tests ;
- La plateforme BEF, construite au cours du projet, utilisée pour la deuxième série de tests.

Les plateformes EVALIS et BEF sont des constructions respectivement de 16 m<sup>2</sup> (40 m<sup>3</sup>) et de 12 m<sup>2</sup> (35 m<sup>3</sup>). Le Tableau 11 présente les matériaux constituant ces deux modules. La paroi de chacune de ces plateformes est constituée d'un élément de bardage (bois), d'un pare pluie, d'un panneau OSB, d'un isolant en laine de verre et d'un pare-vapeur.

Pour la plateforme EVALIS, la paroi est constituée également d'un revêtement en plaque de plâtre BA13 (Fermacell).

Pour la plateforme BEF, la paroi est aussi constituée en revanche d'un revêtement en panneaux OSB.

La toiture des deux plateformes est également isolée par de la laine de verre (e ≤ 30 cm EVALIS ; deux couches BEF) et fermée par un panneau OSB.

Le plancher des deux plateformes repose sur une dalle de béton isolée sur laquelle est posé un panneau OSB ou une plaque de plâtre (EVALIS) ou bien une couche de polyuréthane et un panneau OSB en revêtement (BEF).

Composants	Type de produits dans EVALIS	Types de produits dans BEF
Isolation mur	Laine de verre	Panneau OSB + Fibre de bois + Laine de verre + Pare vapeur
Isolation toiture	Laine de verre	Panneau OSB + Laine de verre (x2) + Pare vapeur
Isolation de sol	-	Bloc polyuréthane
Revêtements murs et plafond	Plaque de plâtre	Panneau OSB
Revêtements de sol non collé	Panneau OSB	Panneau OSB
Ouvrants	1 porte bois + 1 fenêtre double vitrage bois	1 porte de bois + Façade double vitrage

Tableau 11 : Description des matériaux dans les modules Evalis et BEF

Les deux environnements dans EVALIS et BEF sont totalement différents (Figures 80 et 81). Ils permettent de simuler différentes situations dans lesquelles les épurateurs d'air peuvent être potentiellement des solutions intéressantes.

- La plateforme EVALIS est constituée de matériaux pour la plupart qui ont déjà vieilli. Ils sont donc peu émissifs. De plus, la ventilation est d'origine naturelle en grande partie due à des fuites dans la paroi. Enfin, le module EVALIS n'est pas thermo régulé. Il est donc représentatif d'un logement ancien dans lequel la pollution est amenée par rénovation et/ou nettoyage des surfaces avec des produits émissifs.
- La plateforme BEF est représentative d'un logement neuf à base de bois fortement émissif en terpènes. Le module BEF est ventilé à 0,5 vol h<sup>-1</sup> et il est thermo régulé. Aucune pollution à ajouter n'est nécessaire du fait de la forte pollution déjà émise par les matériaux constitutifs. Cependant, ce module qui a été construit et terminé lors du projet a révélé différents problèmes techniques, en particulier liés aux ventilo-convecteurs et à la présence humaine dans le couloir, à côté de la cellule-test, ce qui a impacté les concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>).

L'accès au procès-verbal d'essais a été demandé aux fournisseurs des matériaux. Il est intéressant ensuite de coupler les informations contenues dans les PV d'essais avec les concentrations mesurées à l'intérieur de ces constructions.

Lors de la réalisation des tests, des prélèvements sont réalisés régulièrement par échantillonnage actif (ISO 16000-6). D'autres prélèvements sont aussi réalisés en utilisant la méthode sur fibre SPME développée en collaboration par ARMINES et NOBATEK (Annexe 8). De plus, des prélèvements d'air seront réalisés en cours de tests pour suivre le taux de nanoparticules dans l'air.

Ainsi, des piquages ont été mis en œuvre au niveau des portes des modules. Ces piquages permettent de connecter directement les systèmes de pompage sans intervenir à l'intérieur des modules :

- Piquage A : destiné à la connexion du système ELPI de l'IPREM et au prélèvement multi-COV à l'aide de la méthode alternative décrite précédemment ;
- Piquage B : destiné au prélèvement des COVs sur cartouche TENAX ou cartouches DNPH ;
- Piquage C : destiné au prélèvement des COVs sur cartouche TENAX ou cartouches DNPH.

Ces 3 piquages sont réalisés en tube inox et en tubes PTFE (ou autre matériau) pour relier les piquages au système de prélèvement, recouverts d'un élément isolant afin de limiter les risques de condensation.

Des outils pour un suivi dynamique ont également été utilisés dans nos campagnes de test. Les paramètres de confort de température, d'humidité relative et de concentrations en CO<sub>2</sub> sont suivis en continu à l'intérieur et à l'extérieur des modules. Une station météo extérieure a permis également de suivre les conditions extérieures.



Figure 80 : Vues du module EVALIS – Les équipements de prélèvements d'air

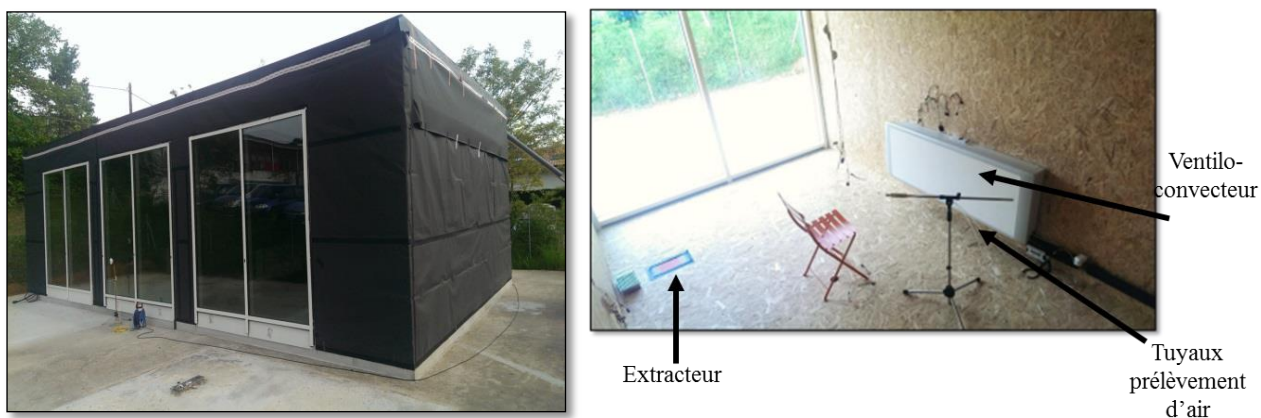


Figure 81 : La plate-forme BEF – À gauche : vue de l'extérieur ; À droite : vue de l'intérieur

## 5.2 Paramètres suivis pour la réalisation des essais d'évaluation (EVALIS et BEF)

Les différents paramètres suivis durant les essais à l'intérieur d'une plate-forme (EVALIS et BEF) sont :

### Paramètres de confort

- Température ;
- Humidité relative ;
- Concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>).

Ces paramètres de confort ont été enregistrés en continu au sein de la plateforme expérimentale (avec un intervalle entre deux mesures : 1 minute).

### Paramètres de qualité de l'air

- Formaldéhyde et autres composés carbonylés : prélèvements par pompage actif sur cartouches DNPH, suivis d'une élution des cartouches avec de l'acétonitrile et d'une analyse HPLC-UV (Annexe 6) ;
- COVs totaux ou COVT : prélèvements par pompage actif sur tubes TENAX GR, suivis d'une analyse par ATD-GC-MS (Annexe 7) ;
- Formaldéhyde et COVT : prélèvements ponctuels avec la méthode développée par ARMINES sur fibre SPME, suivis d'une analyse GC-MS (Annexe 8).

La fréquence de prélèvement est de 2 à 3 échantillonnages effectués par semaine pour chaque méthode durant la phase de test.

### Nano et micro particules

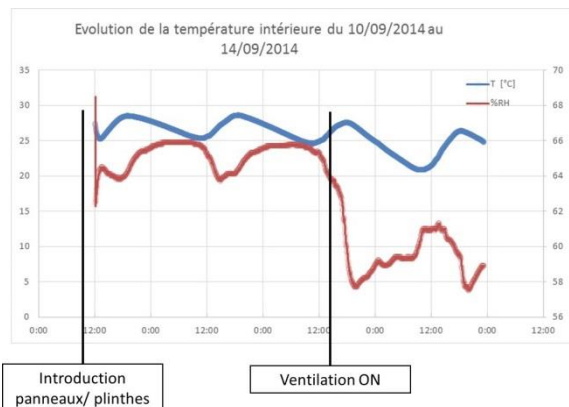
- Deux campagnes de prélèvements sont réalisées avec le système ELPI. Une quantification seulement est réalisée avec l'un des prélèvements mais pour l'autre une quantification couplée à une collecte des particules totales est effectuée en vue d'une analyse chimique ultérieure ;
- Pour chaque campagne, d'une part des mesures d'air sont faites à l'extérieur de la plate-forme pour avoir des valeurs de référence sur l'environnement extérieur, et d'autre part des mesures d'air sont faites à l'intérieur de la plateforme sur plusieurs heures avec l'épurateur en fonctionnement (Annexe 9).

## 5.3 Résultats de l'expérimentation dans la plate-forme EVALIS (sans ou avec la présence d'un système)

### 5.3.1 Influence des conditions expérimentales dans EVALIS/sans épurateur

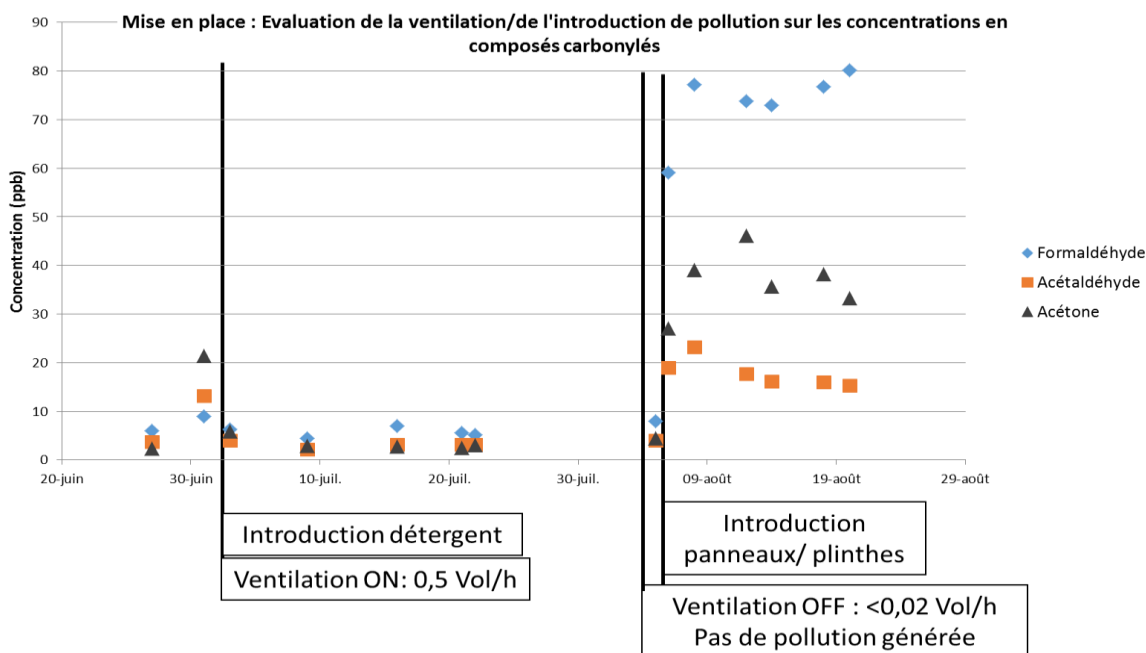
La Figure 82 indique l'évolution de la température et de l'humidité relative lors du test dans la plate-forme EVALIS sans présence d'épurateur. Les cinétiques de concentration des principaux COVs (ventilation éteinte/OFF) sont illustrées à la Figure 85. A travers les résultats présentés à la Figure 83, Figure 84 et dans le Tableau 12, deux conclusions s'imposent :

- Des panneaux et des plinthes qui sont introduits en quantité représentative pour simuler une décoration contribuent à des concentrations significatives dans l'air pour l'ensemble des polluants étudiés (mesures du 6 au 20/08 ainsi que du 10 et 12/09). À la Figure 83, les concentrations en polluants ainsi générées deviennent stables rapidement à condition que la ventilation soit coupée. À la Figure 85, les concentrations mesurées pour 6 composés (toluène, alpha-pinène, 3-carène, limonène, hexanal, formaldéhyde) augmentent rapidement. Et avec la ventilation éteinte (mode OFF), la tendance à la stabilisation apparaît 150 minutes après l'introduction d'une pollution (planches + plinthes + détergent).
- La mise en route du système de ventilation permet de diluer la pollution et de retrouver des niveaux de pollution faibles.



**Figure 82** : Evolution de la température et de l'humidité relative dans la plate-forme EVALIS en présence de panneaux et de plinthes en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation éteinte/OFF ou allumée/ON)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : En présence de panneaux et plinthes /Ventilation éteinte/ON (0,02 vol h<sup>-1</sup>) ; En présence de panneaux et plinthes/Ventilation allumée/ON (0,5 vol h<sup>-1</sup>) – Humidité relative (HR en %, tracé rouge) ; Température (T en °C, tracé bleu)



**Figure 83** : Evolution des concentrations en 3 COVs (ppbV) dans la plate-forme EVALIS après la mise en place d'une pollution (détergent ou panneaux/plinthes) en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation allumée/ON ou ventilation éteinte/OFF)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : En présence de détergent/Ventilation allumée/ON (0,5 vol h<sup>-1</sup>) ; En présence de panneaux et plinthes/Ventilation éteinte/OFF (0,02 vol h<sup>-1</sup>) – Formaldéhyde (bleu/losange), acétaldéhyde (orange/carré), acétone (noir/triangle)

Conc. moyennes COVs (ppbV* ou $\mu\text{g m}^{-3}$ éq. toluène)	Avec pollution planches + plinthes (ventilation OFF) (08-2014) (Figure 83)	Avec pollution planches + plinthes + détergent (ventilation OFF) (09-2014)
Formaldéhyde*	76,2 ± 3,9	78,2 ± 21,7
Acétaldéhyde*	17,7 ± 2,4	16,3 ± 8,9
Acétone*	38,5 ± 7,6	20,8 ± 12,1
Toluène		3,9
Limonène		9,1
$\alpha$ -pinène		48,9
$\beta$ -pinène		6,6
Hexanal		16,4

Tableau 12 : Concentrations moyennes en COVs mesurées dans la plate-forme EVALIS/sans présence d'un système avec une simulation de pollution (planches + plinthes et/ou détergent)

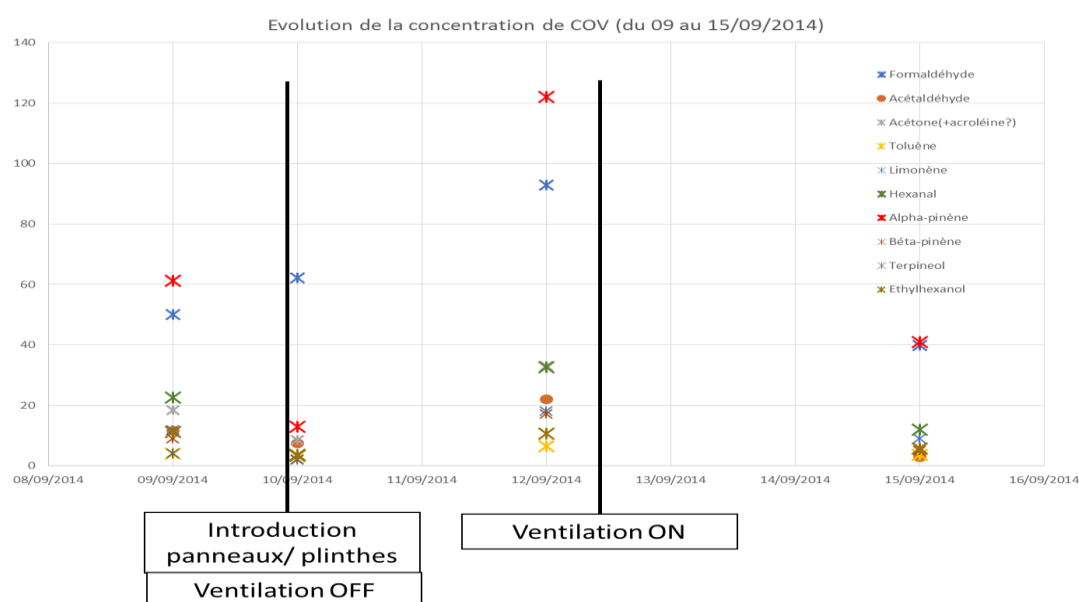
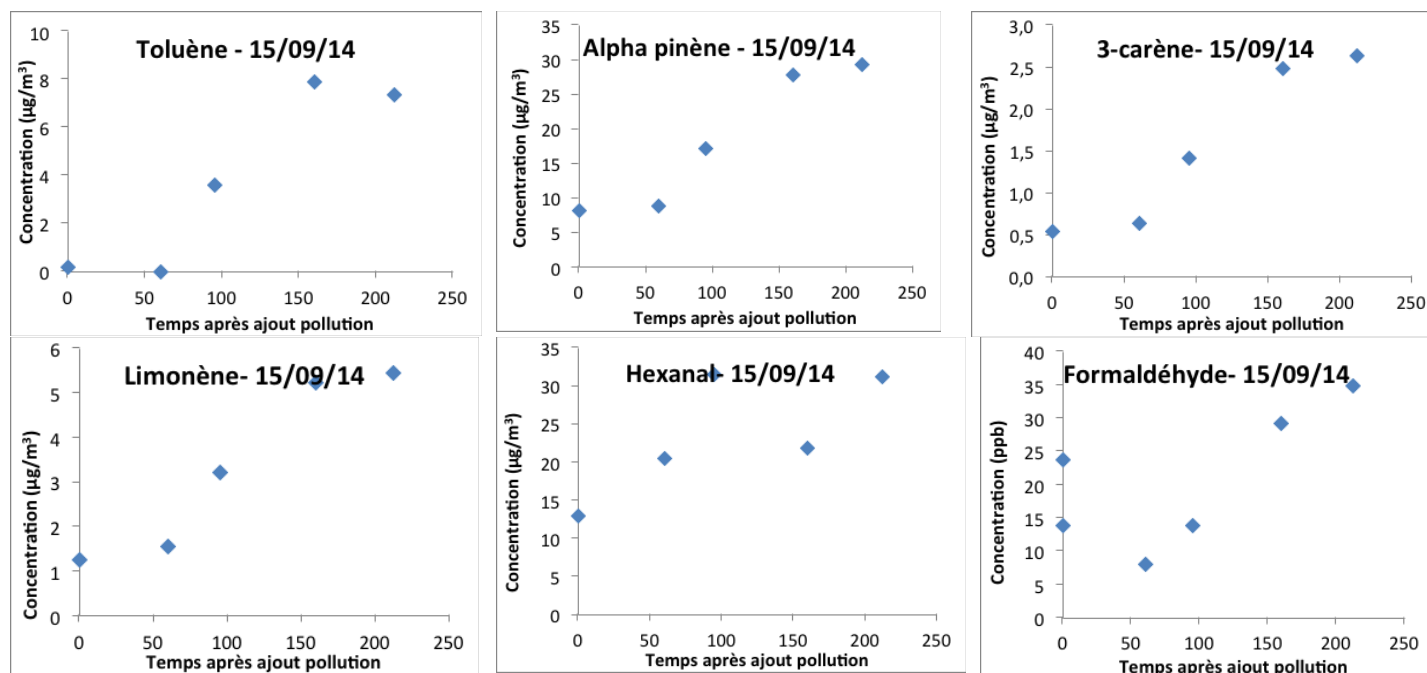


Figure 84 : Evolution des concentrations en 10 COVs (ppbV) dans la plate-forme EVALIS après la mise en place de la pollution (planches + plinthes + détergent) en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation éteinte/OFF ou ventilation allumée/ON)

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : En présence de panneaux et plinthes/ Ventilation éteinte/OFF ; En présence de panneaux et plinthes /ventilation allumée/OFF — Formaldéhyde (bleu foncé /croix), acétaldéhyde (orange /rond plein), acétone (gris foncé /croix), toluène (jaune /croix), limonène (bleu clair /croix), hexanal (vert /croix), alpha-pinène (rouge /croix), beta-pinène (marron clair /croix), terpineol (gris clair /croix), ethylhexanol (marron /croix)



**Figure 85** : Cinétique d'évolution des concentrations de 6 COVs (ventilation éteinte/OFF) après introduction d'une pollution (planches + plinthes + détergent) dans la plate-forme EVALIS

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite et de haut en bas : Concentrations des 6 COVs : Toluène ; Alpha-pinène ; 3-carène ; Limonène ; Hexanal ; Formaldéhyde

### 5.3.2 Influence des conditions expérimentales dans EVALIS/avec un système

Pour les tests réalisés dans la plate-forme EVALIS, en présence de systèmes différents (épurateurs), les expériences se déroulent sans mettre en marche la ventilation. Les concentrations de polluants peuvent ainsi être suivies de manière significative. Les conditions expérimentales sont favorables pour étudier une solution technique de traitement de l'air. En effet, les niveaux de pollution sont trop importants pour être juste abaissés par un système de ventilation performant. Les conditions expérimentales décrites plus haut (EVALIS/système) sont rassemblées dans le Tableau 13.

Température	21 °C ± 5°C
Taux de renouvellement de l'air	0,02 ± 0.01 vol h <sup>-1</sup>
Simulation de la pollution	Introduction de panneaux et plinthes

**Tableau 13** : Conditions expérimentales pour les tests dans la plateforme EVALIS (en présence d'un système)

## 5.4 Résultats de l'expérimentation dans la plate-forme BEF (sans ou avec la présence d'un système)

### 5.4.1 Influence des conditions expérimentales dans BEF/sans système

A titre d'exemple, plusieurs figures à l'annexe 12 présentent l'évolution des concentrations en polluants pour les tests dans la plate-forme BEF réalisés avec le système E8. Dans cette plate-forme (une fois résolus les problèmes techniques rencontrés pendant plusieurs jours), la température et l'humidité relative sont stables finalement.

Le Tableau 14 présente les concentrations moyennes en polluants mesurées sans la présence d'un système/épuration dans BEF et avec une température régulée et une ventilation fixée à 0,5 vol h<sup>-1</sup>. Un grand nombre de COVs est détecté dans la plate-forme BEF. Leurs concentrations sont globalement plus élevées pour les composés les plus lourds.

CONCENTRATIONS moyennes des COVs (ppbV* ou µg m <sup>-3</sup> éq. toluène)	Sans pollution ajoutée avec ventilo convecteur 22,5°C. Renouvellement d'air à 0,5 vol h <sup>-1</sup> -du 13 au 15/07/2015-	Sans pollution ajoutée avec ventilo convecteur 22,5°C. Renouvellement d'air à 0,5 vol h <sup>-1</sup> -du 22 au 23/07/2015-
Formaldéhyde*	9,5 ± 0,1	12,6 ± 0,5
Acétaldéhyde*	8,5 ± 1,6	11,8 ± 1,5
Acétone*	42,0 ± 5,1	45,2 ± 4,3
Toluène	14,5 ± 8,5	9,0 ± 5,0
Limonène	52,0 ± 1,0	61,0 ± 14,0
α-pinène	251,5 ± 12,8	307,5 ± 76,5
β-pinène	62,0 ± 6,0	68,5 ± 17,5
3-carène	57,5 ± 2,0	66,0 ± 15,0
pentanal	21,5 ± 1,0	26,5 ± 5,5
hexanal	108,0 ± 1,0	135,5 ± 33,5
octanal	28,5 ± 1,0	39,5 ± 1,0
nonanal	37,5 ± 3,0	48,0 ± 10,0

Tableau 14 : Concentrations moyennes en polluants (12 COVs) mesurées dans la plate-forme BEF/sans présence d'un système (cellule vide -blanc) sans simulation de pollution

### 5.4.2 Influence des conditions expérimentales dans BEF/avec un système

Pour les tests réalisés dans la plate-forme BEF avec la présence d'un système/épuration (tests avec différents systèmes), les conditions expérimentales fixées sont reportées dans le Tableau 15.

Température	20 °C ± 1°C
Taux de renouvellement de l'air	0,5 ± 0,1 vol h <sup>-1</sup>
Simulation de la pollution	L'intérieur de la plateforme est aménagé avec des panneaux OSB

Tableau 15 : Conditions expérimentales pour les tests dans la plate-forme BEF (en présence d'un système, exemple pour E8)

## 5.5 Essais réalisés avec le système E15 dans la plate-forme EVALIS

### 5.5.1 Déroulement des essais dans la plate-forme EVALIS – Système E15/EVALIS

Pour rappel, la performance du système E15 a été démontrée avec les tests réalisés en laboratoire.

Pour les essais réalisés dans la plate-forme EVALIS, le système E15 est équipé d'une lampe UVC neuve et d'un filtre photocatalytique neuf. Le contrôle de l'irradiance de la lampe UVC est réalisé avant la mise en service du système dans la plate-forme EVALIS ( $7,7 \text{ mW/cm}^2$  dans la gamme 200-300 nm, Figure 86). La valeur d'irradiance de la lampe, mesurée au cours des tests, est du même ordre de grandeur.

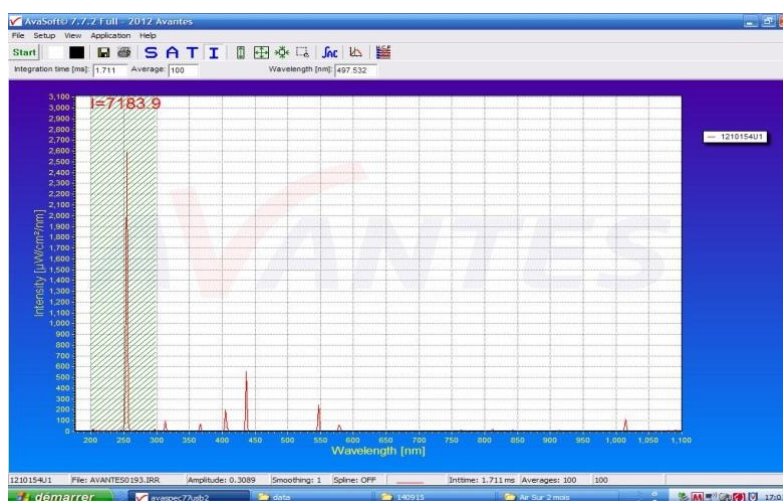


Figure 86 : Mesure d'irradiance pour la lampe UVC neuve installée pour le système E15

### 5.5.2 Organisation de l'étude au cours des phases – Système E15/EVALIS

Le protocole expérimental respecte l'organisation définie au Tableau 16, soit une expérimentation en 6 phases. La plate-forme EVALIS en fonctionnement est montrée par une photographie à la Figure 87. La 6<sup>ème</sup> phase expérimentale permet d'ajouter une pollution supplémentaire (parfum). Dans la suite du document, les résultats sont illustrés selon les phases.

PHASES N°	DESCRIPTION	DATE de réalisation
1	Le module est vide, cela constitue la référence.	18/09-20/09/2014
2	Introduction du système d'épuration dans le module. Le système n'est pas en fonctionnement	22/09-24/09/2014
3	Mise en route du système	24/09-26/09/2014
4	Système OFF, introduction de la pollution simulée par des planches et plinthes	29/09-01/10/2014
5	Mise en route du système	01/10-03/10/2014 08/10-10/10/2014 21/10-21/11/2014
6	Addition de pollution supplémentaire	12/11-21/11/2014

Tableau 16 : Description des phases de l'étude avec le système E15 dans la plate-forme EVALIS

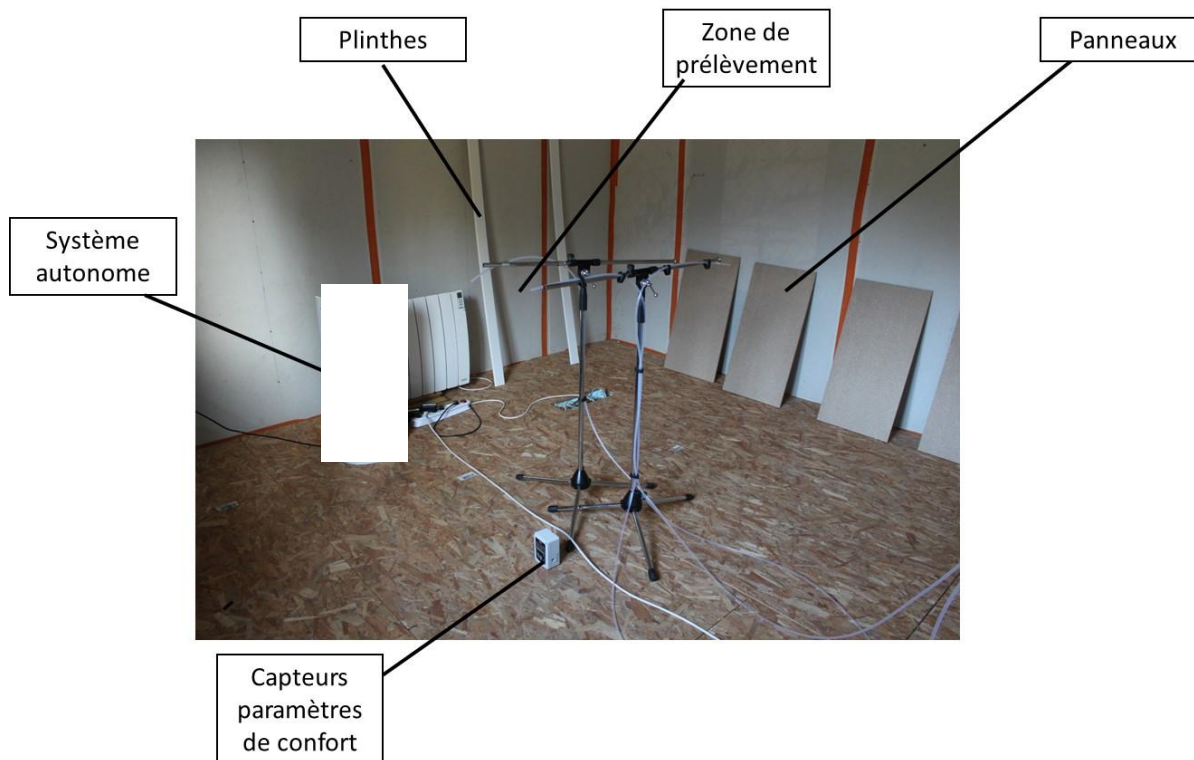


Figure 87 : Une vue à l'intérieur de la plate-forme EVALIS pendant les essais

### 5.5.3 Principaux résultats avec le système E15/EVALIS

#### 5.5.3.1 Suivi des paramètres de confort

La concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) reste stable mais les valeurs sont relativement élevées, entre 600 et 800 ppmV. Les différents pics de pollution (pendant les journées des 21/10, 27/10 et 31/10) sont dus à l'entrée d'une personne dans la cellule pour allumer le dispositif ou effectuer des prélèvements (Figure 88a). Les grandes variations de températures sont dues aux effets jours/nuits. La cellule n'est pas thermo-régulée et elle est fortement exposée au soleil. De grands écarts peuvent alors être constatés en fonction du temps à l'extérieur, près de 40°C mesurés le 21/11 (Figure 88b). L'évolution de l'humidité est corrélée à celle de la température (Figure 88c). Les espaces sur les courbes de données sont dus à des week-ends sans mesures ou à des erreurs d'acquisition de données.

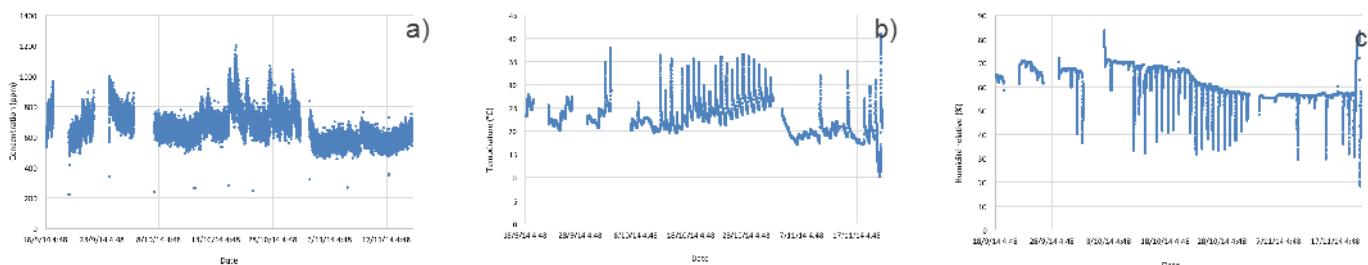


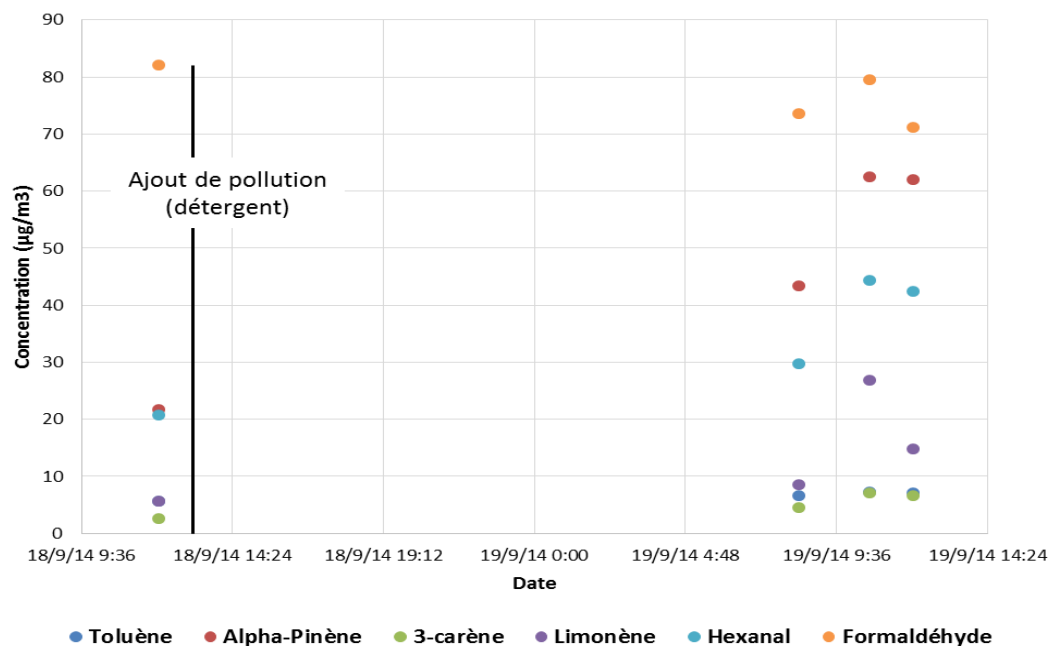
Figure 88 : Evolution des paramètres de confort sur la plate-forme EVALIS lors des essais avec le système E15 – de gauche à droite : concentration en CO<sub>2</sub> (a); température (b); humidité relative (c)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Concentration en CO<sub>2</sub> (a) ; Température (b) ; Humidité relative (c)

### 5.5.3.2 Suivi des concentrations en COVs (composés carbonylés et autres COVs - prélèvements DNPH – TENAX – SPME)

#### Résultats en phase 1 : Plate-forme vide (module sans système/épurateur)

En phase 1 (module sans système/épurateur), une étude SPME (microextraction sur phase solide) a été effectuée pour vérifier les temps de présence de la pollution dans la pièce lors d'un ajout ponctuel de détergent. Au bout de 24 heures, les concentrations augmentent d'autant plus que la température augmente, le 19/9, il faisait 23°C à 9 heures et 34°C à 14 heures (Figure 89).



**Figure 89 :** Evolution de la concentration en polluants (6 COVs), évaluée par SPME, lors d'un ajout ponctuel de pollution dans la plate-forme EVALIS (Phase 1, Tableau 16)

**NB :** Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Toluène (bleu foncé), Alpha-Pinène (rouge), 3-carène (vert), Limonène (violet), Hexanal (bleu ciel), Formaldéhyde (orange)

#### Résultats en phases 2, 3 et 4 : Avec la mise en place de la pollution, système E15 ON/OFF sur 2 jours

La simulation de la pollution, avec la mise en place de matériaux (planches et plinthes en bois) et un ajout de détergent, permet de générer des quantités significatives de formaldéhyde et aussi d'autres COVs (acétaldéhyde, acétone et hexanal) (Figure 90). Leurs concentrations sont similaires à celles mesurées lors des tests de mise au point (Figure 84). Le protocole d'analyses est précisé en Annexe 8.

Avec le système E15 mis en route pendant 2 jours en absence de pollution ajoutée, les concentrations ne diminuent pas pour les différents composés détectés dans la plate-forme EVALIS. En fait les concentrations se maintiennent, voire augmentent sensiblement, par rapport au niveau du bruit de fond (Phase 3, Figure 90). La température moyenne à l'intérieur de la plate-forme passe de 22°C le 24/09 à 25 et 26°C les deux jours suivants. Il est difficile d'imputer les augmentations de concentration des différents composés au système E15 lui-même. Ce sont plutôt les variations de température dans la plate-forme qui sont susceptibles de modifier les émissions des matériaux.

Lors des tests le système E15 est allumé ou arrêté en alternance sur des temps courts (1-2 jours). Deux périodes sont reportées à la Figure 91 : La 1<sup>ère</sup> période (du 1/10 au 3/10) et la 2<sup>ème</sup> période (du 8/10 au 10/10). Le système E15 en fonctionnement a un effet visible sur les concentrations de polluants mesurées, excepté pour le formaldéhyde dont la concentration augmente avec le système allumé (Figure 91 et Figure 92).

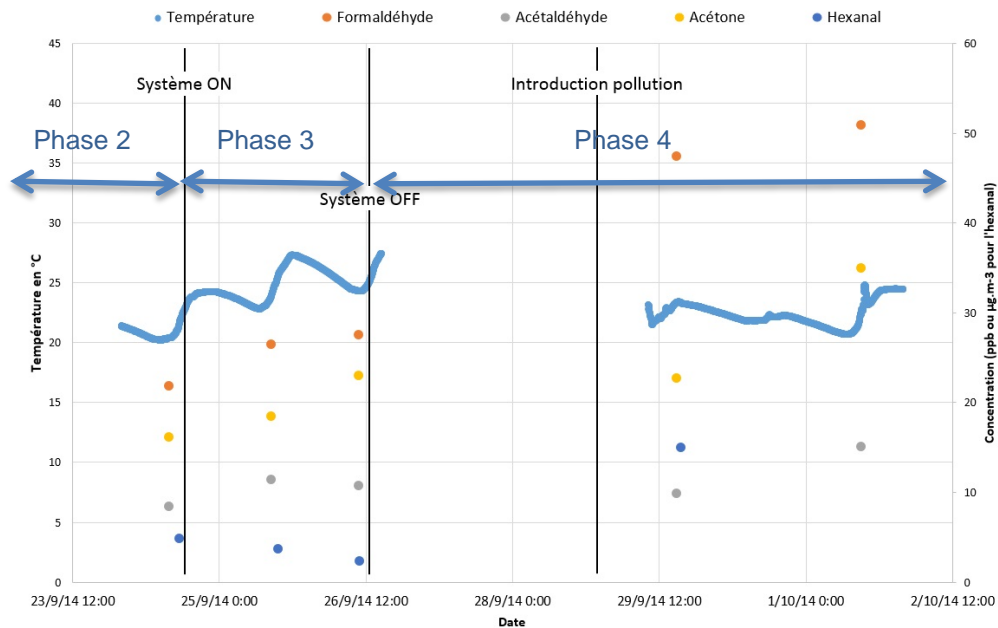


Figure 90 : Suivi des concentrations en formaldéhyde et autres composés carbonylés dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 lors des phases 2, 3 et 4

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel), Formaldéhyde (orange), Acétaldéhyde (gris), Acétone (jaune), Hexanal (bleu foncé)

Résultats en phases 4 et 5 : Avec la mise en place de la pollution, système E15 ON/OFF sur 3 jours

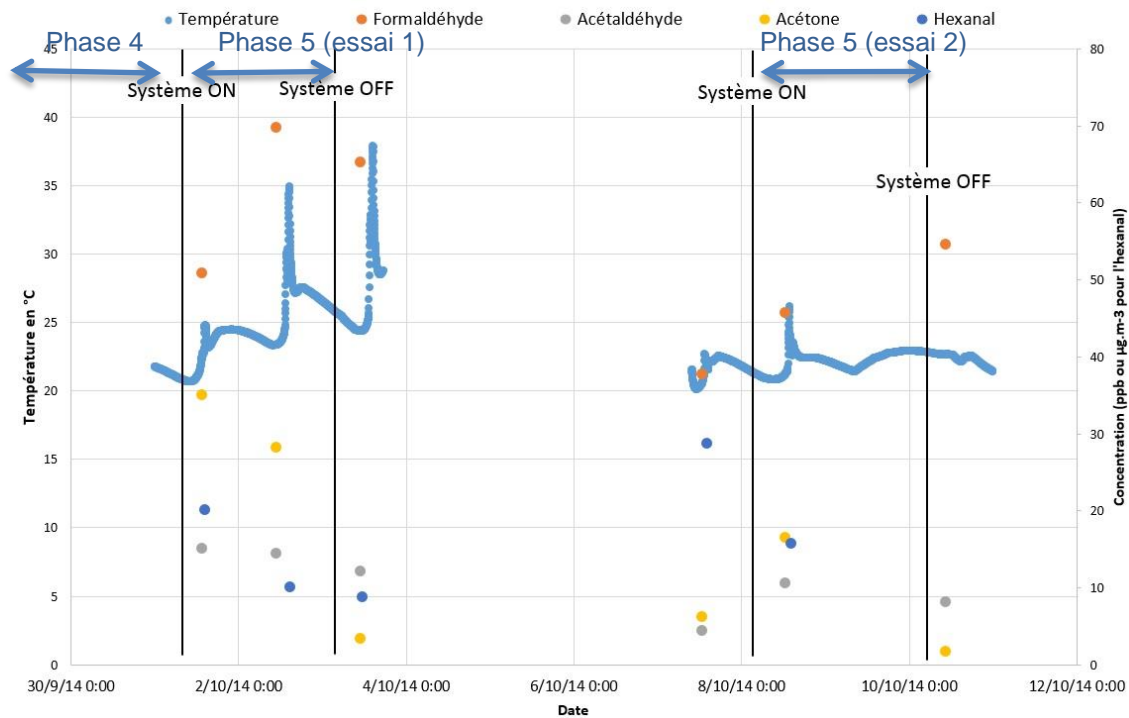
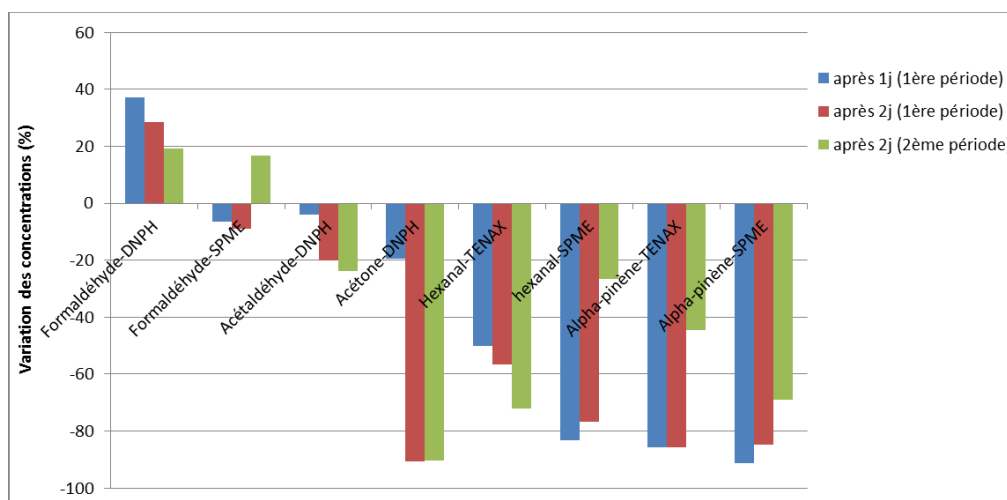


Figure 91 : Suivi des concentrations en formaldéhyde et autres composés carbonylés dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 lors des phases 4 et 5 (essais sur 3 jours - 2 tests)

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel), Formaldéhyde (orange), Acétaldéhyde (gris), Acétone (jaune), Hexanal (bleu foncé)



**Figure 92** : Variation des concentrations des composés majoritaires détectés dans EVALIS avec le système E15 ON, ventilation OFF par les panneaux et plinthes (essais sur 3 jours)

**NB** : Lecture de la figure par polluants/analyse, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde-DNPH ; Formaldéhyde-SPME ; Acétaldéhyde-DNPH ; Acétone-DNPH ; Hexanal -TENAX ; Hexanal-SPME ; Alpha-pinène -TENAX ; Alpha-pinène-SPME. Temps des analyses : après 1 jour sur la 1<sup>ère</sup> période (bleu), après 2 jours sur la 1<sup>ère</sup> période (rouge), après 2 jours sur la 2<sup>ème</sup> période (vert)

### Résultats avec la mise en place de la pollution, système E15 ON sur 1 mois

La deuxième partie des tests a consisté à laisser en continu le système E15 fonctionner pendant 1 mois à l'intérieur de la plate-forme EVALIS (Figure 93 et Figure 94).

Les concentrations en COVs non carbonylés, tels que l'alpha-pinène, diminuent très sensiblement dès la mise en route du système E15 (Figure 93). Un équilibre est atteint au bout du 3<sup>ème</sup> jour de fonctionnement. Cet équilibre évolue par la suite en fonction de la température. L'augmentation de la température induit des émissions plus importantes. L'ajout d'une nouvelle source de pollution (le 12/11) tend à modifier l'équilibre mais celui-ci est rapidement rétabli. L'analyse spécifique des composés carbonylés est reportée à la Figure 94 (Formaldéhyde, acétaldéhyde, acétone et hexanal). Comme lors des essais sur 2 ou 3 jours, suite à la mise en route du système E15, la concentration en formaldéhyde augmente alors que les autres composés carbonylés restent stables ou diminuent. L'équilibre des concentrations est obtenu au bout de trois jours. Cet équilibre évolue par la suite sous l'influence de certaines conditions expérimentales (la température, notamment). Entre le 20 et le 21 octobre, la température moyenne est en baisse (début du test) mais la concentration en formaldéhyde augmente sensiblement. En conséquence, il y a une transformation transitoire des polluants en formaldéhyde avec le système E15 en fonctionnement. La concentration en formaldéhyde passe de 78 à 84  $\mu\text{g m}^{-3}$  d'air au maximum. Pour les essais en enceinte, le formaldéhyde ajouté soit en une fois (Figure 45) soit en continu (Figure 71), a été correctement éliminé par le système E15. Cela semble donc plus difficile à réaliser en conditions réelles d'utilisation.

La Figure 95 présente les variations de concentration mesurées au cours du test. L'effet épuratoire du système E15 en fonctionnement est visible sur la plupart des composés (mais dans une moindre mesure pour le formaldéhyde). Dans la plate-forme EVALIS, le formaldéhyde est émis en continu par les matériaux bois. Le formaldéhyde provient également d'une dégradation photocatalytique avérée des autres composés. Cela implique donc des concentrations temporelles en polluants très élevées qui sont difficilement traitées par le système E15 (Figure 93). Cette expérimentation démontre également l'influence de la température et de l'ensoleillement sur la modification de cet équilibre.

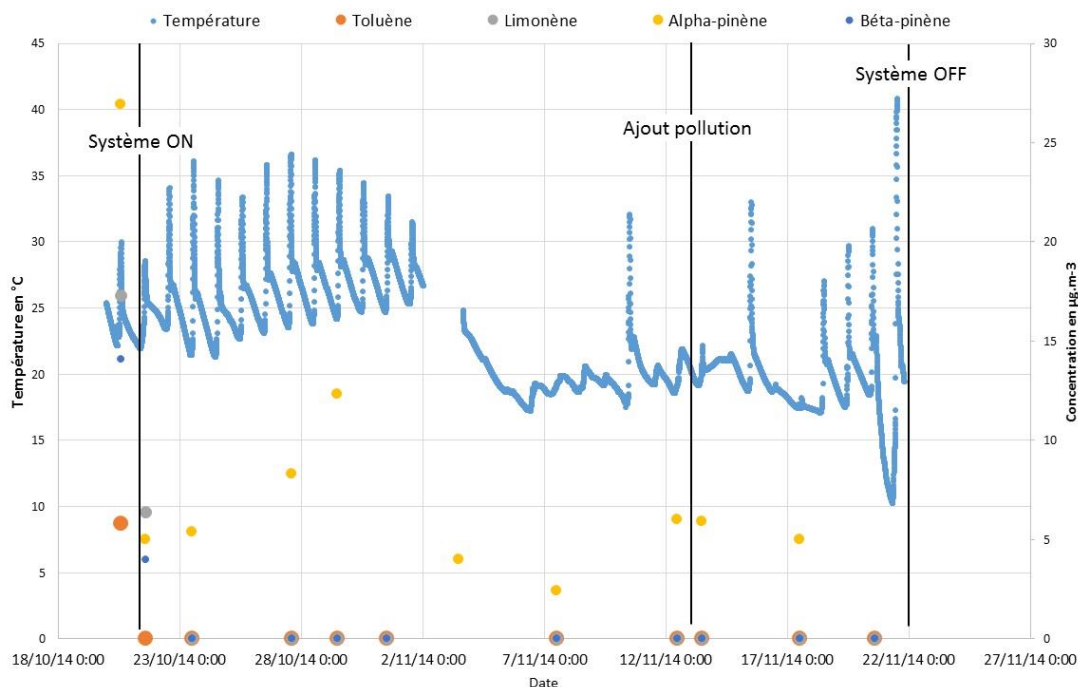


Figure 93 : Suivi des concentrations de divers COVs dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 (essai sur 1 mois)

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel), Toluène (orange), Limonène (gris), Alpha-pinène (jaune), Beta-pinène (bleu foncé)

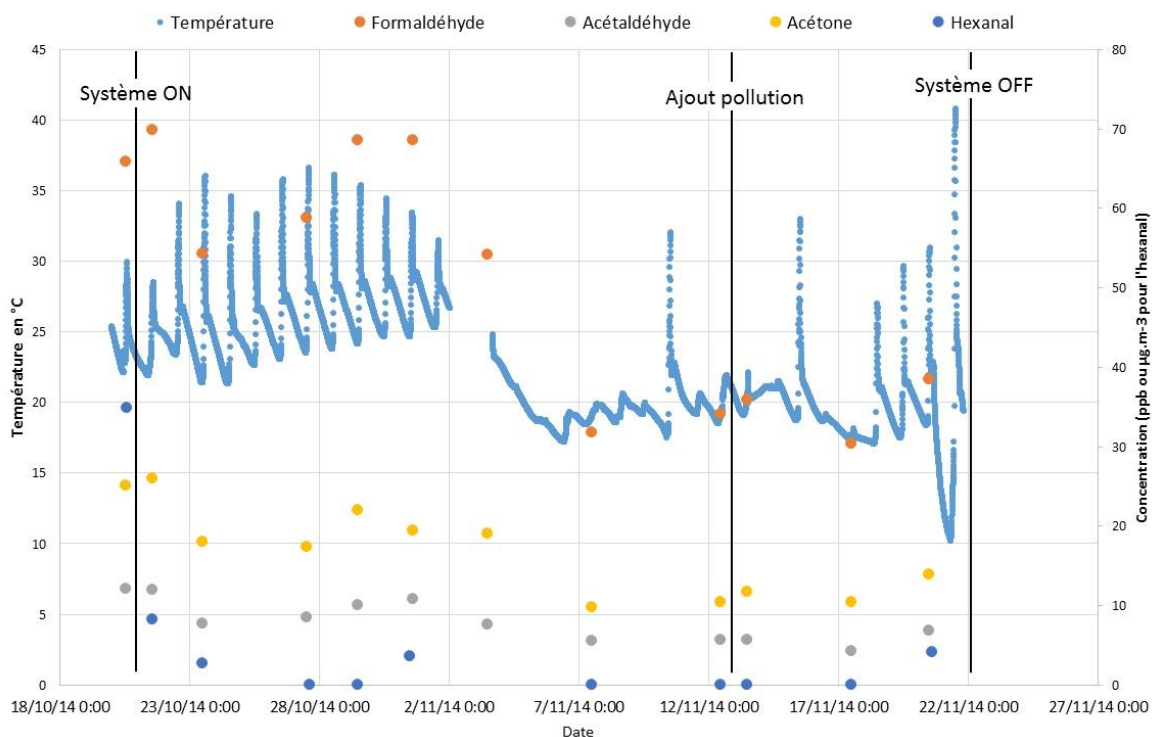
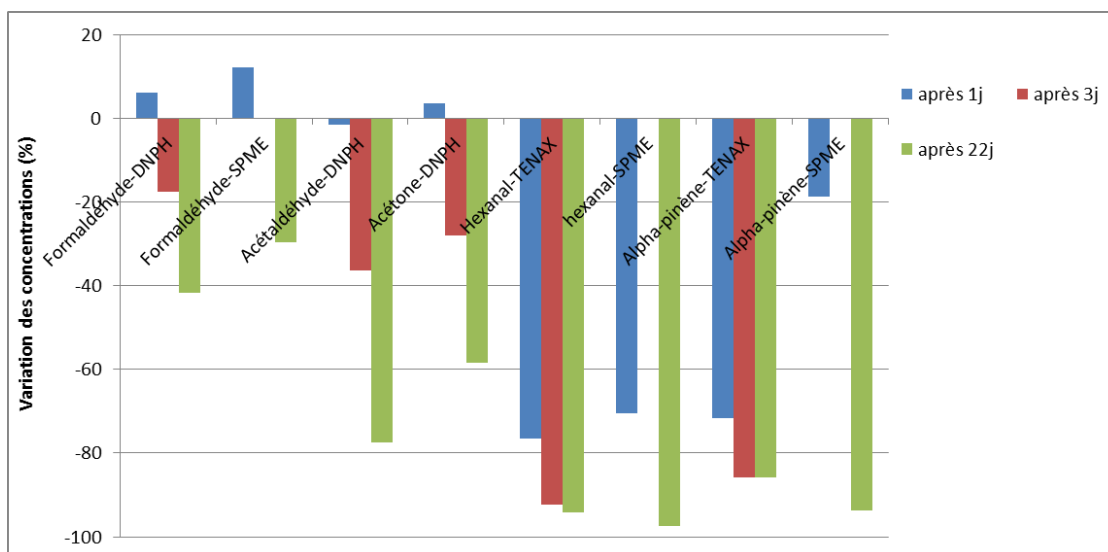


Figure 94 : Suivi des concentrations en COVs en présence du système E15 dans la plate-forme EVALIS (essai sur 1 mois)

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel), Formaldéhyde (orange), Acétaldéhyde (gris), Acétone (jaune), Hexanal (bleu foncé)



**Figure 95** : Variation des concentrations en COVs (composés majoritaires) détectés dans la plate-forme EVALIS avec le système E15 allumé (mode ON), ventilation éteinte (mode OFF) (essai sur 1 mois)

**NB** : Lecture de la figure par polluants/analyse, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde-DNPH ; Formaldéhyde-SPME ; Acétaldéhyde-DNPH ; Acétone-DNPH ; Hexanal -TENAX ; Hexanal-SPME ; Alpha-pinène -TENAX ; Alpha-pinène-SPME. Temps des analyses : après 1 jour (bleu), après 3 jours (rouge), après 22 jours (vert)

### 5.5.3.3 Quantifications des nanoparticules avec le système E15

#### Paramètres pour les mesures par ELPI

Les mesures sont explicitées en détail en Annexe 9.

#### Quantification des nanoparticules réalisée au bout de 6 jours de fonctionnement continu du système E15

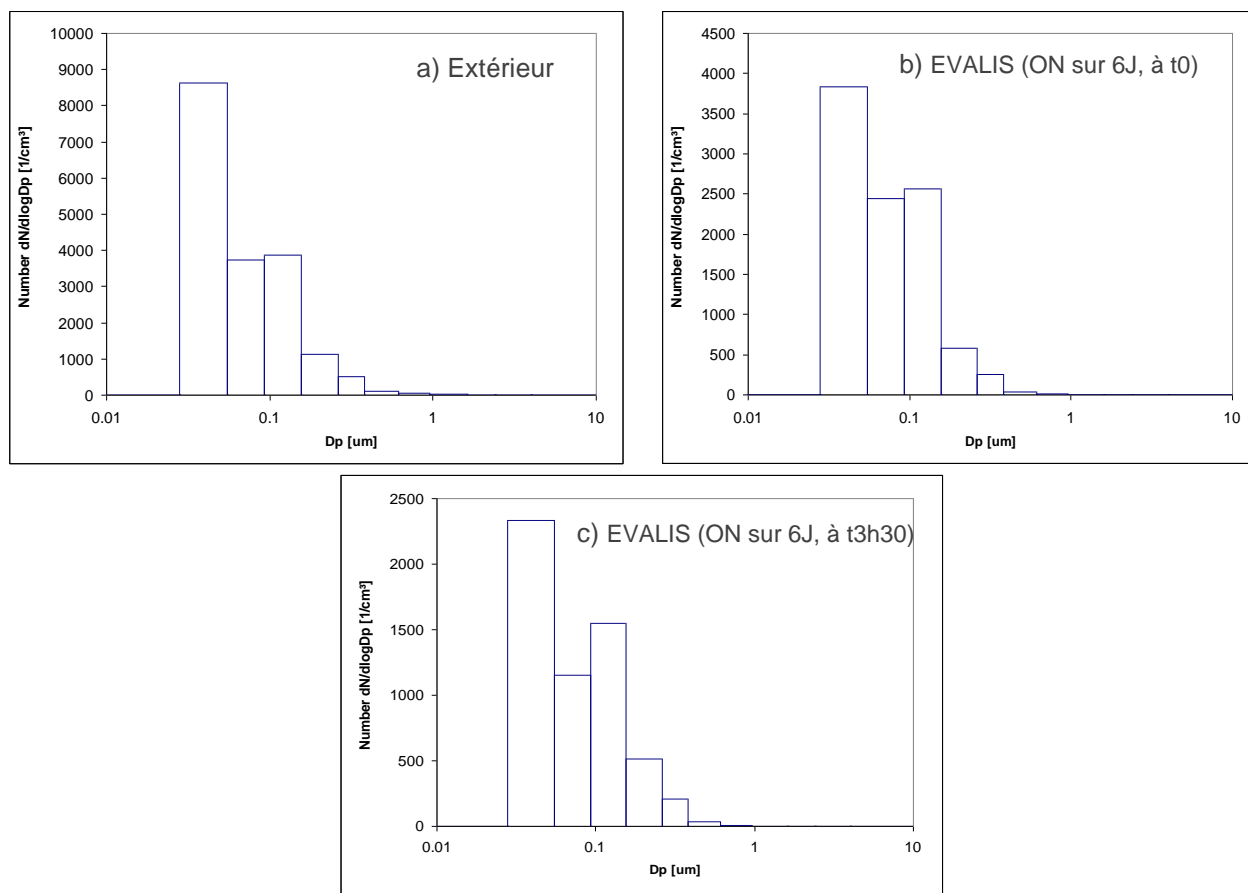
Il n'a pas été possible de faire des prélèvements avant la mise en route du système E15. Avant l'introduction du système, la plate-forme a été aérée complètement pendant plusieurs jours (ouverture des portes et fenêtres). La concentration en particules avant le démarrage de l'essai dans la plate-forme EVALIS correspond donc à la concentration en particules à l'extérieur de la plate-forme (Figure 96a).

Après 6 jours de fonctionnement en continu du système 15, la quantité de nanoparticules mesurée à l'extérieur de la plate-forme (Figure 96a) est supérieure à la quantité collectée à l'intérieur (Figure 96b). De plus, entre le début des mesures ( $t_0$ ) et la fin des mesures (3h30, Figure 96c), il y a une diminution significative de la quantité de nanoparticules mesurée dans la plate-forme avec le système E15 en fonctionnement.

#### Quantification des nanoparticules réalisée au bout de 30 jours de fonctionnement en continu du système E15

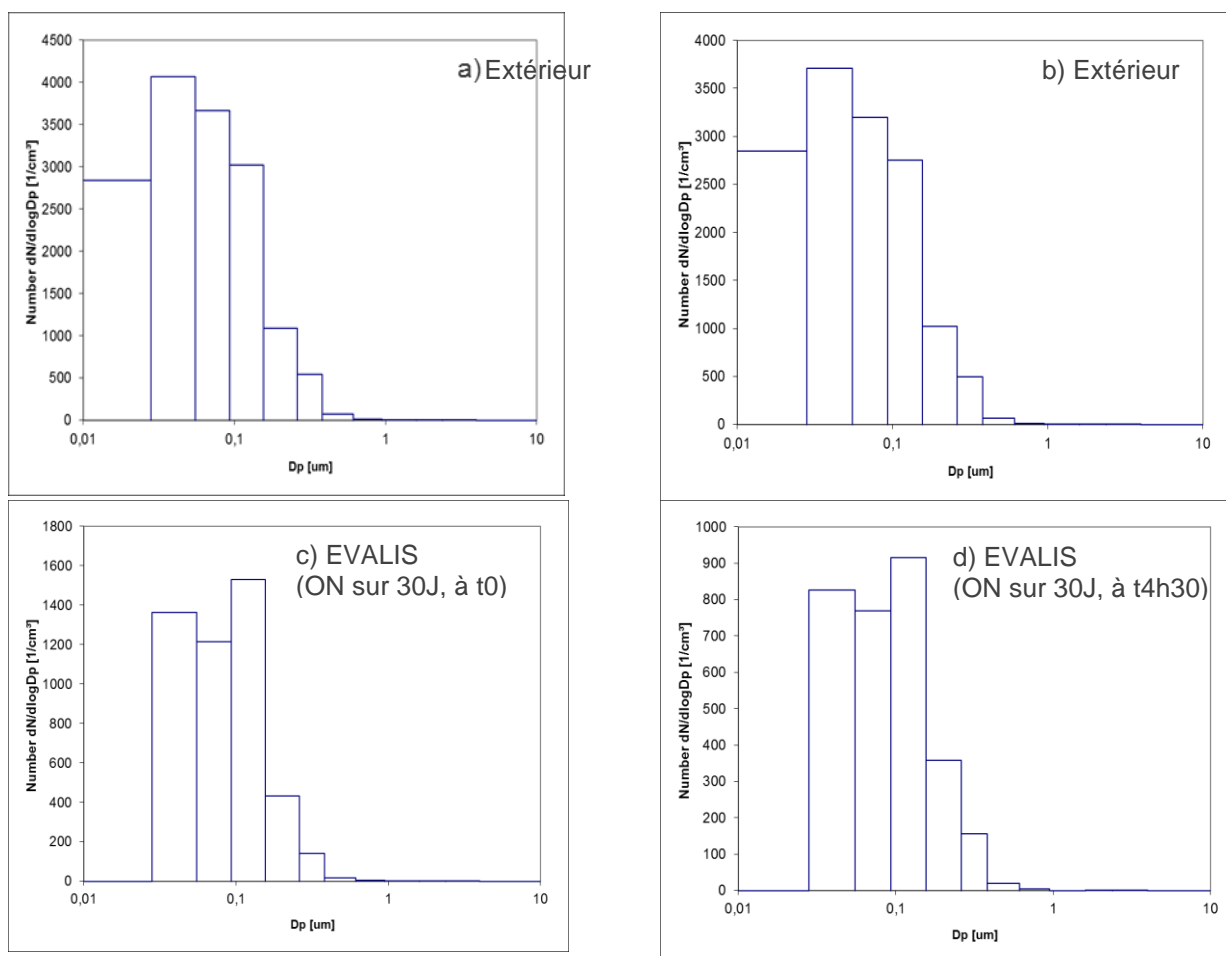
Après 30 jours de fonctionnement en continu du système E15 dans la plate-forme EVALIS, la quantité de nanoparticules mesurée à l'extérieur de la plate-forme (Figure 97a et b) est supérieure à la quantité collectée à l'intérieur. On constate toujours une diminution significative de la quantité de nanoparticules mesurée dans la plate-forme avec le système en fonctionnement, entre le début des mesures ( $t_0$ , Figure 97c) et la fin des mesures (4h30, Figure 97d).

La quantité totale de nano et microparticules mesurée avec le système E15 dans la plate-forme EVALIS à 30 jours de fonctionnement en continu (Figure 97d) est inférieure à celle mesurée après 6 jours (Figure 96c). Le système E15 est équipé d'un pré-filtre à particules type G4 et d'un filtre HEPA H10 ce qui peut expliquer cette diminution des nano et microparticules à l'intérieur de la plate-forme avec le système en fonctionnement et avec une aération à l'arrêt (mode OFF).



**Figure 96** : Quantification des nano et microparticules par ELPI après 6 jours de fonctionnement du système E15 dans la plate-forme EVALIS

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite et de haut en bas : Avec de l'air pris à l'extérieur d'EVALIS (a) ; Avec de l'air pris dans la plate-forme EVALIS système ON,  $t_0$  (b) et système ON,  $t_{3h30}$  (c)



**Figure 97 :** Quantification des nano et microparticules par ELPI après 30 jours de fonctionnement du système E15

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite et de haut en bas : Avec de l'air pris à l'extérieur d'EVALIS au cours de deux essais (a) et (b) ; Avec de l'air pris dans la plate-forme EVALIS système ON,  $t_0$  (c) et système ON,  $t_{4h30}$  (d)

### Quantification du titane dans les prélèvements totaux de nanoparticules

En accord avec les mesures ELPI (Figure 96, Figure 97), la teneur en titane analysé sur des prélèvements totaux de nano et microparticules est inférieure à l'intérieur de la plate-forme EVALIS (avec le système E15 ON) comparée à des échantillons prélevés à l'extérieur de la plate-forme EVALIS (Tableau 17).

	Ti <sup>46</sup> ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )	Ti <sup>47</sup> ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )	Ti <sup>48</sup> ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )	Ti <sup>49</sup> ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )
Evalis extérieur à t= 6 jours (27/10)	$9,9 \cdot 10^{-2}$	$9,0 \cdot 10^{-2}$	$9,7 \cdot 10^{-2}$	$9,3 \cdot 10^{-2}$
Evalis intérieur à t= 6 jours (27/10)	$6,6 \cdot 10^{-2}$	$5,5 \cdot 10^{-2}$	$6,9 \cdot 10^{-2}$	$5,5 \cdot 10^{-2}$
Evalis extérieur à t= 30 jours (20/11)	$1,5 \cdot 10^{-1}$	$1,4 \cdot 10^{-1}$	$1,5 \cdot 10^{-1}$	$1,4 \cdot 10^{-1}$
Evalis intérieur à t= 30 jours (20/11)	$9,3 \cdot 10^{-2}$	$9,9 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-1}$	$9,7 \cdot 10^{-2}$

Tableau 17 : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules dans la plate-forme EVALIS avec le système E15

## 5.6 Essais réalisés avec le système E15 dans la plate-forme BEF

### 5.6.1 Déroulement de l'essai – système E15/BEF

Le système E15 (déjà testé en laboratoire puis dans la plate-forme EVALIS) est équipé pour les essais dans la plate-forme BEF d'une lampe, d'un filtre et d'un réacteur photocatalytique qui sont vieillis pendant 4 mois.

Le contrôle de l'irradiance de la lampe UVC est réalisé avant la mise en service du système E15 dans la plate-forme BEF. Le niveau d'irradiance n'a pas diminué. Il est même supérieur à celui mesuré pour la lampe neuve (Tableau 7) ce qui souligne la bonne stabilité de ce type de lampe dans le temps ( $9,4 \text{ mW cm}^{-2}$  dans la gamme 200-300 nm).

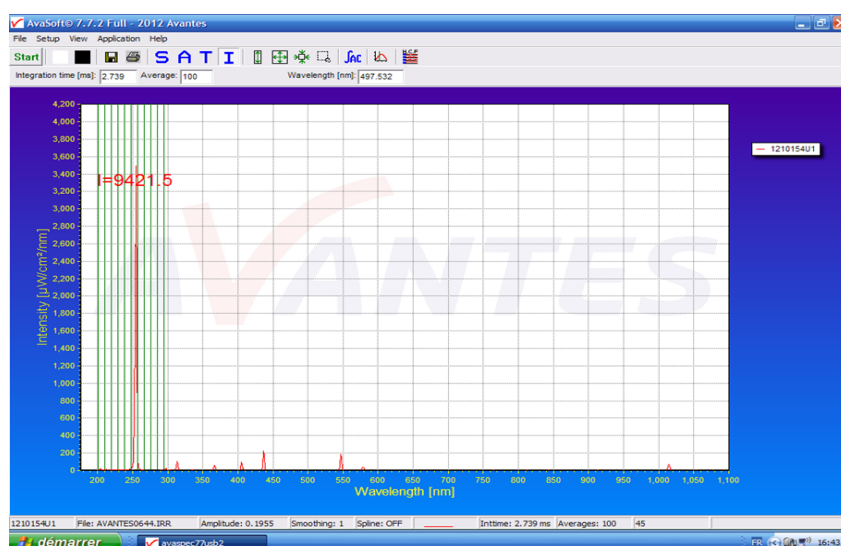


Figure 98 : Mesure d'irradiance de la lampe UVC après 4 mois de fonctionnement pour le système E15 vieilli

### 5.6.2 Organisation et phases de l'essai (système E15/BEF)

Les phases suivies dans l'étude SafePHOTOCAT pour l'essai dans la plate-forme BEF/système E15 sont définies dans le Tableau 18. La plate-forme BEF est déjà aménagée complètement avec des panneaux OSB, il n'y a donc pas de matériau bois supplémentaire rajoutés pour générer une pollution.

N° PHASE	DESCRIPTION	DATE de réalisation
Phase 1	La cellule est vide, cela constitue la référence	22/07/2015 23/07/2015
Phase 2	Mise en place du système dans la cellule	23/07/2015 24/07/2015
Phase 3	Période de fonctionnement du système	24/07/2015 27/07/2015

Tableau 18 : Les phases de l'étude avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF

### 5.6.3 Principaux résultats avec le système E15/BEF

#### 5.6.3.1 Suivi des paramètres de confort

Les mesures pour les différents paramètres de confort ( $\text{CO}_2$ , température et humidité relative) lors de l'essai avec le système E15 sont illustrées à la Figure 99.

La concentration en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) est élevée dans la pièce (du fait de la présence de travaux de construction d'un bâtiment jouxtant le module BEF). Les concentrations en  $\text{CO}_2$  mesurées à l'extérieur du module BEF sont en moyenne de 1000 ppm (les variations sont comprises entre 600 et 1400 ppm le premier jour, entre 600 et 1200 ppm le second jour et, entre 700 et 1300 ppm le dernier jour). Par contre, la concentration en  $\text{CO}_2$  à l'intérieur du module BEF reste stable durant toute la durée du test (Figure 99a). Un pic de concentration en  $\text{CO}_2$  est détecté qui est dû en fait à la présence de plusieurs personnes dans la pièce lors de la mise en place de l'appareil E15 (sur 15 minutes environ). La température et l'humidité relative sont aussi stables sur la durée du test (Figure 99b et c).

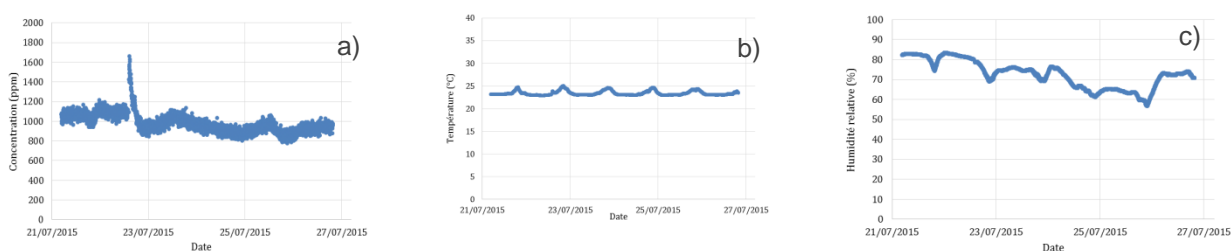


Figure 99 : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme BEF lors des essais avec le système E15 vieilli

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Concentration en  $\text{CO}_2$  (a) ; Température (b) ; Humidité relative (c)

#### 5.6.3.2 Suivi des concentrations en COVs (composés carbonylés et autres COVs - prélèvements DNPH-TENAX)

Avec le système E15 neuf, des résultats d'abattelements satisfaisants pour tous les composés COVs, excepté pour le formaldéhyde, avaient déjà été obtenus lors d'essais réalisés dans la plate-forme EVALIS (cf. 5.5.3.2).

Les résultats d'abattement sont également satisfaisants pour la majorité des composés les plus lourds (par exemple, alpha-pinène et hexanal) après 3 jours de fonctionnement en continu du système E15 vieilli pendant 4 mois dans la plate-forme BEF (Figure 101). Cette fois encore, il n'y a pas d'action significative du système E15 pour épurer l'air en COVs les plus légers (Figure 100), notamment le formaldéhyde et l'acétaldéhyde, et le pourcentage d'élimination de

l'acétone reste faible. La concentration en formaldéhyde passe de 15 à 20  $\mu\text{g m}^{-3}$  au maximum. Les pourcentages d'élimination des différents COVs sur une semaine sont montrés à la Figure 102.

Il n'a pas été possible de poursuivre le test pour des durées plus longues de traitement avec le système E15 vieilli.

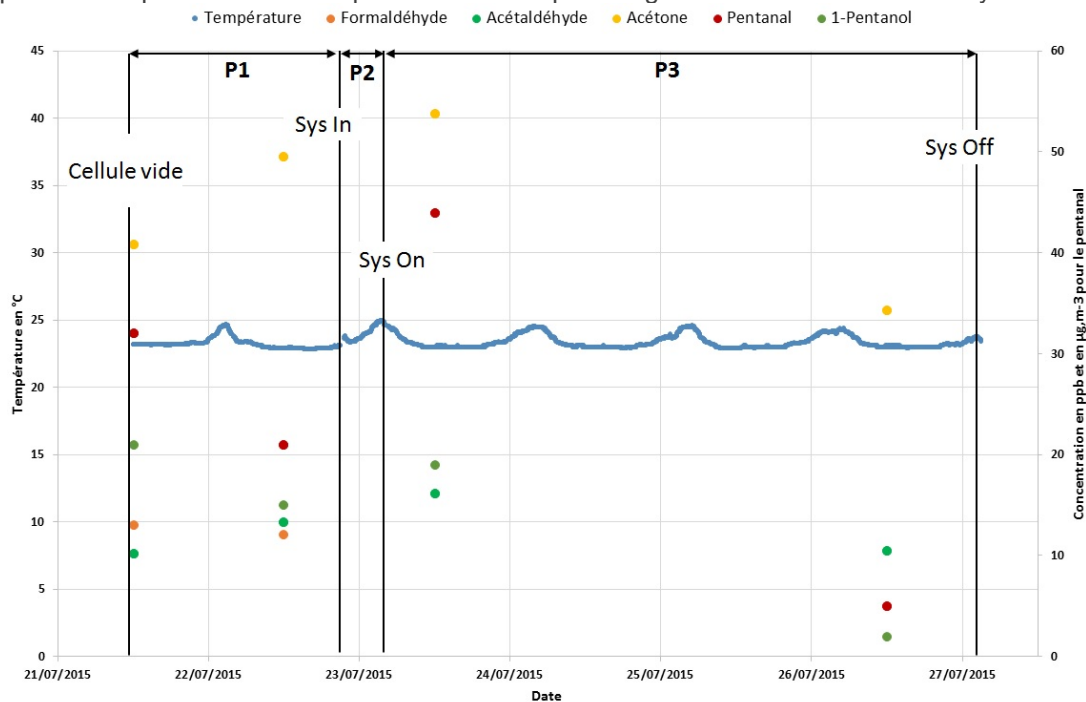


Figure 100 : Analyses des composés carbonyles C<6> avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF

**NB :** Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel/tracé) ; Formaldéhyde (orange) ; Acétaldéhyde (vert) ; Acétone (jaune) ; Pentanal (rouge) ; 1-Pentanol (violet)

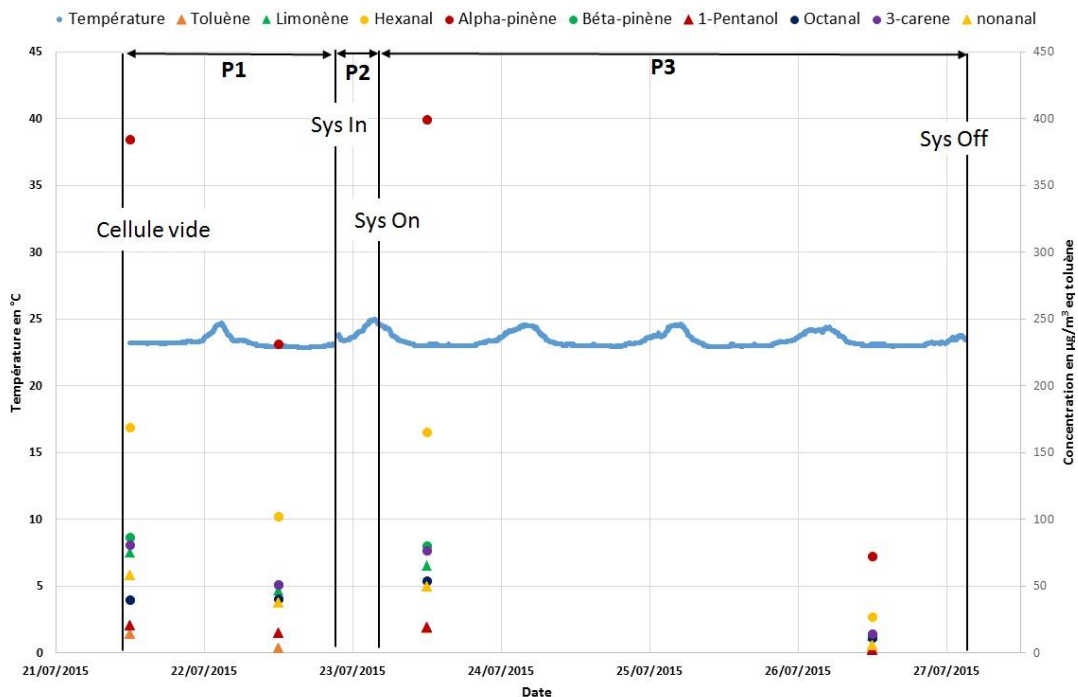
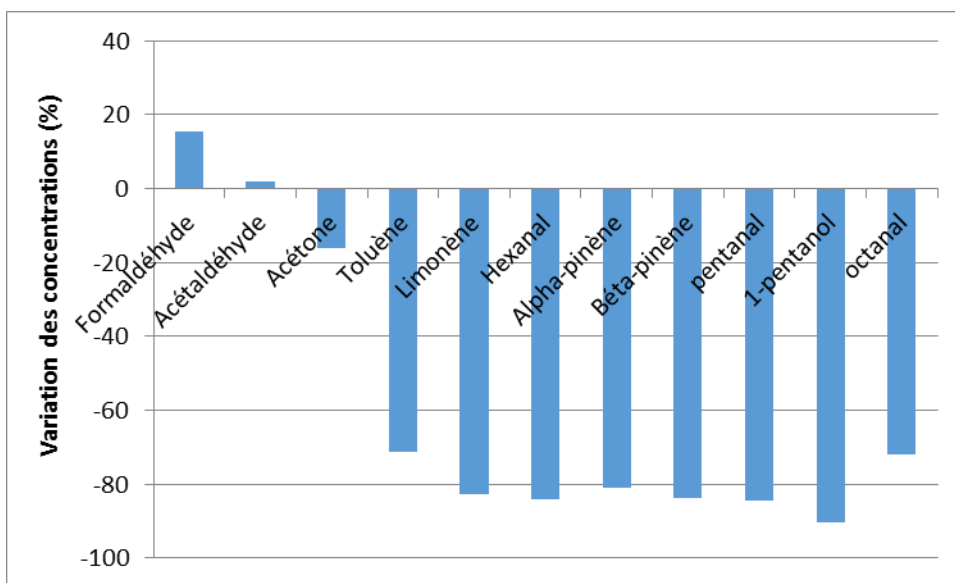


Figure 101 : Analyses des autres COVs C>5 majoritaires avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF

**NB :** Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel/tracé) ; Toluène (orange/triangle) ; Limonène (vert/triangle) ; Hexanal (jaune/point) ; Alpha-pinène (rouge/point) ; Béta-pinène (vert/point) ; 1-Pentanol (rouge/triangle) ; Octanal (bleu/point) ; 3-carène (violet/point) ; nonanal (jaune/triangle)



**Figure 102 :** Variation des concentrations des composés majoritaires (COVs) détectés après 3 jours de fonctionnement avec le système E15 vieilli (en mode ON) dans la plate-forme BEF (essai sur 1 semaine)

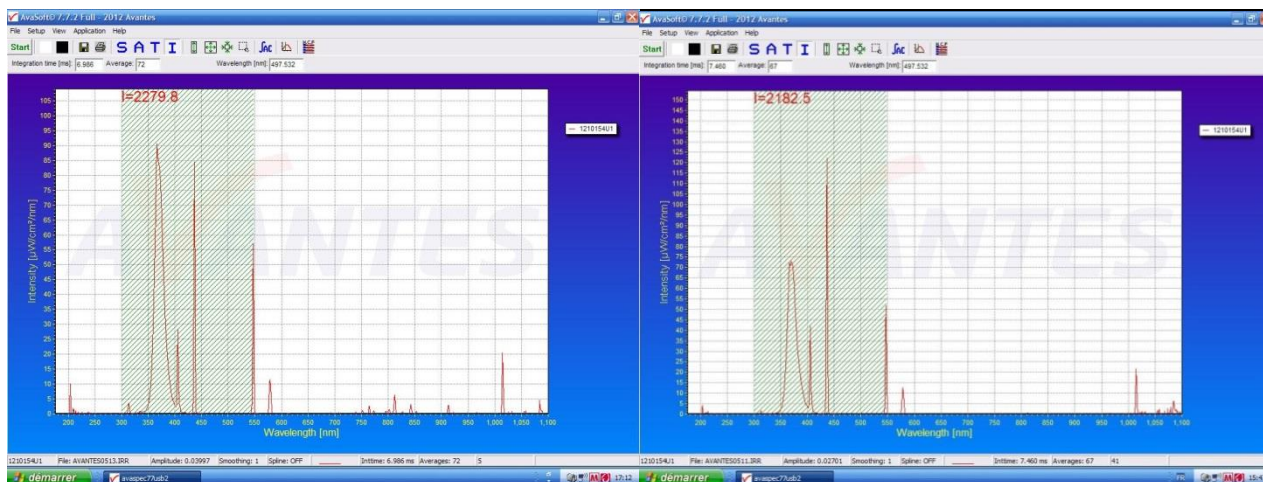
**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Formaldéhyde ; Acétaldéhyde ; Acétone ; Toluène ; Limonène ; Hexanal ; Alpha-pinène ; Pentanal ; 1-pentanol ; Octanal

## 5.7 Essais réalisés avec le système E8 dans la plate-forme EVALIS

### 5.7.1 Déroulement de l'essai – système E8/EVALIS

Le système E8 qui a déjà fonctionné en continu pendant 4 mois au laboratoire est installé cette fois dans la plate-forme EVALIS sans remplacement des lampes ni du media photocatalytique.

Le contrôle de l'irradiance (ou intensité lumineuse) des deux lampes UVA est réalisé avant la mise en service du système dans la plate-forme EVALIS (Figure 103). L'intensité lumineuse, mesurée au début du test, s'élève à 2,2 mW cm<sup>-2</sup> dans la gamme de longueur d'onde 300-550 nm pour les 2 lampes qui sont placées en bas et en haut dans le système (Tableau 5).



**Figure 103 :** Mesures d'irradiance des lampes UVA du système E8 dans la plate-forme EVALIS après un fonctionnement pendant 4 mois

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Lampe en bas (graphe de gauche) ; Lampe en haut (graphe de droite)

Les différents paramètres analysés au cours du test sont les mêmes que précédemment (§ 5.2). L'étude est menée sur une courte durée (19 jours) avant le démontage de la plate-forme EVALIS en respectant le phasage défini dans le Tableau 19.

N° PHASE	DESCRIPTION	DATE de réalisation
Phase 1	Introduction du système d'épuration dans le module. Le système n'est pas en fonctionnement	24/11-26/11/2014
Phase 2	Mise en route du système	27/11-28/11/2014
Phase 3	Système OFF, introduction de la pollution simulée par des planches et plinthes	28/11-3/12/2014
Phase 4	Mise en route du système	3/12-12/12/2014

Tableau 19 : Les phases de l'étude avec le système E8 dans la plate-forme EVALIS

## 5.7.2 Principaux résultats avec le système E8/EVALIS

### 5.7.2.1 Suivi des paramètres de confort

La concentration en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) reste stable, c'est-à-dire proche de 600 à 800 ppm. Lors de cet essai, aucun personnel n'a pénétré dans la pièce ce qui explique une bonne stabilité des concentrations en  $\text{CO}_2$ . Les températures et l'humidité sont dépendantes du temps extérieur, comme précédemment dans les autres essais. La cellule EVALIS est naturellement ventilée et n'est pas thermo-régulée. Les températures augmentent lors d'un fort ensoleillement ce qui provoque une chute de l'humidité relative (Figure 104).

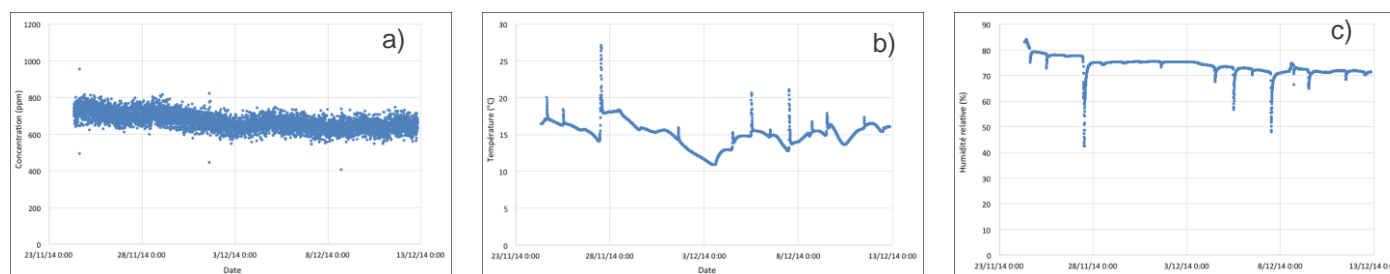


Figure 104 : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme EVALIS lors des essais avec le système E8

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Concentration en  $\text{CO}_2$  (a) ; Température (b) ; Humidité relative (c)

### 5.7.2.2 Suivi des concentrations en COVs (composés carbonylés et autres COVs - prélèvements DNPH- TENAX- SPME)

Résultats en phases 1 à 4 (Figure 105 et Figure 106)

La durée de l'essai dans la plate-forme EVALIS est plus courte que prévu avec le système E8 (comparé aux essais avec le système E15) car le module EVALIS a dû être démonté pour permettre la construction d'une nouvelle plate-forme BEF.

Les concentrations en COVs mesurées avec le système E8 sont plus faibles que celles obtenues pour l'essai précédent avec l'épurateur E15. Les températures sont plus faibles, d'où une émission de polluants plus faible par les matériaux.

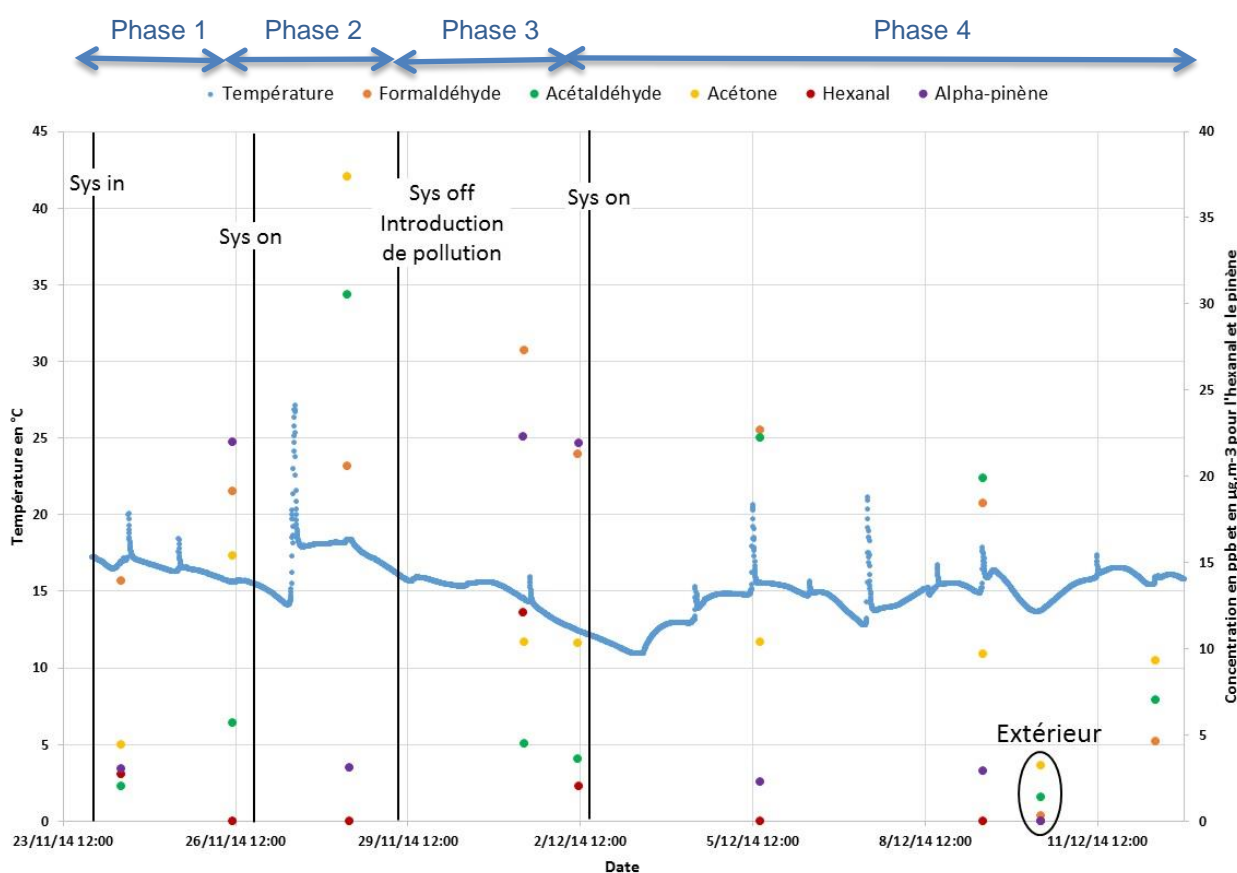
En début de campagne (phase 1), les concentrations en polluants augmentent probablement parce que la cellule/plate-forme avait été préalablement fortement ventilée. L'allumage de l'appareil E8 (phase 2) tend, d'une part à diminuer la concentration en alpha-pinène, et d'autre part à augmenter nettement les concentrations en acétone et en acétaldéhyde

(désorption possible de l'appareil). Par contre, les concentrations en formaldéhyde et en hexanal ne sont pas impactées par l'allumage du système. La durée très courte de la phase 2 ne permet pas de conclure définitivement à un effet positif du système E8 sur la réduction de la pollution.

Lors de l'arrêt de l'appareil E8 et l'ajout de la pollution (phase 3), les concentrations en polluants retrouvent globalement les valeurs de la fin de la phase 1 après quelques jours d'équilibration.

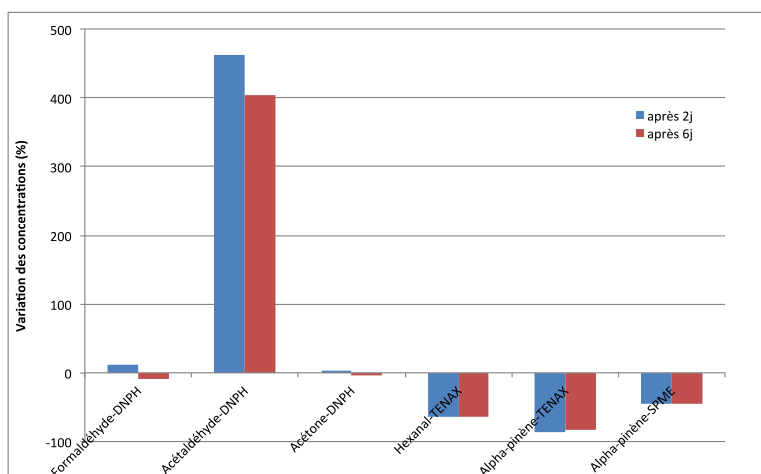
En phase 4, l'allumage de l'appareil E8 provoque, comme en phase 2, une forte hausse de la concentration en acétaldéhyde et une hausse plus modérée de la concentration en formaldéhyde. Cependant, leurs concentrations diminuent ensuite progressivement. Au contraire, les concentrations en hexanal et en alpha-pinène diminuent dès la mise en route du système E8, tandis que la concentration en acétone reste stable.

**Globalement, l'épurateur E8 a donc un effet significatif et rapide sur les COVs les plus lourds (alpha-pinène et hexanal, Figure 106). Pour les composés organiques volatils plus légers (formaldéhyde et acétone notamment), l'efficacité du système E8 est très faible** et ne se manifeste qu'après plusieurs jours d'utilisation. **Les concentrations en acétaldéhyde restent à un niveau très élevé.** Les concentrations varient au cours de l'expérience entre une valeur initiale et une valeur maximum, respectivement de 25 à 28  $\mu\text{g m}^{-3}$  (pour le formaldéhyde), de 7 à 40  $\mu\text{g m}^{-3}$  (pour l'acétaldéhyde) et de 24 à 25  $\mu\text{g m}^{-3}$  (pour l'acétone). Cependant, les mesures de concentrations pour ces 3 composés légers sont fortement impactés par les écarts de température ce qui ne permet pas de conclure définitivement sur ces résultats.



**Figure 105 :** Suivi des concentrations en COVs dans la plate-forme EVALIS lors des phases 2, 3 et 4 avec le système E8 (essai sur 19 jours)

**NB :** Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel/tracé) ; Formaldéhyde (orange) ; Acétaldéhyde (vert) ; Acétone (jaune) ; Hexanal (rouge) ; Alpha-pinène (violet)



**Figure 106 :** Variation des concentrations des composés majoritaires détectés avec le système E8 (mode ON, ventilation OFF) par des panneaux et plinthes dans la plate-forme EVALIS

**NB :** Lecture de la figure par polluants/analyse, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde-DNPH ; Acétaldéhyde-DNPH ; Acétone-DNPH ; Hexanal-TENAX ; Alpha-pinène-TENAX ; Alpha-pinène-SPME. Temps d'analyses : après 2 jours (bleu), après 6 jours (rouge)

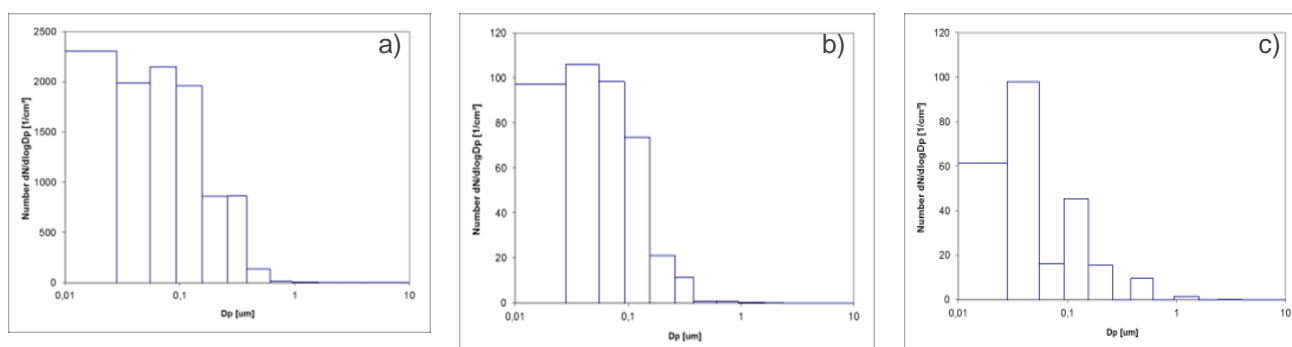
### 5.7.2.3 Quantification des nanoparticules avec le système E8

#### Paramètres pour les mesures par ELPI

Les mesures sont explicitées en détail en Annexe 9.

#### Quantification réalisée au bout de 7 jours de fonctionnement continu du système E8

Après 7 jours de fonctionnement en continu du système E8, la quantité de nanoparticules mesurée à l'extérieur de la plate-forme EVALIS est supérieure à la quantité collectée à l'intérieur (Figure 107a). De plus, il y a une tendance à la baisse significative de la quantité de nanoparticules mesurée dans la plate-forme EVALIS avec le système E8 en fonctionnement entre le début des mesures ( $t_0$ , Figure 107b) et la fin des mesures (3h, Figure 107c).



**Figure 107 :** Quantification des nano et microparticules par ELPI après 7 jours de fonctionnement du système E8

**NB :** Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Dans l'air à l'extérieur d'EVALIS (a) ; Dans l'air de la plate-forme EVALIS : Système ON,  $t_0$  (b) ; Système ON,  $t_{3h}$  (c)

#### Quantification du titane sur des prélèvements totaux de nanoparticules

Les quantités de titane sont légèrement supérieures dans les prélèvements d'air réalisés à l'intérieur de la plate-forme EVALIS au bout de 5 jours de fonctionnement en continu du système E8 par rapport aux mesures initiales (Tableau 20). Cependant, ces mesures restent du même ordre de grandeur que celles obtenues lors de l'essai avec le système E15 (Tableau 17).

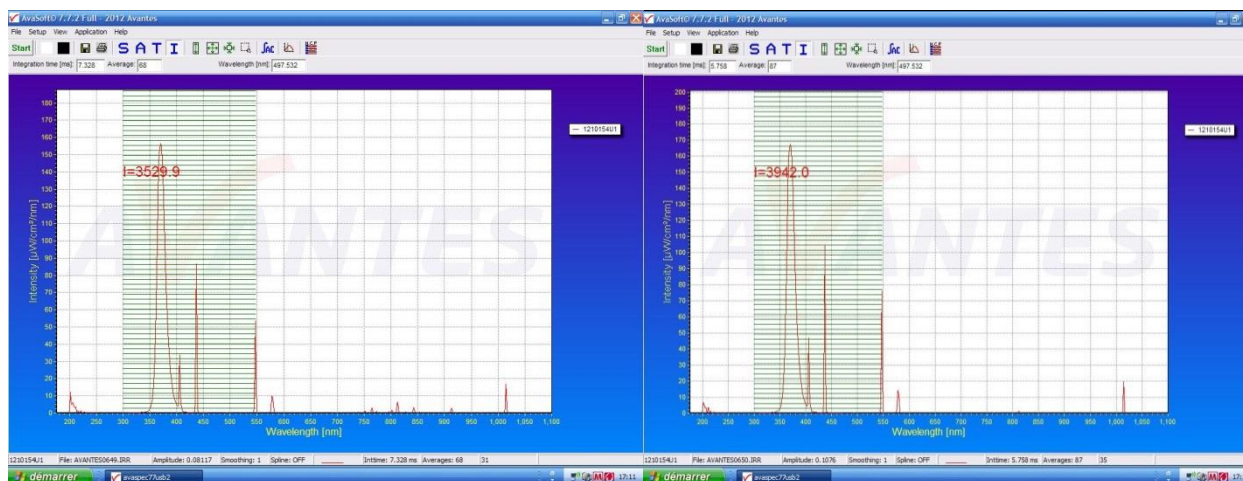
	Ti <sup>46</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>47</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>48</sup> (µg m <sup>-3</sup> )	Ti <sup>49</sup> (µg m <sup>-3</sup> )
<b>Evalis extérieur système OFF (26/11)</b>	8,9 10 <sup>-2</sup>	6,0 10 <sup>-2</sup>	6,9 10 <sup>-2</sup>	6,2 10 <sup>-2</sup>
<b>Evalis intérieur système OFF (26/11)</b>	5,9 10 <sup>-2</sup>	5,2 10 <sup>-2</sup>	8,9 10 <sup>-2</sup>	5,3 10 <sup>-2</sup>
<b>Evalis intérieur système ON depuis 5 jours (10/12)</b>	1,8 10 <sup>-1</sup>	1,7 10 <sup>-1</sup>	1,8 10 <sup>-1</sup>	1,7 10 <sup>-1</sup>

**Tableau 20** : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules dans la plate-forme EVALIS avec le système E8

## 5.8 Essais réalisés avec le système E8 dans la plate-forme BEF

### 5.8.1 Déroulement de l'essai – système E8/BEF

Le système E8, qui a été testé au laboratoire puis dans la plate-forme EVALIS, est à présent équipé pour les essais dans la plate-forme BEF d'une lampe, d'un filtre et d'un réacteur photocatalytique neufs. Un contrôle de l'irradiance de la lampe UVA est réalisé avant la mise en service du système E8 dans la plate-forme BEF. L'irradiance mesurée au début du test/BEF est comprise entre 3,5 et 4,0 mW/cm<sup>2</sup> dans la gamme 300-550 nm pour les deux lampes (Figure 108). Ce niveau d'irradiance est donc supérieur aux valeurs mesurées pour le test en plate-forme EVALIS (Figure 103).



**Figure 108** : Mesures d'irradiance des lampes UVA du système E8 vieilli dans la plate-forme BEF après 4 mois de fonctionnement (système équipé de lampes et média neufs pour le test)

**NB** : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Lampe en bas (graphe de gauche) ; Lampe en haut (graphe de droite)

### 5.8.2 Organisation et phases de l'essai (système E8/BEF)

L'étude est menée sur une longue durée après la mise en place de la nouvelle plate-forme BEF, en respectant le phasage défini dans le Tableau 21. La plate-forme BEF est aménagée complètement avec des panneaux OSB, il n'a donc pas été rajouté de matériau bois supplémentaire pour générer une pollution.

N° PHASE	DESCRIPTION	DATE de réalisation
Phase 1	La cellule est vide, cela constitue la référence	28/04/2015 29/04/2015
Phase 2	Mise en route du système	30/04/2015 01/06/2015
Phase 3	Arrêt du système et hausse de la ventilation de la pièce à 1,5 vol h <sup>-1</sup>	01/06/2015 29/06/2015
Phase 4	Baisse de la ventilation à 0,5 vol h <sup>-1</sup> et stabilisation	29/06/2015 15/07/2015
Phase 5	Mise en route du système	15/07/2015 21/07/2015
Phase 6	Arrêt du système et cellule vide	21/07/2015 22/07/2015

Tableau 21 : Les phases de l'essai avec le système E8 dans la plate-forme BEF

### 5.8.3 Principaux résultats avec le système E8/ BEF

#### 5.8.3.1 Suivi des paramètres de confort

La concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) reste relativement stable durant toute la période de l'essai (Figure 109a). L'augmentation progressive de la concentration en CO<sub>2</sub> est due à une présence humaine régulière, proche de la cellule test, car la plate-forme BEF était encore en cours d'aménagement (électricité, électronique, climatisation....).

La courbe de température comporte différentes phases qui sont importantes à préciser (Figure 109b) :

- Du 28/04 au 05/05, le ventilo-convecteur de la pièce a fonctionné seulement par intermittence pour effectuer les différents essais. Il y avait par exemple des coupures électriques de quelques minutes dans le bâtiment (le dispositif photocatalytique était branché séparément) ce qui explique ces petites variations.
- Du 08/05 au 15/05, le ventilo-convecteur a cessé de fonctionner ce qui explique une brusque hausse de la température. La panne a été réparée peu de temps avant le 15/05.
- Du 15/05 au 07/06, le ventilo-convecteur a fonctionné en continu ce qui explique cette grande stabilité des résultats. Les petites hausses de température sont dues à l'appareillage de mesure. Pour extraire les données, les appareils sont retirés de la pièce puis réinstallés. Si la température extérieure était plus élevée, alors l'appareillage nécessitait un court temps d'adaptation à l'environnement de la pièce test.

L'humidité est un paramètre présentant des phases croissantes de hausse lorsque le ventilo-convecteur fonctionne (Figure 109c). Des condensats sont en effet apparus sur la tuyauterie de la structure ce qui a conduit à avoir une humidité progressivement à la hausse dans la pièce. Ces différents problèmes techniques ont pu être mis à profit pour analyser le fonctionnement de l'appareil, d'une part, et l'évolution de la concentration en polluants dans la cellule test suivant les conditions intérieures, d'autre part.

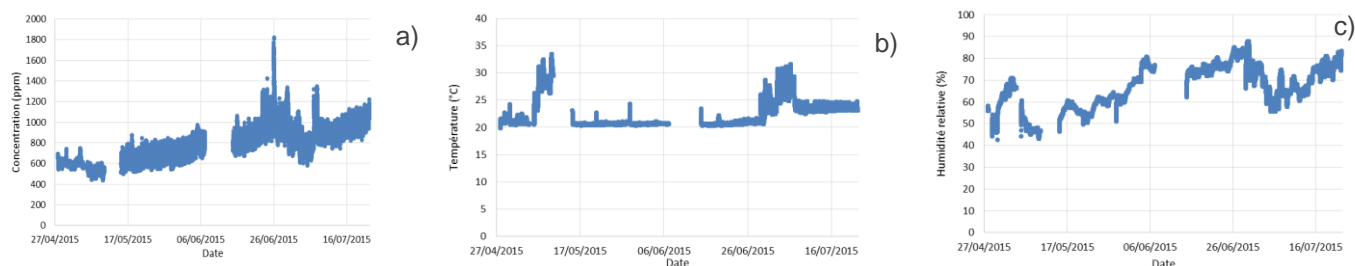


Figure 109 : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme BEF lors des essais avec le système E8

NB : Lecture de la figure de la gauche vers la droite : Concentration en CO<sub>2</sub> (a) ; Température (b) ; Humidité relative (c)

### 5.8.3.2 Suivi des concentrations en COVs (composés carbonylés et autres COVs - prélèvements DNPB- TENAX- SPME)

Seuls les résultats des phases 4, 5 et 6 sont traités car les autres phases ont subi de trop grandes instabilités (Annexe 12). En effet, l'essai avec le système E8 dans la plate-forme BEF a été tributaire de différents problèmes inhérents à sa mise en place. Les composés carbonylés C<6 sont présentés dans la Figure 111 et les autres composés C>5 sont présentés dans la Figure 112.

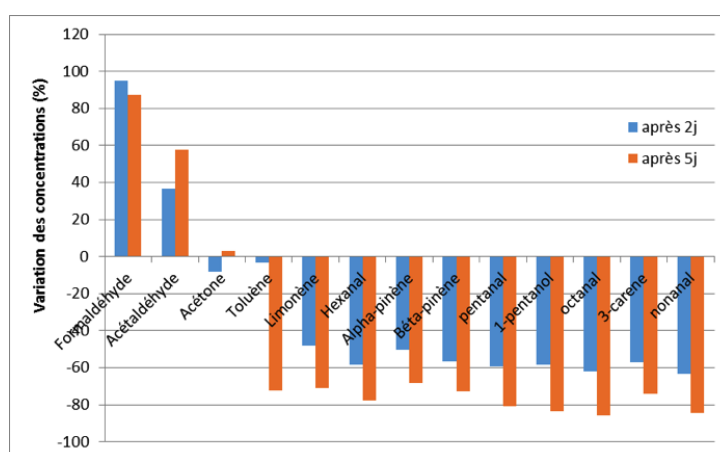
Au cours de la phase 4, la température est stable à partir du 8 juillet c'est-à-dire après la réparation du ventilateur (Figures 110 et 111). Les concentrations en polluants carbonylés C<6 sont très affectées par la température, en particulier le pentanal et l'acétone. Après la mise en route de l'appareil, la concentration en pentanal diminue tandis que celle des COVs les plus légers augmente et reste globalement stable pendant la phase 5. Juste avant l'arrêt de l'appareil, la concentration en pentanal augmente fortement.

Pour tous les autres polluants C>5, les concentrations sont divisées par deux lors de la mise en route de l'appareil E8 (début de phase 5). Le 20 juillet, les teneurs sont les plus faibles dans la plate-forme BEF avant d'augmenter à la fin de la phase 5 (Figure 111), comme c'était le cas pour le pentanal précédemment (Figure 110).

Les résultats de la phase 5 indiquent dans l'ensemble le bon fonctionnement de l'appareil E8. Pourtant, une hausse des concentrations est constatée sans raison apparente juste avant l'arrêt de l'appareil (Figure 110). Une des suppositions serait que la hausse des concentrations du 22 juillet serait provoquée par la migration des polluants émis par des portes qui ont été posées dans le couloir. Ces valeurs maximales ne sont pas prises en compte dans la Figure 110 pour le calcul du pourcentage d'élimination des polluants.

Les tendances observées pour les résultats d'abattement de polluants avec le système E8 dans la plate-forme BEF sont donc les mêmes que celles observées dans la plate-forme EVALIS (Figure 106).

L'efficacité est notamment significative pour les composés les plus lourds. Par contre, les concentrations en formaldéhyde et en acétaldéhyde (COVs légers) augmentent fortement tandis que la concentration en acétone n'est pas affectée dans l'essai avec le système E8. Leurs concentrations varient entre le début de l'expérience et la fin de la phase 5 (où des valeurs maximum sont relevées pour les COVs légers : formaldéhyde de 12 à 26  $\mu\text{g m}^{-3}$ , acétaldéhyde de 15 à 28  $\mu\text{g m}^{-3}$  et acétone de 101 à 108  $\mu\text{g m}^{-3}$ ).



**Figure 110 :** Variation des concentrations en COVs (composés majoritaires) détectés dans la plate-forme BEF avec le système E8 (mode ON), avec une ventilation à 0,5 Vol h<sup>-1</sup> et une température régulée

**NB :** Lecture de la figure par polluants, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde ; Acétaldéhyde ; Acétone ; Toluène ; Limonène ; Hexanal ; Alpha-pinène ; Beta-pinène ; pentanal ; 1-pentanol ; octanal ; 3-carène ; nonanal. Temps d'analyses : après 2 jours (bleu), après 6 jours (orange)

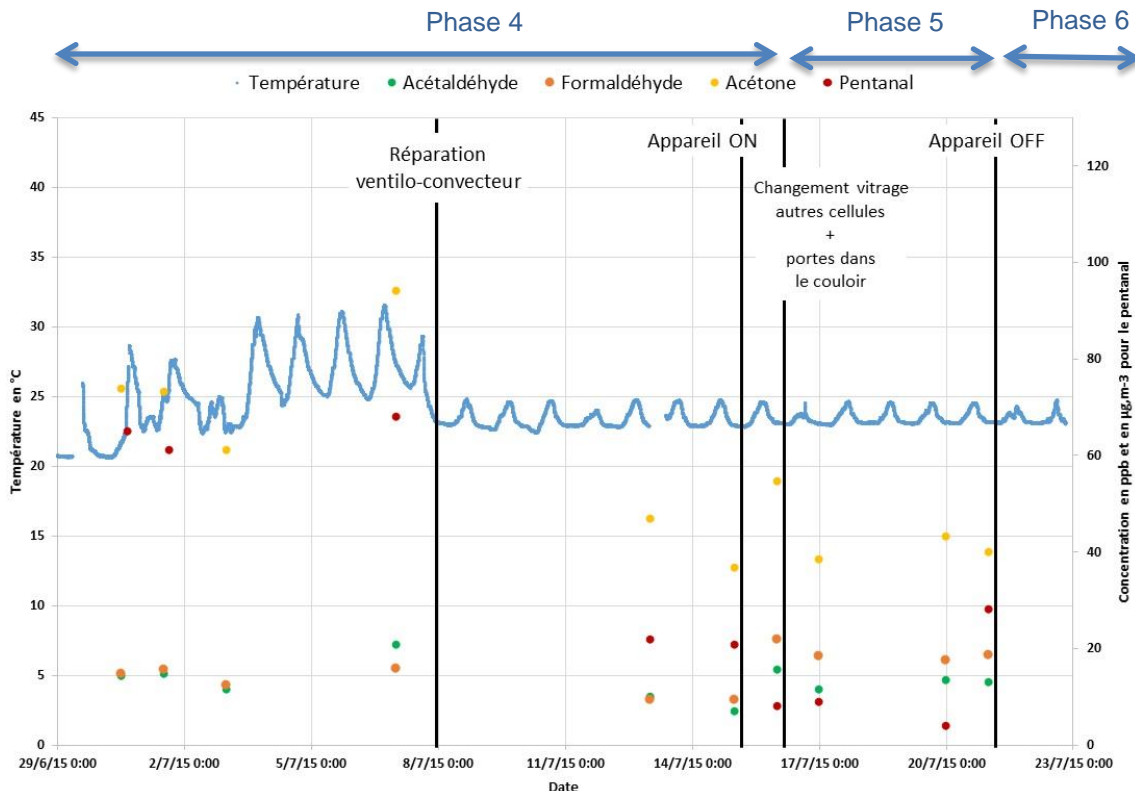


Figure 111 : Suivi des concentrations en composés carbonylés (C<6>) dans la plate-forme BEF avec le système E8

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite : Température (bleu ciel/tracé) ; Acétaldéhyde (vert) ; Formaldéhyde (orange) ; Acétone (jaune) ; Pentanal (rouge)

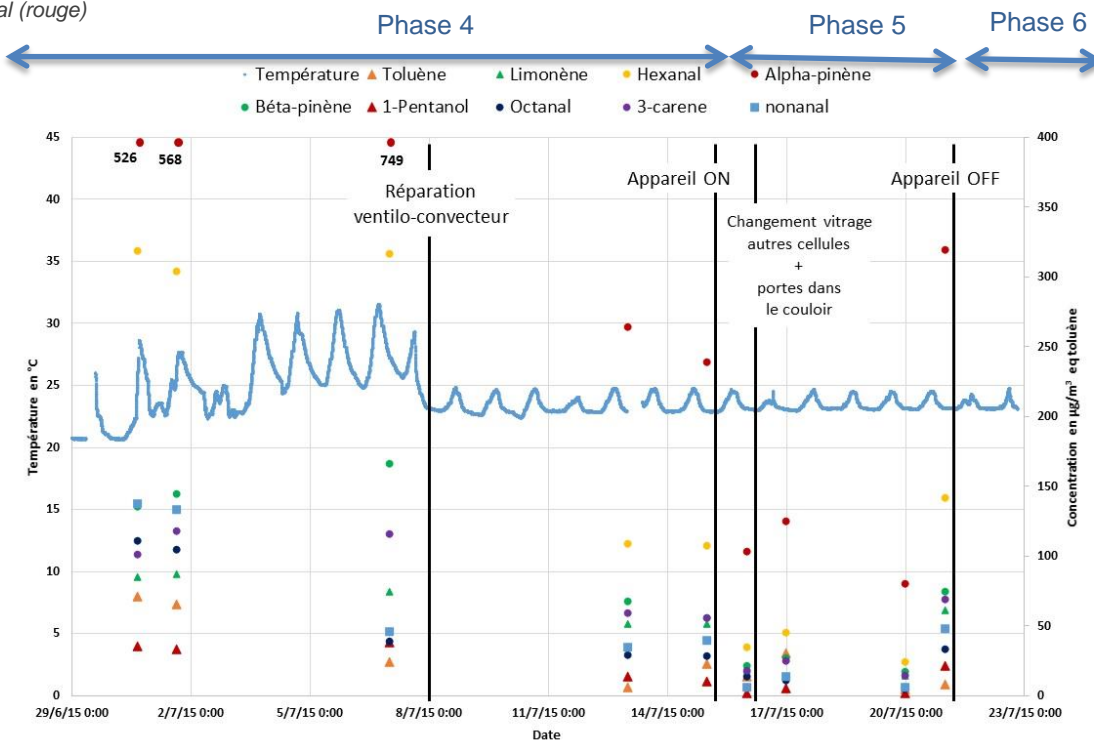


Figure 112 : Suivi des concentrations en COVs (C>5 majoritaires) dans la plate-forme BEF avec le système E8

NB : Lecture de la légende de la gauche vers la droite et de haut en bas : Température (bleu ciel/tracé) ; Toluène (orange/triangle) ; Limonène (vert/triangle) ; Hexanal (jaune/point) ; Alpha-pinène (rouge/point) ; Beta-pinène (vert/point) ; 1-Pentanol (rouge/triangle) ; Octanal (bleu foncé/point) ; 3-carene (violet/point) ; nonanal (bleu ciel/carré)

## 6 Bilan sur l'efficacité et l'innocuité des systèmes photocatalytiques testés (E1, E8, E10 et E15)

Des appareils (définis par les fournisseurs comme épurateurs) contenant une fonction photocatalytique ont été testés suivant deux normes (XP B44-013 et XP B44-200) dans différentes conditions expérimentales (dans une enceinte au laboratoire et dans deux plate-formes - EVALIS et BEF - pour simuler des situations réelles d'usage). L'enceinte de 1,2 m<sup>3</sup>, utilisée pour la norme XP B44-013, ne permet pas d'assurer l'étanchéité du flux d'air autour de l'appareil, une condition requise par la norme XP B44-200. Cette dernière norme permet de quantifier l'élimination d'un mélange de COVs introduit en continu dans l'enceinte à une concentration totale d'environ 1,5 ppmV ou 5 mg m<sup>-3</sup>. Dans les conditions expérimentales de l'étude SafePHOTOCAT, quatre appareils, appelés systèmes E1, E8, E10 et E15, ont été testés au laboratoire en enceinte. Les deux épurateurs les plus performants d'après l'évaluation en enceinte, c'est-à-dire les systèmes E8 et E15, ont aussi été évalués en conditions de simulations réelles dans des plateformes de plus grand volume (40 et 36 m<sup>3</sup>).

Les résultats sont présentés de manière synthétique dans le Tableau 22. Les principales conclusions de l'étude SafePHOTOCAT sont les suivantes :

- Parmi les quatre systèmes testés, deux (E1 et E10) sont non conformes et potentiellement dangereux :
  - ✓ Le système E1 est cité par le fournisseur comme produit phare dans la gamme de ses appareils commercialisés et comme une référence dans sa catégorie en Europe.
  - ✓ L'épurateur E10 a obtenu la labellisation « Air Intérieur Contrôlé » certifiée Haute Qualité Environnementale pour Allergiques.

Or, dès que ces deux systèmes sont mis en fonctionnement, ils émettent des COVs dont du formaldéhyde. Par ailleurs, ces deux systèmes ont démontré des performances assez faibles en enceinte pour l'abattement des COVs (norme XP B44-013). Par conséquent, les épurateurs E1 et E10 n'ont pas été retenus pour les tests dans les plateformes pour la suite de l'étude SafePHOTOCAT.

- Les systèmes E8 et E15 ont montré dans les tests en enceinte de bons rendements d'abattement des COVs selon les deux normes (XP B44-013/via ajout des polluants en une fois et XP B44-200/via ajout des polluants en continu). Le formaldéhyde ajouté comme polluant primaire dans l'enceinte est éliminé significativement par les deux systèmes E8 et E15.
- Les systèmes E8 et E15 n'émettent pas de COVs lorsqu'ils sont mis en route. En revanche, ils émettent du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>). L'émission de CO<sub>2</sub> diminue avec le temps de fonctionnement du système. Cela laisse à penser que des COVs ont été adsorbés par le système pendant les phases de fabrication/conditionnement/transport et qu'ils sont minéralisés en début de vie du système.
- Dans le cas du système le plus performant E15, la minéralisation totale des COV<sub>S</sub> n'a pas pu être quantifiée d'après les tests en recirculation (norme XP B44-013) mais elle a pu être mise en évidence avec un flux continu en COVs (norme XP B44-200). Dans ce dernier cas, la production de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub> émis par minéralisation des COVs) est décalée dans le temps. Le filtre à charbon actif présent dans l'épurateur E15 pourrait expliquer ce phénomène : les COVs seraient d'abord adsorbés avant d'être dégradés plus lentement par photocatalyse.
- La norme XP B44-200 a permis de mettre en évidence une émission d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) pour le système E8. Ce type d'émission est probablement lié à l'instabilité du filtre à particules sous un rayonnement ultra-violet (UV). Un simple changement de filtre devrait régler le problème.
- Les systèmes E8 et E15 n'émettent pas d'ozone. La formation d'autres sous-produits n'a pas été mise en évidence, excepté des quantités faibles de formaldéhyde. Le formaldéhyde produit secondairement disparaît rapidement lors des tests en enceinte.
- Lors des tests en enceinte, les systèmes E8 et E15 ont montré des performances épuratoires plus faibles après un temps de fonctionnement sur plusieurs mois de ces appareils. Dans le cas du système E8, le vieillissement était essentiellement lié aux pertes d'efficacité des lampes UVA. Le système E15 résiste mieux au vieillissement.

- Bien que la norme XP B44-200 impose des conditions d'humidité relative lors des tests, l'étude SafePHOTOCAT a analysé l'influence de l'humidité relative lors des tests avec le système E10. Cette influence est en fait significative. L'efficacité épuratoire diminue dans le cas du système E10 quand l'humidité augmente.
- Les débits d'air épuré (ou CADR) calculés sur les COVs totaux pour les systèmes E8 et E15 sont reportés dans le Tableau 23 et sont illustrés à la Figure 113. Ils indiquent des performances nettement supérieures pour l'épurateur E15. Entre 0 et 1 mois de fonctionnement, les CADR ont tendance à augmenter légèrement (stabilisation de l'émission des lampes), puis ils diminuent après 4 mois de fonctionnement de l'appareil. Cependant la fonction épuratoire est toujours assurée.
- Les performances épuratoires des systèmes E8 et E15, testés dans les plateformes EVALIS et BEF, sont validées pour les COVs les plus lourds. Par contre, les résultats d'abattement pour E 8 et E 15 obtenus dans les plateformes EVALIS et BEF sont plus mitigés pour les composés organiques volatils plus légers (formaldéhyde, acétaldéhyde, acétone) (Figure 114 et Figure 115).
  - ✓ Avec le système E8, les concentrations en acétaldéhyde et en formaldéhyde augmentent et la concentration en acétone reste stable, alors que ces trois composés étaient complètement éliminés en enceinte (Figure 114). Pour ce système, sur les plateformes EVALIS et BEF, la concentration en formaldéhyde est toujours inférieure à  $30 \mu\text{g m}^{-3}$  (limite pour la valeur guide en air intérieur - VGAI).
  - ✓ Avec le système E15, les concentrations en acétaldéhyde et acétone diminuent respectivement de 20 et 40 %, tandis que la concentration en formaldéhyde augmente d'environ 20 % mais en étant toujours inférieure à  $30 \mu\text{g m}^{-3}$  (limite pour la VGAI) sur la plate-forme BEF (Figure 115). Sur la plate-forme EVALIS, la valeur maximum de concentration en formaldéhyde relevée ( $84 \mu\text{g m}^{-3}$ ) est toujours en deçà de la limite fixée à  $100 \mu\text{g m}^{-3}$  pour les établissements recevant du public (ERP) et par contre elle est supérieure à la limite fixée à  $30 \mu\text{g m}^{-3}$  pour la VGAI. Ces trois composés étaient totalement éliminés lors des tests en enceinte avec le système E15.
- Aucun système analysé n'émet des micro ou nanoparticules dans les enceintes ou dans les plateformes (EVALIS ou BEF). Le nombre de micro ou de nanoparticules a plutôt tendance à diminuer avec le temps de fonctionnement du système ce qui témoigne bien de l'efficacité des filtres HEPA.

Des 4 systèmes analysés, c'est le système E15 qui présente dans les deux plateformes testées (BEF à  $35 \text{ m}^3$  et EVALIS à  $40 \text{ m}^3$ ) les débits d'air épuré (ou CADR) les plus élevés ainsi que les meilleures performances en terme d'abattement de COVs (y compris pour les composés les plus légers). La concentration en formaldéhyde reste inférieure à la valeur guide en air intérieur (VGAI) pendant toute la durée des derniers tests. Le vieillissement du système E15 après 4 mois d'utilisation conduit à une légère diminution de l'efficacité du système mais la minéralisation des COVs est toujours effective. Il n'y a pas d'autres émissions de sous-produits ou de micro/nanoparticules mises en évidence avec le système E15.

**Le système E15 présente donc toutes les caractéristiques d'efficacité et de sécurité pour les consommateurs et peut être considéré comme une méthode de purification de l'air intérieur efficace et sans danger.**

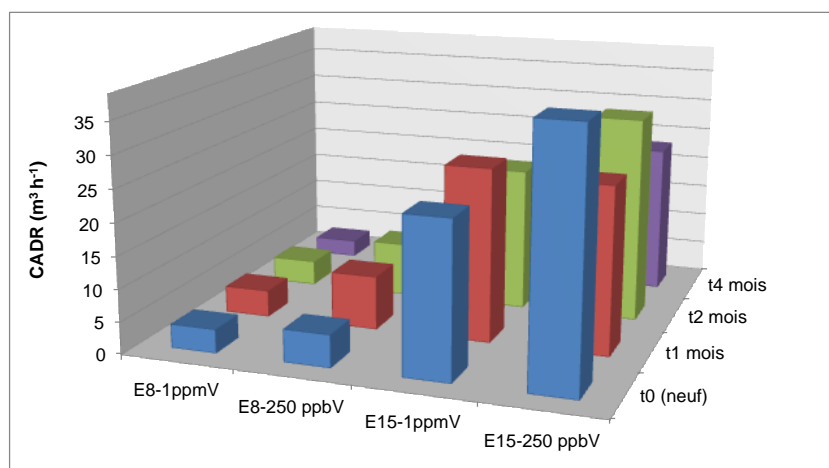


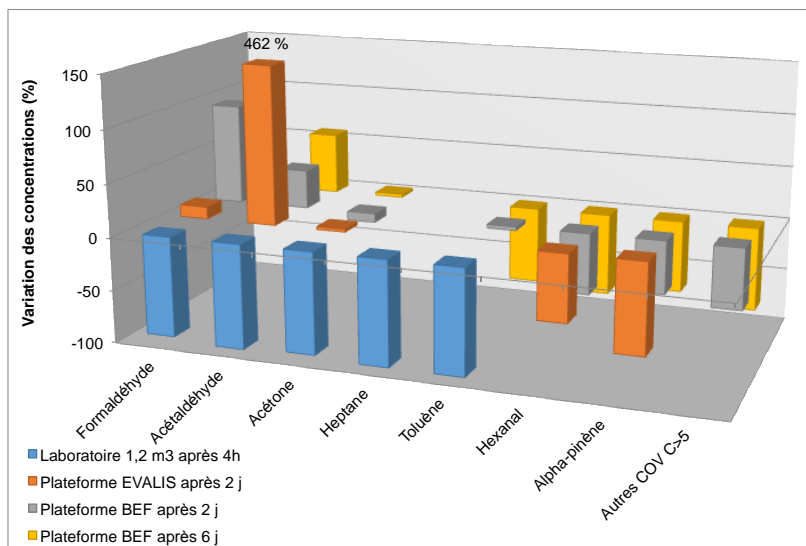
Figure 113 : Débits d'air épuré (CADRs) pour les COVs totaux à 1 ppmV et 250 ppbV avec les systèmes E8 et E15

	Conditions de TEST	E1	E8	E10	E15
<b>Origine</b>		Chinoise	Française	Japonaise	Française
<b>Lampe</b>		UVC	UVA	Pas de lampe	UVC
<b>Fonctions</b>		Filtre CA Ioniseur Photocatalyse	Filtre Photocatalyse	Filtre Ioniseur Photocatalyse	Filtre CA Photocatalyse
<b>Débit max (m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>)</b>		230	250	420	160
<b>Débit du test (m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>)</b>		230	250	285	160
<b>Irradiance neuf (mW cm<sup>-2</sup>)</b>		0,99 en UVC 1,2 entre 200 et 1100 nm	3,8 en UVA 6,4 entre 200 et 1100 nm	Non quantifiable	7,7 en UVC 10,9 entre 200 et 1100 nm
<b>Irradiance après 4 mois (mW cm<sup>-2</sup>)</b>		Non mesurée	1,5 en UVA 2,3 entre 200 et 1100 nm	Non quantifiable	9,3 en UVC 11,9 entre 200 et 1100 nm
<b>Emissions de COVs par le système</b>	XP B44-013	+++ (dont formaldéhyde)	Non	+++ (dont formaldéhyde)	Non
<b>Emission de CO<sub>2</sub> par le système</b>		Non	Oui	Oui	Oui mais diminue avec le temps
<b>Abattements COVs</b>		< 20 %	> 99 %	48 à 99 %	> 99 %
<b>Minéralisation</b>		< 5 %	100 %	< 5 %	Pas quantifiable
<b>Abattements COVs système neuf</b>	XP B44-200	Pas fait	100 %	60 à 99 %	100 %
<b>Abattements COVs système vieilli</b>		Pas fait	100 %	5 à 68 %	100 et 99 % pour acétone
<b>Emissions NO<sub>x</sub> ou O<sub>3</sub></b>		Pas fait	Oui	Oui	Non
<b>Abattements COVs (%)</b>	Plateforme EVALIS	Pas fait	alpha-pinène et hexanal : 60-85 % ; formaldéhyde : 0 % ; acétone, production d'acétaldéhyde	Pas fait	acétone, hexanal, acétaldéhyde alpha-pinène : 20-80 % ; formaldéhyde : 0 %
<b>Abattements COVs (%)</b>	Plateforme BEF	Pas fait	composés C>5 : 50-85 % ; Production de formaldéhyde, d'acétaldéhyde	Pas fait	acétone et COVs>C5 : 20-90 % ; acétaldéhyde : 10 % ; formaldéhyde : 0 %
<b>Emissions de micro/nanoparticules</b>	Enceinte ou Plateforme	Non	Non	Non	Non

Tableau 22 : Comparaison des performances des systèmes E1, E8, E10 et E15 selon différentes conditions de test

CADR (m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup> )	E8-1ppmV	E8-250 ppbV	E15-1ppmV	E15-250 ppbV
<b>t<sub>0</sub> (neuf)</b>	3,7	5,0	23,9	38,5
<b>t<sub>1</sub> mois</b>	4,1	8,4	26,8	25,8
<b>t<sub>2</sub> mois</b>	3,9	8,4	22,3	31,8
<b>t<sub>4</sub> mois</b>	2,6	5,7	17,1	23,2

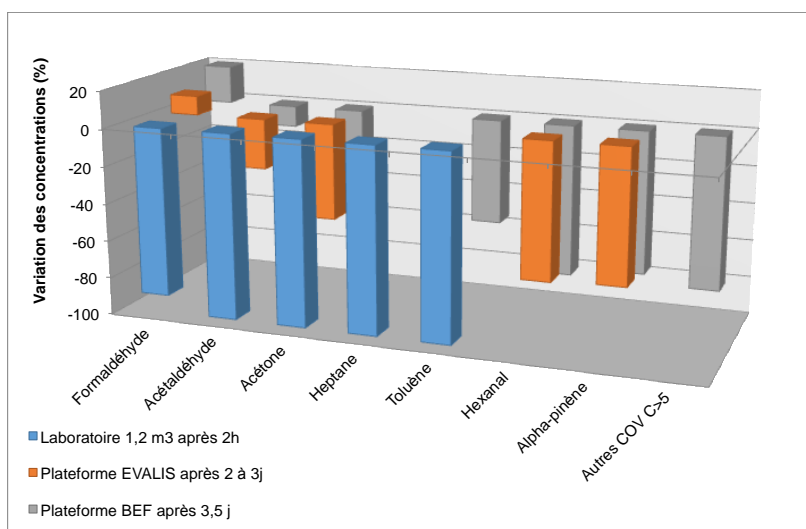
Tableau 23 : Débits d'air épuré (CADRs) calculés pour les COVs totaux à 1 ppmV et 250 ppbV avec les systèmes E8 et E15



**Figure 114 :** Bilan des variations de concentrations en COVs avec le système E8 (en mode ON) pour les tests en enceinte au laboratoire (norme XP B44-013) et dans les plateformes EVALIS ou BEF

**NB :** Lecture de la figure par polluants, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde ; Acétaldéhyde ; Acétone ; Heptane ; Toluène ; Hexanal ; Alpha-pinène ; Autres COVs (>5). Lecture de la légende de haut en bas : Tests réalisés : En enceinte de 1,2 m<sup>3</sup> après 4 heures (bleu) ; Dans la plateforme EVALIS après 2 jours (orange) ; Dans la plate-forme BEF après 2 jours (gris) ; Dans la plate-forme BEF après 6 jours (jaune)

**A titre d'information :** Concentrations maximales mesurées en µg m<sup>-3</sup> : EVALIS/ formaldéhyde 28/ acétaldéhyde 40/ acétone 25 ; BEF/ formaldéhyde 26/ acétaldéhyde 28/ acétone 108



**Figure 115 :** Bilan des variations des concentrations avec le système E15 (en mode ON), pour les tests en enceinte au laboratoire (norme XP-B44-013) et dans les plateformes EVALIS ou BEF

**NB :** Lecture de la figure par polluants, de la gauche vers la droite : Formaldéhyde ; Acétaldéhyde ; Acétone ; Heptane ; Toluène ; Hexanal ; Alpha-pinène ; Autres COVs (>5). Lecture de la légende de haut en bas : Tests réalisés : En enceinte de 1,2 m<sup>3</sup> après 2 heures (bleu) ; Dans la plateforme EVALIS après 2 à 3 jours (orange) ; Dans la plate-forme BEF après 3,5 jours (gris)

**A titre d'information :** Concentrations maximales mesurées en µg m<sup>-3</sup> : EVALIS/ formaldéhyde 84 ; BEF/ formaldéhyde 20

## 7 Résultats des matériaux photocatalytiques passifs commercialisés (tests d'efficacité en enceinte de 1,2 m<sup>3</sup>)

### 7.1 Choix des matériaux passifs commercialisés

Sur la base des différents critères, listés ci-dessous :

- Disponibilité pour des quantités réduites ;
- Coût acceptable : non décisif pour le choix ;
- Représentativité de différentes familles ;
- Facilité de mise en œuvre pour des tests en enceinte ;
- Critère qualitatif annoncé par le fournisseur.

Trois matériaux passifs photocatalytiques sont sélectionnés et testés dans le cadre de l'étude SafePHOTOCAT :

- 1 carrelage à action photocatalytique (C-5) ;
- 2 peintures minérales à effet photocatalytique (P-2 et P-3).

### 7.2 Mise en œuvre des matériaux passifs commercialisés

#### 7.2.1 Préparation des matériaux (en enceinte)

Dans les tests réalisés en enceinte, la surface retenue est de 60 x 60 cm<sup>2</sup> pour le carrelage C5 (soit un carreau) et de 30 x 30 cm<sup>2</sup> pour les plaques où les peintures sont déposées en suivant les instructions des fournisseurs.

##### Carrelage C5

Pour le carrelage C5, un seul carreau est testé sans faire de préparation particulière.

##### Peinture P2

Pour la peinture P2, une sous-couche d'impression minérale est appliquée au préalable. Le support verre qui n'est pas adsorbant doit être préparé en appliquant une sous-couche en quantité faible (15,3 g pour 3 600 cm<sup>2</sup>). Après un temps de séchage pendant 48 heures de la sous-couche, la peinture est appliquée sans dilution en une couche à la brosse carrée. La quantité déposée s'élève à 71,9 g pour 3 600 cm<sup>2</sup> (équivalent à 200 g m<sup>-2</sup>).

##### Peinture P3

Pour la peinture P3, l'application se fait directement sur le support en 2 couches au pinceau. Un temps de séchage de 24 heures a été respecté entre les applications des 2 couches de peinture. La quantité déposée s'élève à 36,5 g pour 3 600 cm<sup>2</sup> (équivalent à 101 g m<sup>-2</sup>) pour la première couche et à 78,2 g pour 3 600 cm<sup>2</sup> (équivalent à 217 g m<sup>-2</sup>) pour la deuxième couche.

#### 7.2.2 Système d'éclairage (en enceinte)

Dans la première série de tests, un module d'éclairage (type plafonnier) a été mis en œuvre d'une dimension de 60 x 60 cm<sup>2</sup> et équipé de 4 tubes fluorescents Philips 18W/940 (lumière visible). Pour la deuxième série de tests, le même système équipé de 4 tubes fluorescents à lumière noire Philips 18W 370nm (lumière UVA) a été mis en œuvre (Figure 116). La distance lampes-matériau est fixée à 8 cm. L'irradiance à la surface des matériaux est contrôlée au moyen d'un spectro radiomètre (Tableau 24).

Tubes fluorescents	Lumière visible	Lumière UVA
Irradiance totale mesurée au milieu du module	3,30 mW cm <sup>-2</sup> 200-800nm (dont 40 μW cm <sup>-2</sup> UVA)	1,37 mW cm <sup>-2</sup> 200-800nm (dont 1,17 mW cm <sup>-2</sup> UVA)
Irradiance totale mesurée à 10 cm du bord du module	2,10 mW cm <sup>-2</sup> 200-800nm (dont 22 μW cm <sup>-2</sup> UVA)	0,54 mW cm <sup>-2</sup> 200-800nm (dont 0,52 mW cm <sup>-2</sup> UVA)

Tableau 24 : Valeurs d'irradiance mesurées avec les 2 types de lampe utilisées (en lumière visible et lumière UVA)

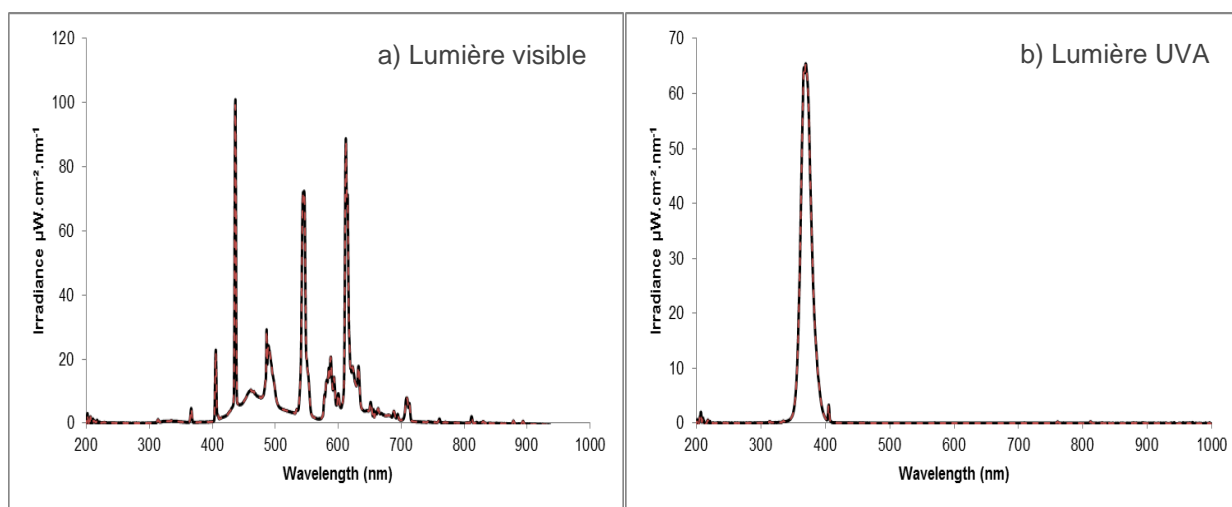


Figure 116 : Spectres d'émissions, au milieu du support de lampes (hauteur 13 cm), utilisées pour l'irradiation des matériaux passifs dans l'enceinte

NB : Lecture de la figure de gauche à droite : En lumière visible (a); En lumière UVA (b)

## 7.3 Résultats des matériaux commercialisés (tests d'efficacité conformes à la norme AFNOR XP B44-013)

### 7.3.1 Protocole mis en œuvre

- Une surface de matériau de 3600 cm<sup>2</sup> (soit 1 carreau de 60 x 60 cm<sup>2</sup> et 4 plaques vitrées pour la peinture) est placée dans une enceinte fermée d'une dimension de 1,17 m<sup>3</sup> ;
- Le plafonnier équipé de 4 lampes (en lumière visible pour la 1<sup>ère</sup> série de tests, en UVA pour le 2<sup>ème</sup> série de tests) est positionné au-dessus du matériau (Figure 117) ;
- Un balayage dans l'enceinte est réalisé toute la nuit avec de l'air comprimé de réseau qui a été purifié (pré-filtres PSA + sécheur d'air sans CO<sub>2</sub>) et ré-humidifié (au moyen d'un barboteur rempli d'eau ultrapure), système d'irradiation ON jusqu'à obtenir la valeur souhaitée en humidité relative (50±5% pour T=22°C) ;
- Un premier test sans polluant ajouté est réalisé afin de contrôler une éventuelle émission en COVs ;
- Dans le test avec les polluants ajoutés, une concentration de l'ordre de 1 ppmV en chaque COV (acétaldéhyde, acétone, n-heptane et toluène) avec un suivi du CO<sub>2</sub> pour la quantification de la minéralisation est mise en œuvre. En fonction des résultats obtenus lors de cet essai, un test complémentaire est réalisé avec une concentration de l'ordre de 250 ppbV en chaque COV (acétaldéhyde, acétone, n-heptane, toluène et formaldéhyde) avec suivi des sous-produits ;
- Un ventilateur externe (débit de 190 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>) est utilisé pour l'homogénéisation des concentrations en polluants introduits avant et pendant tout le test.

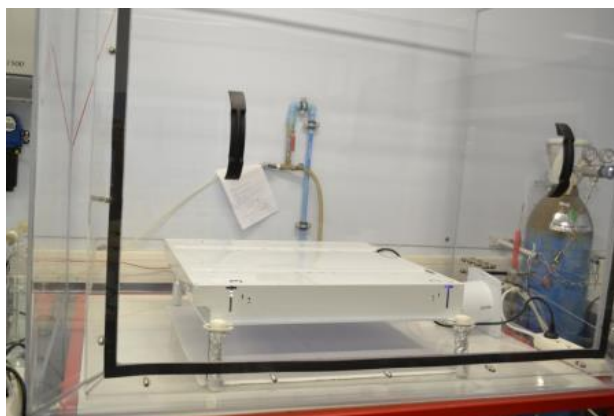


Figure 117 : Installation des matériaux passifs dans l'enceinte pour les tests en référence à la norme XP B44-013

### 7.3.2 Efficacité du carrelage C5

#### 7.3.2.1 Tests d'efficacité avec le carrelage C5 sans COVs ajoutés (irradiation en lumière visible)

##### 7.3.2.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par le carrelage C5 sans COVs ajoutés

Un suivi sur 24 heures par une analyse en GC-PID permet de détecter plusieurs COVs durant le test avec des concentrations de l'ordre de quelques dizaines de ppbV (Figure 118). L'analyse ATD-GC-MS permet d'identifier les composés majoritaires des COVs : l'acétone, l'isobutanol, l'éthylbenzène, le *p*- et l'*o*-xylène (ces composés représentant au total quelques dizaines de ppbV). Leur présence ne provient pas d'un relargage par le matériau lui-même mais par le système d'éclairage en fonctionnement (ce qui a été ensuite vérifié par un test réalisé avec le système d'éclairage seul).

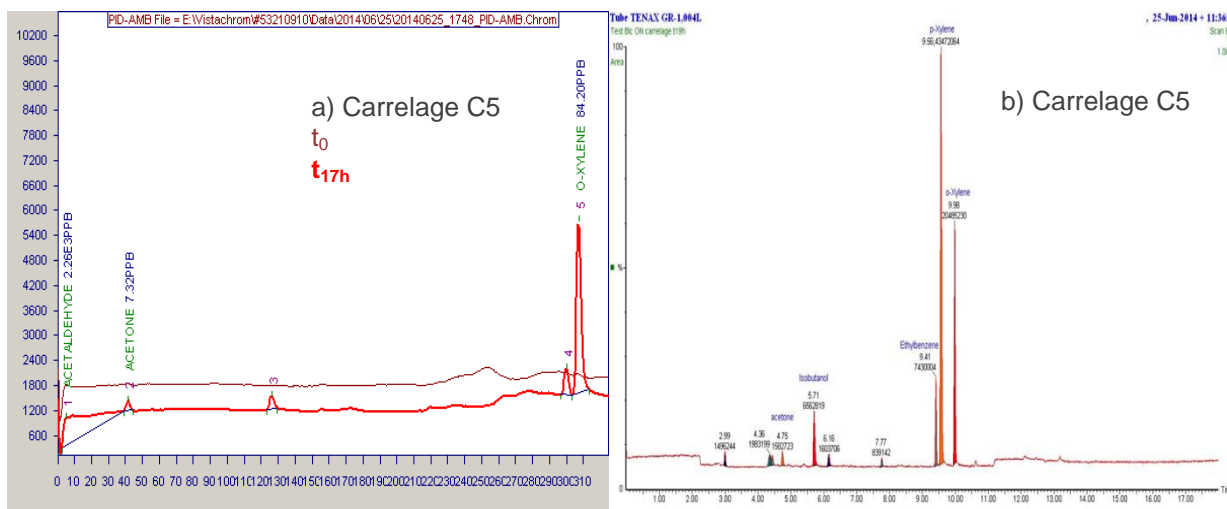


Figure 118 : Suivi des concentrations en COVs pour le carrelage C5 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière visible

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Exemple de chromatogramme obtenu par analyse en ligne GC-PID (a) ; Analyse d'un échantillon d'air dans l'enceinte par ATD-GC-MS après 19 heures d'irradiation (b)

### 7.3.2.1.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> – relargage par le carrelage C5 sans COVs ajoutés

En l'absence de COVs ajoutés, avec une irradiation active (mode ON) ou pas (mode OFF) du matériau C5, la concentration en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) augmente de manière similaire. Elle correspond à l'entrée du CO<sub>2</sub> extérieur dans l'enceinte (via des fuites, Figure 119).

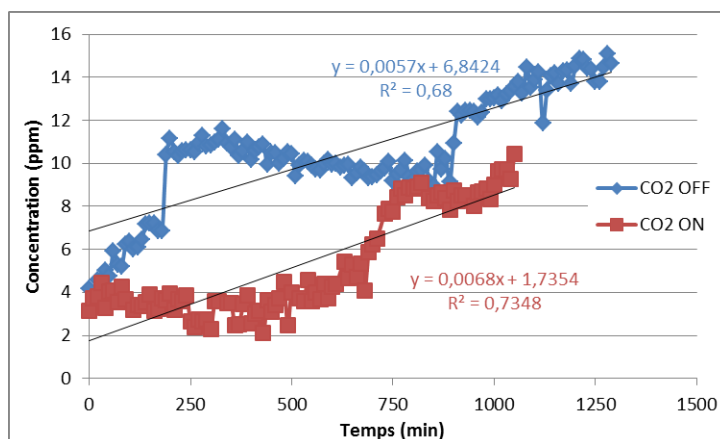


Figure 119 : Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> pour le carrelage C5 sans COVs ajoutés dans l'enceinte (lumière OFF et ON)

**NB :** Lecture de la légende : Avec la lumière éteinte/OFF, tracé bleu/losange (a) ; Avec la lumière allumée/ON, tracé rouge/carré (b)

### 7.3.2.2 Tests d'efficacité avec le carrelage C5 en présence d'un mélange de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

#### 7.3.2.2.1 Suivi des concentrations en COVs primaires

Le carrelage C5 ne présente pas une activité photocatalytique mesurable sur les 4 COVs primaires ajoutés dans les conditions expérimentales sous irradiation en lumière visible (Figure 120). La concentration en o-xylène, qui provient du système d'éclairage lui-même, a tendance à augmenter durant le test.

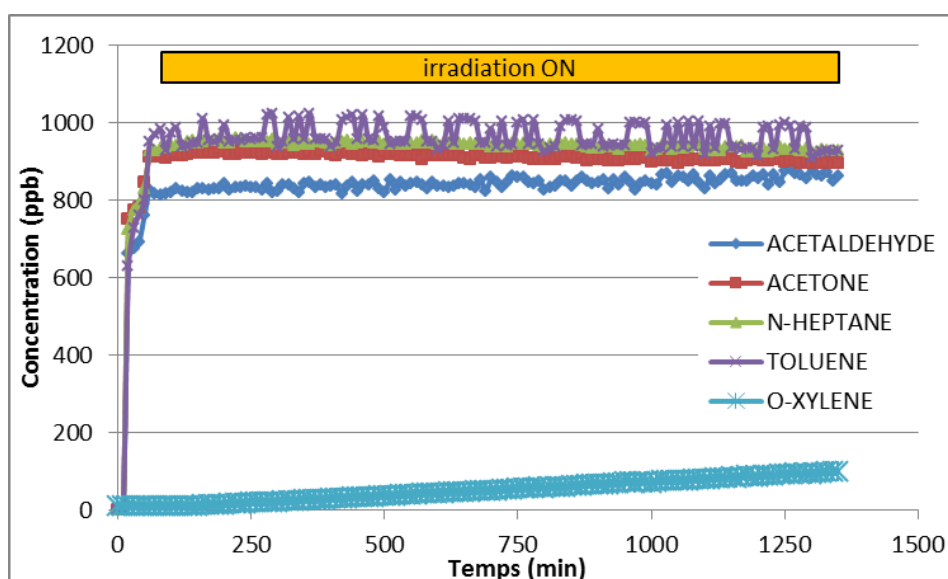
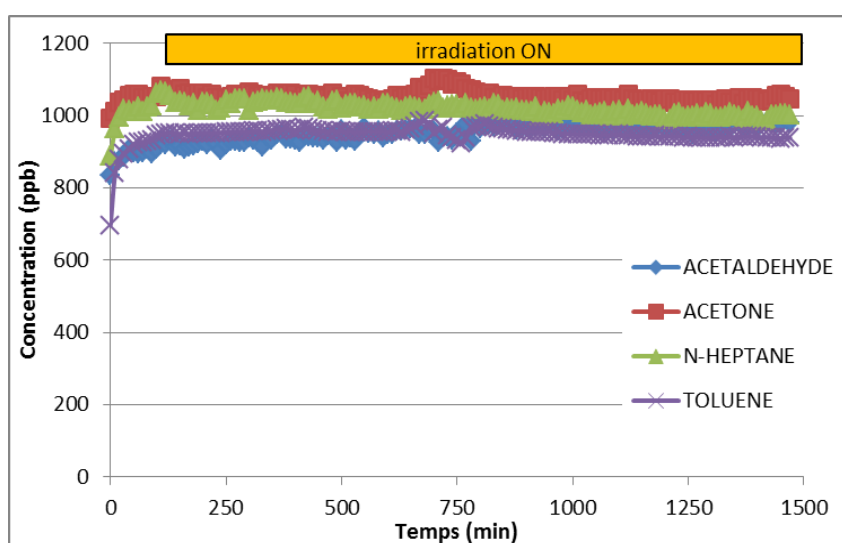


Figure 120 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le carrelage C5 en présence de 4 polluants ajoutés dans l'enceinte à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

**NB :** Lecture de la légende de haut en bas : Acétaldéhyde /tracé bleu foncé (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix) ; O-xylène /tracé bleu ciel (croix)

### 7.3.2.3 Tests d'efficacité avec le carrelage C5 en présence d'un mélange de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en UVA)

L'activité photocatalytique du matériau C5 n'est pas significative pour les 4 COVs ajoutés en enceinte dans les conditions expérimentales sous irradiation UVA (Figure 121).



**Figure 121** : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec le carrelage C5 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA)

**NB** : Lecture de la légende de haut en bas : Acétaldéhyde /tracé bleu foncé (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix) ;

### 7.3.2.4 Conclusion des tests d'efficacité pour le carrelage C5 (irradiations en lumière visible ou en lumière UVA)

Les résultats des premiers tests d'efficacité réalisés avec le carrelage C5 sont très décevants. Pendant les 24 heures de test, les concentrations des 4 COVs ajoutés dans l'enceinte n'ont pas diminué, que ce soit avec une irradiation en lumière visible conventionnelle ou avec une irradiation en lumière UVA.

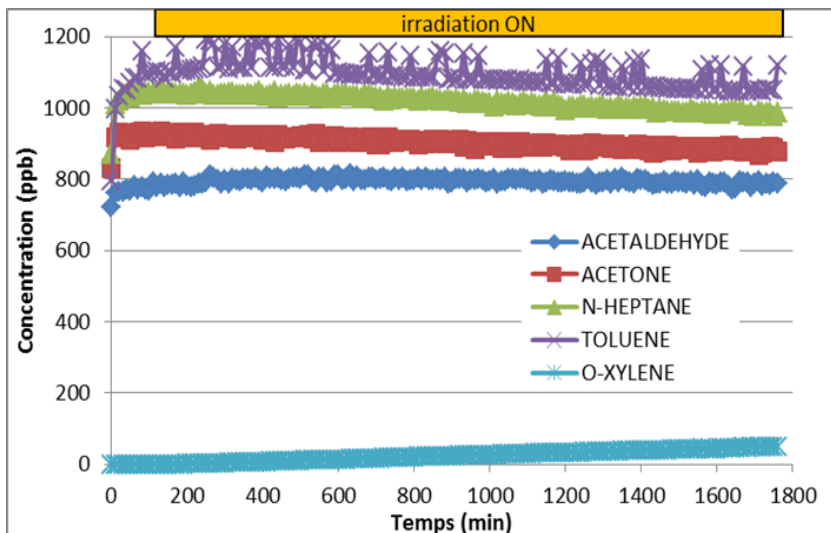
## 7.3.3 Efficacité de la peinture P2

### 7.3.3.1 Tests d'efficacité avec la peinture P2 en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

#### 7.3.3.1.1 Suivi des concentrations en COVs primaires

L'activité photocatalytique n'est pas mesurable pour la peinture P2 dans les conditions expérimentales mises en œuvre en enceinte, c'est-à-dire avec une irradiation en lumière visible et des concentrations en 4 COVs ajoutés (Figure 120).

Les concentrations en acétaldéhyde, acétone, n-heptane et toluène ne diminuent pas au cours du test. La concentration en *o*-xylène qui provient du système d'éclairage lui-même a même tendance à augmenter sensiblement durant le test.

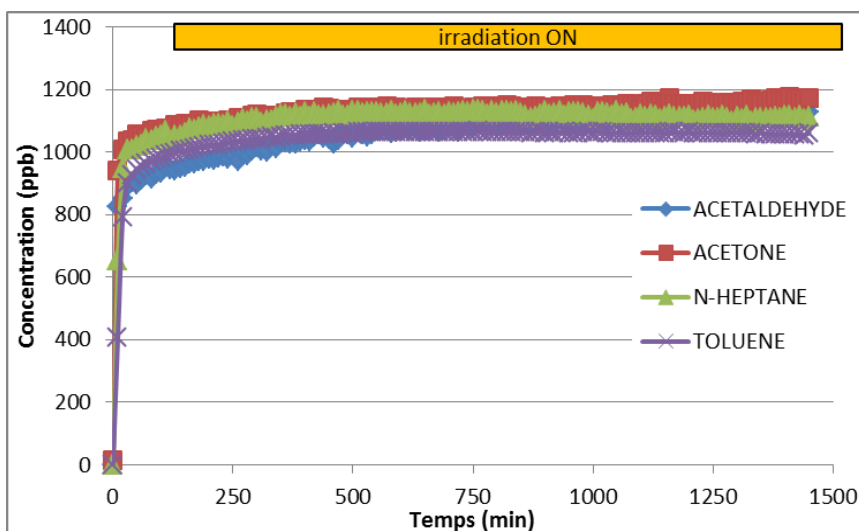


**Figure 122** : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P2 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

**NB** : Lecture de la légende de haut en bas : Acétaldéhyde /tracé bleu foncé (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix) ; O-xylène /tracé bleu ciel (croix)

### 7.3.3.2 Tests d'efficacité avec la peinture P2 en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA)

L'activité photocatalytique n'est pas significative pour la peinture P2 dans les conditions expérimentales mises en œuvre en enceinte, c'est-à-dire avec une irradiation en lumière UVA et des concentrations en 4 COVs ajoutés (Figure 123).



**Figure 123** : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P2 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA)

**NB** : Lecture de la légende de haut en bas : Acétaldéhyde /tracé bleu foncé (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix)

### 7.3.3.3 Conclusion des tests d'efficacité pour la peinture P2 (irradiations en lumière visible ou UVA)

Les résultats des tests d'efficacité réalisés avec la peinture P2 sont très décevants. Pendant les 24 heures du test, les concentrations des 4 COVs ajoutés dans l'enceinte n'ont pas diminué, que ce soit avec une irradiation en lumière visible conventionnelle ou avec une irradiation en lumière UVA.

## 7.3.4 Efficacité de la peinture P3

### 7.3.4.1 Tests avec la peinture P3 neuve sans COVs ajoutés (irradiation en lumière visible)

#### 7.3.4.1.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par la peinture P3 sans COVs ajoutés

Une analyse sur 24 heures par GC-PID a permis de détecter durant le test quelques COVs, dont l'acétone et l'*o*-xylène, à des concentrations de quelques dizaines de ppbV (Figure 124a). D'après l'analyse ATD-GC-MS, les composés majoritaires sont l'acétone, l'isobutanol, l'éthylbenzène, le *p*- et l'*o*-xylène (Figure 124b). Ces composés représentent au total quelques dizaines de ppbV. La présence de ces composés, déjà détectés lors des essais précédents, provient du système d'éclairage en fonctionnement.

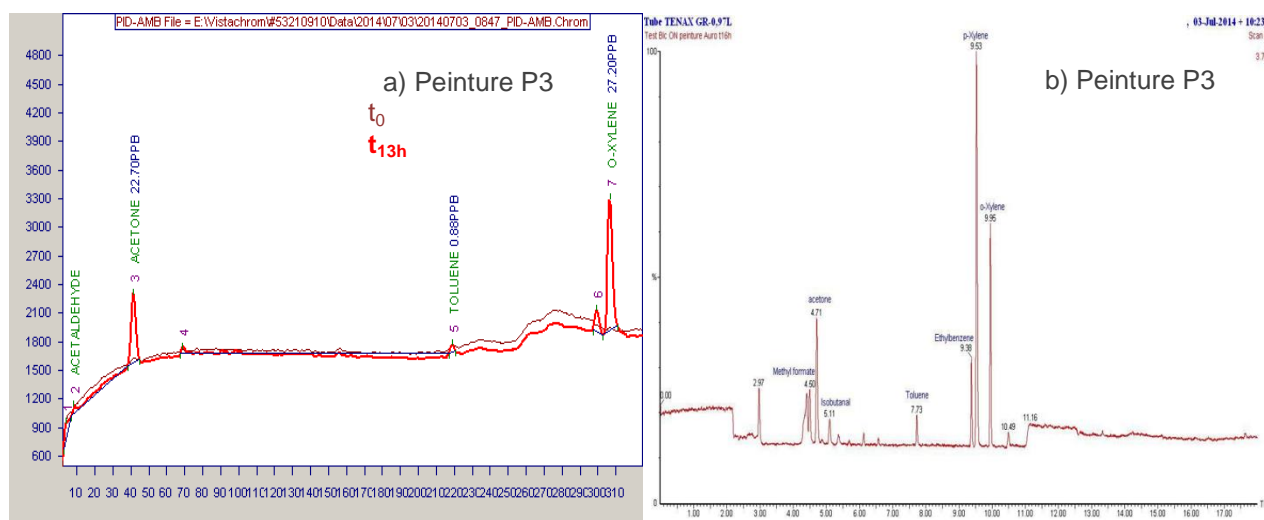


Figure 124 : Suivi des concentrations en COVs pour la peinture P3 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière visible

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Exemple de chromatogramme obtenu par analyse en ligne GC-PID (a) ; Analyse d'un échantillon d'air dans l'enceinte par ATD-GC-MS après 15 heures d'irradiation (b)

### 7.3.4.2 Tests d'efficacité avec la peinture P3 neuve en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

#### 7.3.4.2.1 Suivi des concentrations en COVs primaires

La peinture P3 montre une activité significative sur l'abatement de l'acétaldéhyde dans les conditions expérimentales mises en œuvre sous une irradiation en lumière visible (Figure 125). La diminution de la concentration en acétaldéhyde est estimée respectivement à 36 % et à 28 % dans les deux tests (Figure 125a et 125b). Pour les autres composés, la

variation de concentration est minimale et non quantifiable. La concentration en o-xylène, qui provient du système d'éclairage lui-même, a tendance à augmenter durant le test.

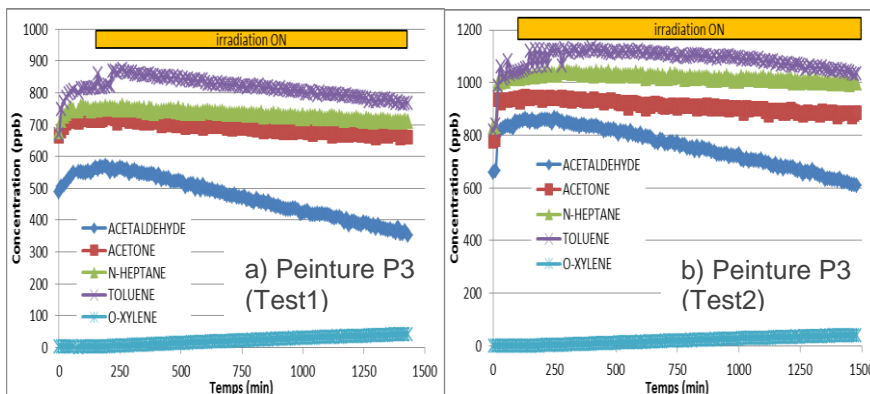


Figure 125 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P3 en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible)

NB : Lecture de la figure de gauche à droite : Test 1 (a) ; Test 2 (b). Légende des graphes lu de haut en bas : Acétaldéhyde /tracé bleu foncé (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix) ; O-xylène /tracé bleu ciel (croix)

### 7.3.4.3 Tests de stabilité avec la peinture P3 neuve ou vieillie (irradiation UVA)

#### Procédé de vieillissement artificiel appliqué à la peinture P3

Les plaques préparées avec la peinture P3 qui a été testée au préalable neuve sont placées sur le banc de vieillissement développé par ARMINES. Des matériaux passifs peuvent ainsi être exposés à une irradiation lumineuse visible pendant 4,5 mois en laboratoire à l'IPREM. Le banc de vieillissement et la mesure d'irradiance au niveau du matériau exposé ( $12 \text{ mW cm}^{-2}$  au total dans la gamme 200-800 nm) sont présentés respectivement à la Figure 126a et 126b. Le spectre correspond à un éclairage intense dans une pièce d'habitation conventionnelle.

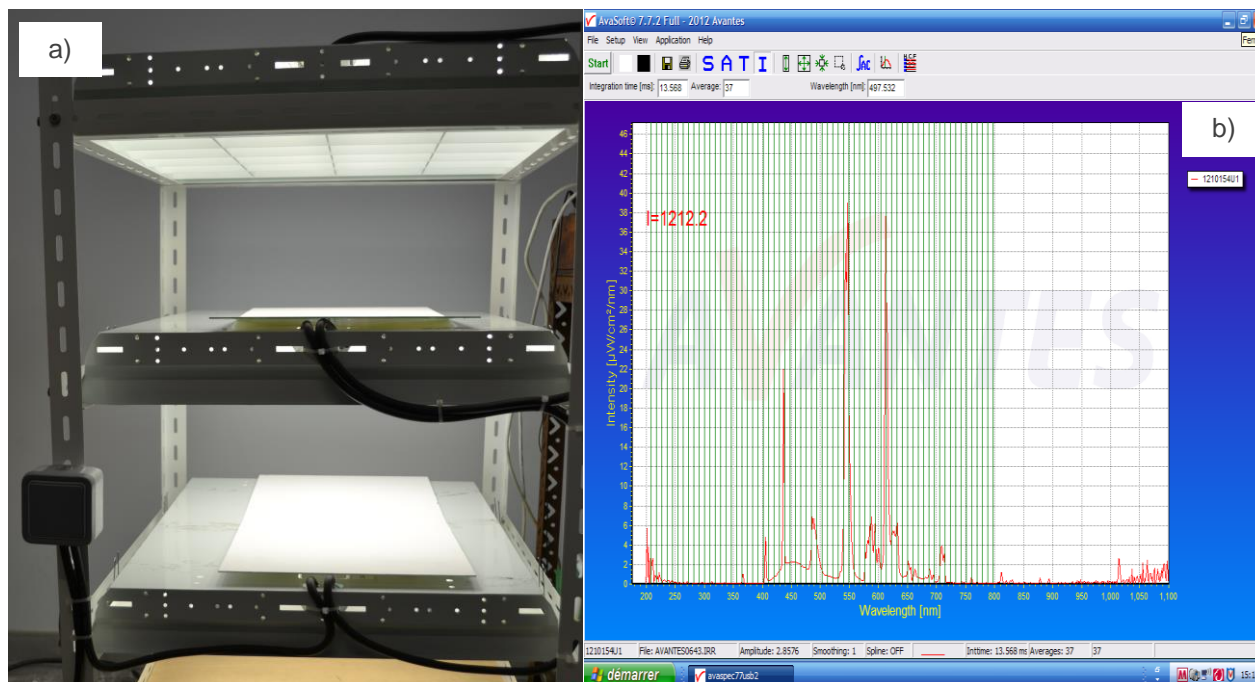
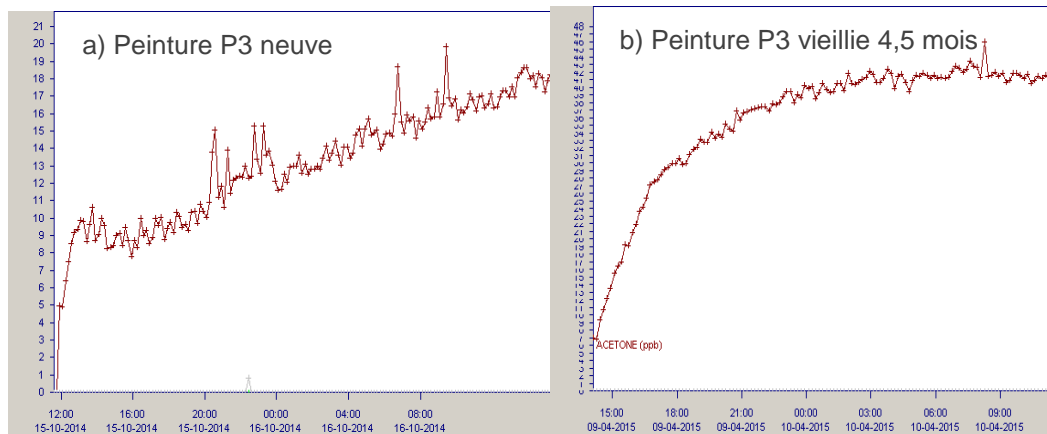


Figure 126 : Banc d'essai et mesure d'irradiance lors des essais avec la peinture P3 neuve et vieillie

NB : Lecture de la figure de gauche à droite : Vue du banc de vieillissement ARMINES (a) ; Mesure d'irradiance du banc ARMINES (b)

### 7.3.4.3.1 Suivi des concentrations en COVs – relargage par la peinture P3 neuve ou vieillie sans COVs ajoutés (irradiation UVA)

Une analyse sur 24 heures par GC-PID a permis de détecter durant le test quelques dizaines de ppbV d'acétone (Figure 127). Pour le système neuf, une analyse HPLC-UV sur un prélèvement d'air prélevé après 24 heures de test a permis de mettre en évidence des quantités minimales de formaldéhyde (9,3 ppbV) et d'acétaldéhyde (5,4 ppbV).

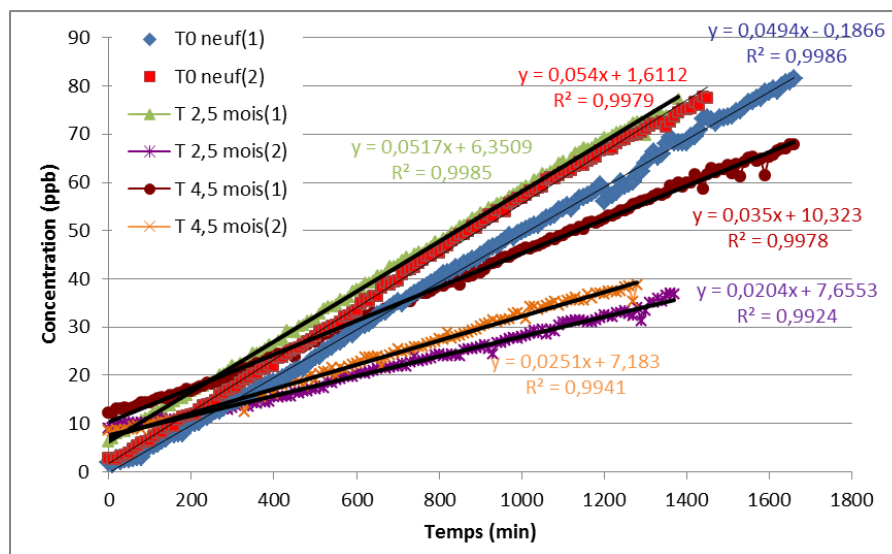


**Figure 127 :** Suivi des concentrations en acétone pour la peinture P3 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière UVA. Exemple de chromatogramme obtenu par analyse en ligne GC-PID

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Avec une peinture neuve (a) ; Avec une peinture vieillie 4,5 mois (b) – Acétone/tracé rouge (croix)

### 7.3.4.3.2 Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> – relargage par la peinture P3 neuve ou vieillie sans COVs ajoutés (irradiation UVA)

En absence de COVs ajoutés, l'augmentation des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) est significative sur 24 heures de test. Deux contrôles sont réalisés, avant et après les tests, pour chaque état de vieillissement du matériau. Il est difficile de quantifier la minéralisation du fait de variabilités plus ou moins importantes. Sous une irradiation UVA, la peinture P3 ainsi exposée produit du CO<sub>2</sub> de manière significative (Figure 128). Les concentrations en CO<sub>2</sub> ont tendance à diminuer toutefois en fonction du vieillissement de la peinture.



**Figure 128 :** Suivi des concentrations en CO<sub>2</sub> émises par la peinture P3 (neuve ou vieillie) sans polluants ajoutés sous irradiation UVA

**NB :** Lecture de la légende de haut en bas : Avec un matériau neuf : Avant test(1) /tracé bleu foncé (losange) ; Après test(2) /tracé rouge (carré). Avec un matériau vieilli : Pendant 2,5 mois, avant test(1) /tracé vert (triangle) ; Pendant 2,5 mois, après test(2) /tracé violet (croix). Pendant 4,5 mois, avant test(1) / tracé marron (point) ; Pendant 4,5 mois, après test(2) / tracé orange (croix)

### 7.3.4.4 Tests d'efficacité avec la peinture P3 neuve ou vieillie en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA)

#### 7.3.4.4.1 Suivi des concentrations en COVs primaires et en CO<sub>2</sub>

L'activité photocatalytique de la peinture P3 sous une irradiation UVA est significative pour abattre les 4 COVs ajoutés (à 1 ppmV). Le *n*-heptane est le composé qui est dégradé le plus lentement. Après 2,5 mois de vieillissement la peinture P3, exposée sous une rampe en lumière visible, a montré une efficacité d'abattement des polluants sensiblement en diminution. Les performances épuratoires de la peinture P3, exposée sous une lumière UVA, sont en revanche similaires entre 2,5 et 4,5 mois de vieillissement (Figure 129 : Résultats pour la peinture P3 neuve ou vieillie (pendant 2,5 et 4,5 mois)). Pour le matériau neuf, l'analyse HPLC-UV sur un prélèvement d'air après 24 heures de test a permis de mettre en évidence des quantités minimales de formaldéhyde (21 ppbV) et d'acétaldéhyde (5,6 ppbV).

La Figure 129 : Résultats pour la peinture P3 neuve ou vieillie (pendant 2,5 et 4,5 mois) montre la minéralisation quantitative des COVs. La concentration expérimentale en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) dépasse les valeurs de 100 %. En effet, le matériau lui-même (P3) produit des quantités importantes de CO<sub>2</sub> qui varient suivant l'état de vieillissement de la peinture. L'ensemble des résultats pour la peinture P3 en fonction du vieillissement est présenté à l'Annexe 5.

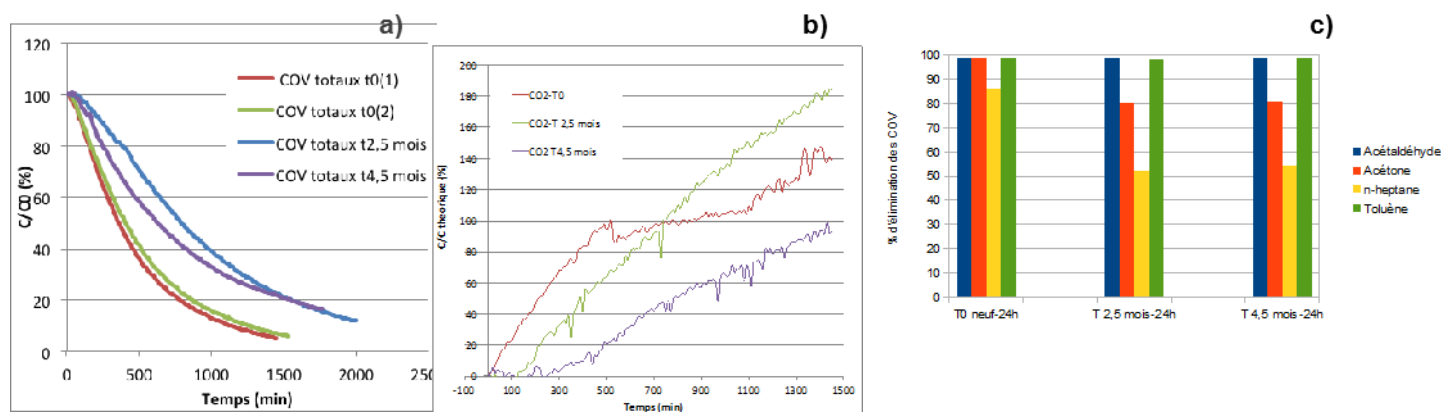


Figure 129 : Résultats pour la peinture P3 neuve ou vieillie (pendant 2,5 et 4,5 mois)

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite : Cinétique de dégradation des COVs totaux (a) ; Cinétique de minéralisation des COVs totaux (b) ; Pourcentage d'élimination de la peinture (neuve, vieillie 2,5 mois et vieillie 4,5 mois) des différents COVs introduits à 1 ppmV sous irradiation UVA pendant 24 heures (c) – Légende du graphe (c) : Acétaldéhyde/ bleu ; Acétone/ rouge ; N-Heptane/ jaune ; Toluène/ vert

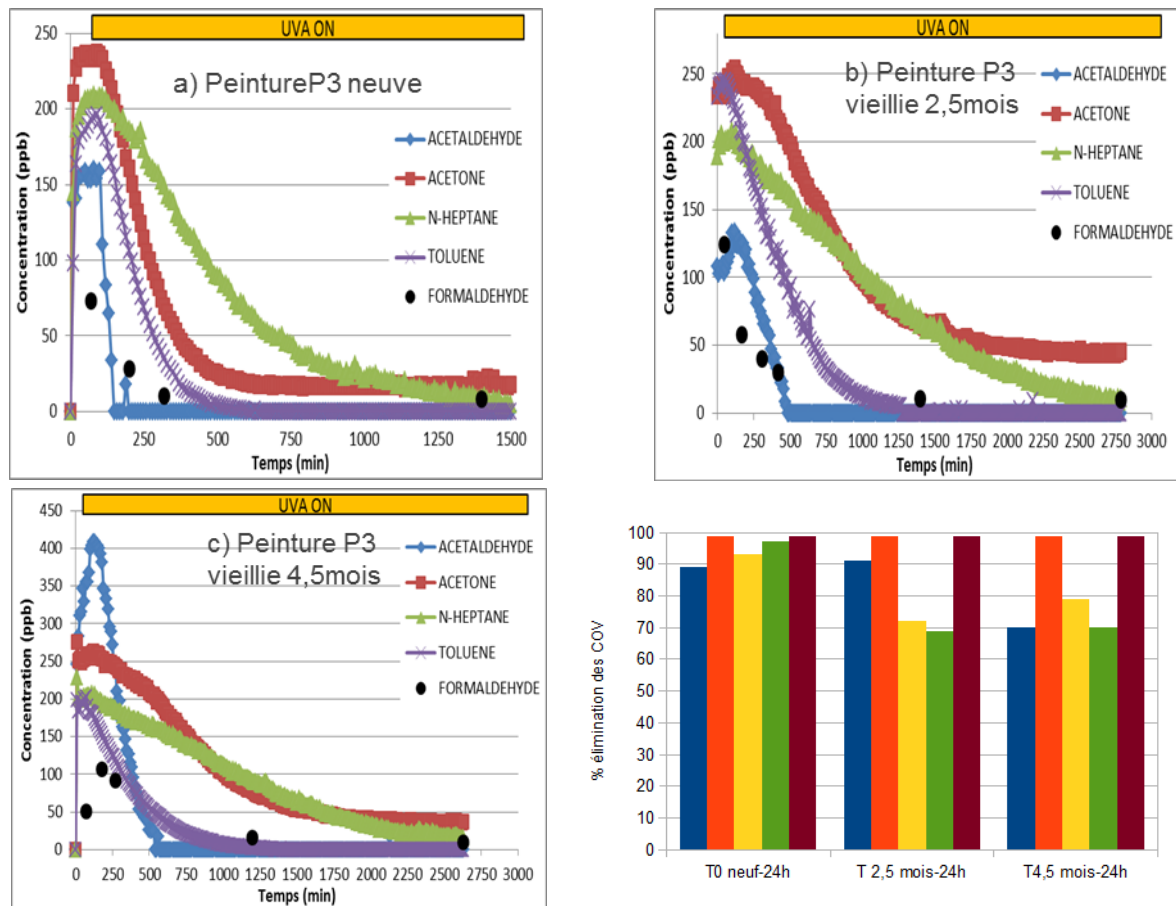
### 7.3.4.5 Tests d'efficacité de la peinture P3 neuve ou vieillie en présence de COVs ajoutés à 250 ppbV (irradiation UVA)

#### 7.3.4.5.1 Suivi des concentrations en COVs primaires

L'activité photocatalytique de la peinture P3 neuve est significative sur les 4 COVs ajoutés (250 ppbV). Le formaldéhyde et le *n*-heptane sont les composés les plus lentement dégradés. Après 24 heures de tests sous irradiation en lumière UVA, les concentrations résiduelles et individuelles par composé sont inférieures à 10 ppbV pour l'acétaldéhyde, le formaldéhyde, le *n*-heptane et le toluène. Par contre, la concentration résiduelle en acétone est inférieure à 20 ppbV (Figure 130a).

L'activité photocatalytique de la peinture P3 vieillie demeure significative après 2,5 et 4,5 mois d'exposition à la lumière visible, même si les pourcentages de dégradation du formaldéhyde, de l'acétone et du *n*-heptane diminuent légèrement (Figure 130b et 130c).

En revanche, les pourcentages de dégradation du toluène et de l'acétaldéhyde restent stables (Figure 130d).



**Figure 130 :** Suivi des concentrations en COVs pour la peinture P3 neuve ou vieillie en présence de 5 polluants ajoutés à 250 ppbV (irradiation UVA)

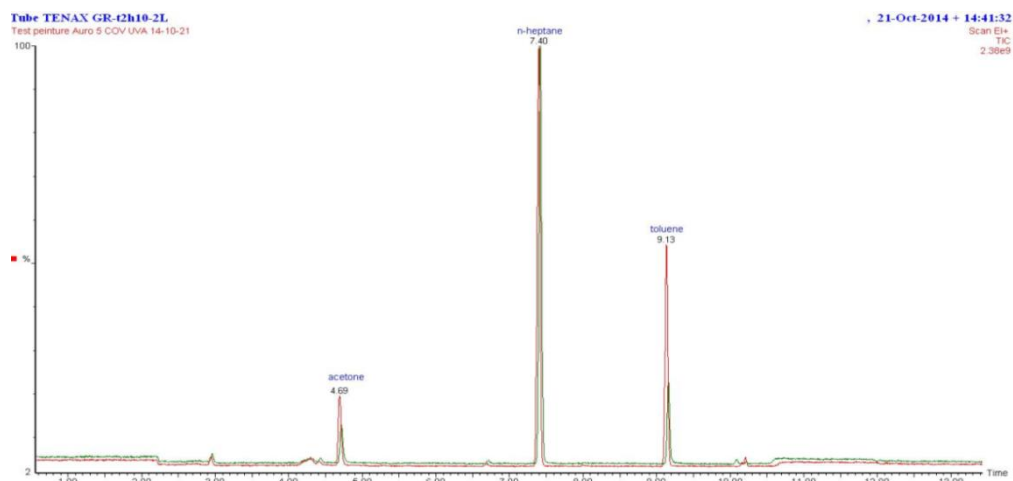
**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite et de haut en bas : Peinture neuve (a) ; Peinture vieillie pendant 2.5 mois(b) ; Peinture vieillie pendant 4.5 mois (c) ; Pourcentage d'élimination (%) des COVs après 24 heures d'irradiation (d)

Légende des graphes (a), (b) et (c) : Acétaldéhyde /tracé bleu (losange) ; Acétone /tracé rouge (carré) ; N-Heptane /tracé vert (triangle) ; Toluène /tracé violet (croix) ; formaldéhyde /noir (point)

Légende du graphe (d) : Formaldéhyde / bleu ; Acétaldéhyde / rouge ; Acétone / jaune ; N-Heptane / vert ; Toluène / marron

### 7.3.4.5.2 Suivi des concentrations en COVs secondaires (formés éventuellement durant le test)

La Figure 131 présente des chromatogrammes obtenus pour le test d'efficacité avec la peinture P3 neuve après l'analyse d'un échantillon d'air (2 litres) prélevés dans l'enceinte sur des tubes TENAX GR. Seuls les COVs initiaux (ajoutés) sont détectés. Aucun sous-produit de réaction éventuellement formé n'a été identifié.



**Figure 131** : Analyses par ATD-GC-MS (en rouge : prélèvement entre 2h05 à 2h15 ; en vert entre 4h05 à 4h15) réalisée pour la peinture P3 avec 250 ppbV polluants ajoutés dans l'enceinte suite à la mise en route d'une irradiation UVA

#### 7.3.4.6 Conclusion des tests d'efficacité pour la peinture P3 (irradiation en lumière visible ou UVA)

L'activité photocatalytique de la peinture P3 est significative. Elle est beaucoup plus marquée avec une irradiation en lumière UVA comparée aux résultats obtenus en lumière visible. Or, c'est le rayonnement visible qui est conventionnel en air intérieur.

Avec une irradiation en lumière UVA, il y a en effet une diminution quantitative des concentrations de 5 polluants, y compris pour le formaldéhyde après 20 à 41 heures d'irradiation. Avec une irradiation en lumière visible conventionnelle, seulement 30 % de la concentration en acétaldéhyde diminue après 24 heures de test. Aucune émission de sous-produit organique n'a été mise en évidence. Enfin, il y a une production de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) très nette dans les conditions expérimentales étudiées, même en l'absence de polluants ajoutés.

### 7.4 Quantification des nano et microparticules émises par les matériaux commercialisés (C5, P2, P3)

Les paramètres de fonctionnement de l'ELPI appliqués dans les tests avec les différents matériaux passifs testés (un carrelage C5 et deux peintures P2 et P3) sont les mêmes que ceux des tests avec les systèmes autonomes (Annexe 9).

L'ensemble des résultats pour le carrelage C5 et les peintures P2 et P3 sont détaillés en Annexe 4.

Les nano et microparticules sont collectées, avant et pendant le test, pour différents matériaux éclairés pendant plusieurs heures. Quel que soit le matériau passif (C5, P2, P3), la distribution des nano et microparticules ne varie pas de manière significative. Il n'a pas été mis en évidence de relargage quantifiable pour les nano et microparticules dans les conditions expérimentales mises en œuvre.

## 7.5 Efficacité du matériau innovant développé par ARMINES (selon la norme AFNOR XP B44-013)

Deux matériaux ont été développés par ARMINES (appelés dans la suite du document, produit n°1 et produit n°2). Seul le produit n°2 est photocatalytique. Il a été testé selon la norme XP B44-013 dans le cadre de l'étude SafePHOTOCAT. Les informations (synthèse, caractérisation) sur les produits sont confidentielles (à la date de rédaction du présent document) mais elles seront prochainement publiées par l'Ecole des Mines d'Alès.

### 7.5.1 Protocole mis en œuvre

- Une surface de 576 cm<sup>2</sup> formée de 16 plaques actives composites élaborées à base de verre (6\*6 cm<sup>2</sup> unitaire) est placée dans une enceinte fermée de 1,17 m<sup>3</sup> (déposées sur une surface de papier aluminium) ;
- L'irradiation est générée par un plafonnier équipé de 4 lampes UVA (des tubes fluorescents 18W 940 qui émettent autour de 365 nm, Figure 116, Tableau 24) recouvrant totalement la surface du média ;
- Avant et entre chaque test, l'enceinte est purgée pendant 12 heures avec un flux continu d'air propre humide sous UVA ;
- Un premier test, sans polluants ajoutés, est réalisé afin de contrôler les concentrations en COVs émis par le matériau ;
- Pour le test avec les polluants ajoutés (concentration de l'ordre de 1 ppmV pour chaque COV : acétaldéhyde, acétone, *n*-heptane et toluène), un suivi des concentrations en COVs émis et en CO<sub>2</sub> pour la quantification de la minéralisation est mis en œuvre ;
- Un ventilateur externe (débit de 190 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>) est utilisé pour l'homogénéisation des concentrations en polluants ajoutés, avant et durant tout le test.

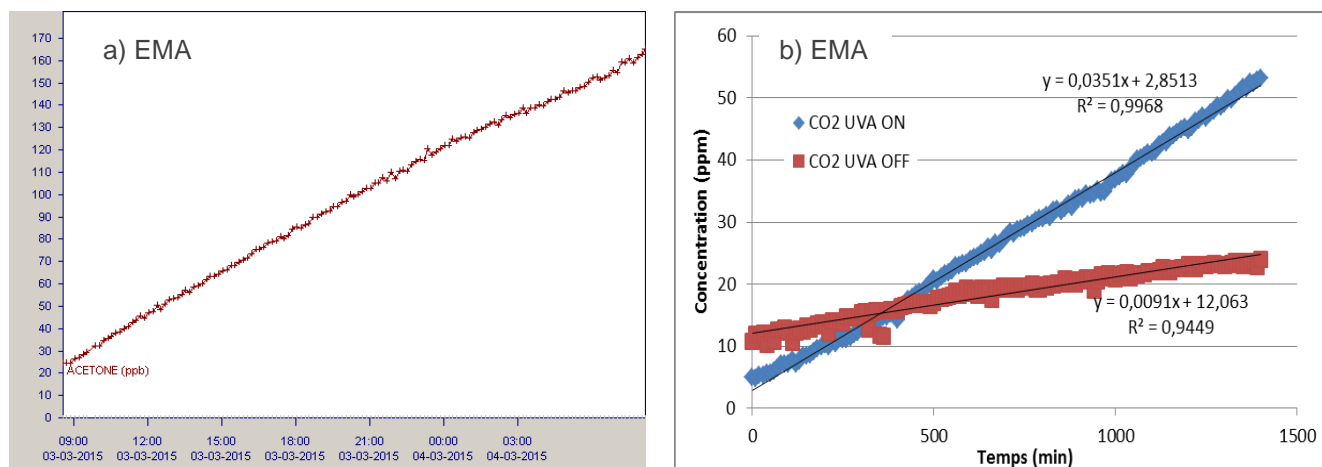


Figure 132 : Positionnement des plaques recouvertes du matériau ARMINES dans une enceinte de 1,17 m<sup>3</sup>

### 7.5.2 Tests d'efficacité pour le matériau EMA sans polluants ajoutés (irradiation UVA)

#### 7.5.2.1 Suivi des concentrations en COVs et CO<sub>2</sub> – relargage par le matériau EMA

En absence de COVs ajoutés, l'analyse par GC-PID montre une augmentation significative de la concentration en acétone durant le test (Figure 133a). L'analyse par GC-méthaniseur-FID montre une augmentation significative du CO<sub>2</sub> sur 24 heures, en comparaison du test réalisé à l'obscurité (Figure 133b).



**Figure 133** : Suivi des concentrations en acétone et en CO<sub>2</sub> émis par le matériau EMA, sans polluants ajoutés, sous une irradiation UVA (analyse en ligne par GC-PID) –

**NB** : Lecture de la figure de gauche à droite : Acétone/ tracé rouge (a) ; CO<sub>2</sub> (b) /UVA allumé ON (tracé bleu/losange) et /UVA éteint OFF (tracé rouge/carré)

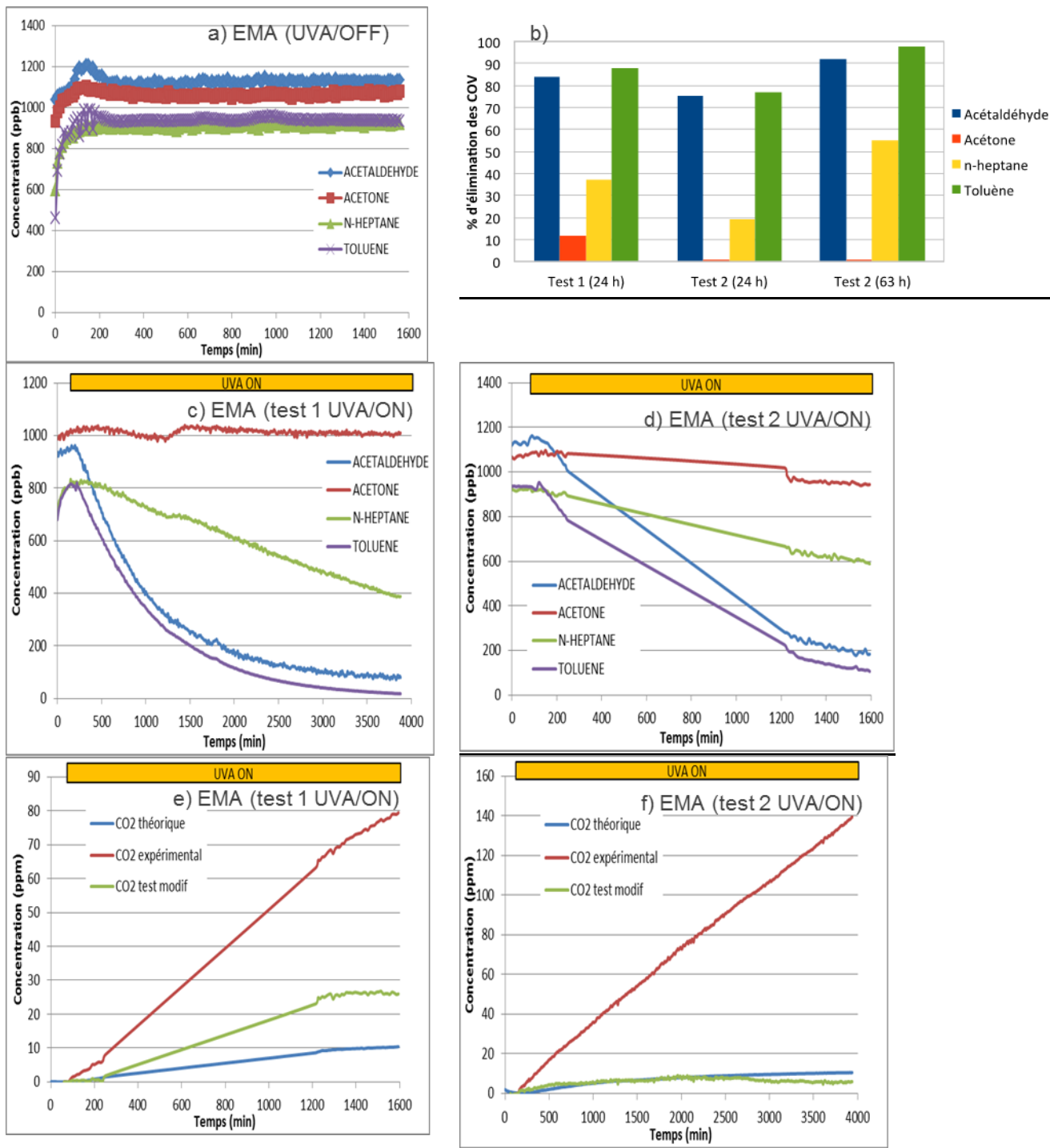
### 7.5.3 Tests d'efficacité pour le matériau EMA avec polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA)

En présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés (à une concentration d'environ 1 ppmV en chaque composé), les concentrations ne diminuent pas dans les conditions d'obscurité sur 24 heures de test (Figure 134a). En revanche, il y a une faible augmentation des concentrations en dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) sur 24 heures (moins de 15 ppmV) correspondant en fait à des infiltrations du CO<sub>2</sub> de l'air extérieur.

Sous une irradiation UVA (en mode ON), l'activité photocatalytique du matériau EMA est significative pour abattre les COVs ajoutés, excepté pour l'acétone (Figure 134c et d).

Le toluène et l'acétaldéhyde sont les composés les mieux éliminés par le matériau EMA. Deux tests successifs, sur 24 heures et jusqu'à 63 heures, sont réalisés pour le deuxième test. Les résultats indiquent des efficacités sensiblement différentes, c'est-à-dire que l'efficacité est inférieure pour le test après 24 heures d'irradiation (Figure 134b).

La concentration expérimentale en CO<sub>2</sub> (Figure 134e et f) est très supérieure à la concentration théorique (calculée avec l'hypothèse d'une minéralisation totale des 4 COVs). Ceci est dû au fait que le matériau génère du CO<sub>2</sub> sous l'effet des UVA en absence de COVs (Figure 133b). Une estimation du CO<sub>2</sub> produit par la dégradation des COVs est obtenue en soustrayant le CO<sub>2</sub> généré par le système seul en l'absence de COVs. On obtient les courbes vertes des Figure 134e et 134f qui indiquent soit une minéralisation expérimentale supérieure à la quantité théorique (cas du test 1) soit une minéralisation expérimentale un peu inférieure à la quantité théorique (cas du test 2). Ce résultat est en partie lié à l'imprécision du calcul étant donné que la quantité de CO<sub>2</sub> émise en absence de CO<sub>2</sub> est très supérieure à la quantité de CO<sub>2</sub> provenant de la minéralisation. Il est également supposé que le matériau s'est stabilisé après le premier test. Le matériau a minéralisé les composés organiques éventuellement adsorbés ou inclus lors de sa fabrication/conditionnement/transport.



**Figure 134 :** Suivi des concentrations en COVs et en CO<sub>2</sub> pour le matériau EMA avec 4 COVs ajoutés à 1 ppmV dans l'enceinte (irradiation UVA pendant 24 heures)

**NB :** Lecture de la figure de gauche à droite et de haut en bas : COVs sous UVA OFF(a) ; COVs sous UVA ON test 1(c) et test 2(d) – Acétaldéhyde /tracé bleu ; Acétone /tracé rouge ; N-Heptane /tracé vert ; Toluène /tracé violet ; CO<sub>2</sub> sous UVA ON test 1(e) et test 2(f) – CO<sub>2</sub> théorique /tracé bleu ; CO<sub>2</sub> expérimental /tracé rouge ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert ; Taux d'élimination (%) des COVs (b) – Acétaldéhyde /Bleu ; Acétone/ Rouge ; N-Heptane /Jaune ; Toluène /Vert

#### 7.5.4 Conclusions des tests d'efficacité pour le matériau EMA

Les premiers tests d'efficacité, réalisés sur un lot de 16 plaques d'un matériau composite (EMA) fourni par ARMINES, ne montrent pas des résultats significatifs dans des conditions d'obscurité (sur 24 heures).

Sous une irradiation en lumière UVA, l'action du matériau est significative pour l'acétaldéhyde et le toluène (dans une moindre mesure pour l'heptane). L'acétone n'est pas dégradé dans ces conditions ce qui est sans doute lié à l'émission d'acétone par le matériau lui-même en l'absence de polluants. La minéralisation des composés dégradés paraît être réalisée, mais elle est difficile à quantifier du fait d'une production très importante de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) par le matériau seul sous l'effet d'une irradiation par UVA en absence de COVs ajoutés.

Le matériau EMA présente donc des caractéristiques d'émissions de polluants (acétone et CO<sub>2</sub>) en absence de COVs ajoutés.

Le matériau EMA a une certaine efficacité pour les autres COVs analysés. Une poursuite des études de développement sur ce matériau est donc nécessaire pour améliorer ses performances.

#### 7.6 Conclusions sur l'efficacité photocatalytique des matériaux passifs (C5, P2, P3, EMA)

La performance des matériaux passifs en terme d'abattement des COVs a été analysée dans une enceinte en référence à la norme XP-B44-013.

Au total, 3600 cm<sup>2</sup> de matériaux (2 peintures et 1 carrelage) ont été testés avec des systèmes d'éclairage par plafonnier (soit des lampes en lumière visible ou en lumière UVA). L'agitation de l'air dans l'enceinte est assurée par un ventilateur externe.

Dans les conditions expérimentales étudiées pour l'étude SafePHOTOCAT :

- Deux matériaux passifs photocatalytiques testés, le carrelage C5 et la peinture P2, ne démontrent pas un abattement quantifiable des COVs, quel que soit l'éclairage utilisé (visible ou UVA, à quelques mW cm<sup>-2</sup>).

**NB :** Les indications des fournisseurs sont respectivement, pour C5 « *dépollue l'air ambiant et le désodorise* » et P2 « *contribue à l'assainissement de l'air intérieur en détruisant polluants et mauvaises odeurs* » ;

- Seule la peinture P3 qui a été exposée à la lumière UVA démontre une capacité significative d'abattement des COVs. Cela conduit à une minéralisation quantitative (abattement et minéralisation sont nettement plus faibles avec une lumière visible). Le vieillissement de la peinture P3 (obtenu sous une irradiation en lumière visible) conduit à diminuer la performance épuratoire mais elle reste quantifiable après 4,5 mois de vieillissement ;
- Le matériau innovant EMA, produit par ARMINES et exposé à une lumière UVA, conduit à une minéralisation partielle et donne des taux d'abattement variables suivant les différents COVs.

## 8 Conclusions et recommandations

### Principales conclusions

Dans le contexte actuel de la pollution de l'air intérieur et des problèmes de santé, les techniques de traitement de l'air par oxydation avancée et plus particulièrement la photocatalyse peuvent contribuer dans certaines conditions à réduire les concentrations en COVs dans l'air intérieur.

Depuis quelques années déjà, des épurateurs d'air autonomes ou des matériaux passifs utilisant des propriétés photocatalytiques sont commercialisés. Les fournisseurs de ces systèmes ou matériaux attestent d'une fonction dépolluante. Pour autant, la question se pose de savoir si cette fonction est bien démontrée en conditions réelles d'usage en air intérieur ?

L'étude SafePHOTOCAT a pour objectif d'évaluer les performances et l'innocuité de certains systèmes et matériaux photocatalytiques, déjà commercialisés et destinés au grand public, pour améliorer la qualité de l'air intérieur. A la différence d'autres solutions techniques pour le traitement de l'air intérieur, la fonction photocatalytique rencontrée dans les épurateurs autonomes ou les matériaux passifs implique une minéralisation complète des COVs mais elle est difficile à quantifier parfois (à cause d'une émission de CO<sub>2</sub> par l'épurateur lui-même ou de la présence de filtres moléculaires qui faussent les résultats).

En laboratoire, la validation des épurateurs et des matériaux concernant leurs efficacités à abattre des composés organiques volatils a été réalisée en référence à deux normes AFNOR :

- La norme XP B44-013 est spécifique pour les systèmes photocatalytiques qui sont introduits dans une enceinte fermée avec un mélange de 4 polluants injectés en une seule fois ;
- La norme XP B44-200 permet d'étudier tout type d'épurateur d'air avec un mélange de 4 polluants introduits en continu dans une enceinte. Bien que l'enceinte utilisée pour l'étude SafePHOTOCAT ne réponde pas entièrement aux critères de la norme XP B44-200, les conclusions issues des deux séries de tests sont cohérentes.

Pour les quatre systèmes analysés avec une fonction photocatalytique (ou épurateurs autonomes) :

- Dès la mise en route, deux systèmes (E1, E10) sont peu ou pas performants et aussi insalubres car ils émettent des COVs (dont du formaldéhyde dangereux pour la santé).
- Deux autres systèmes (E8, E15) se montrent efficaces en enceinte pour éliminer des COVs en air intérieur, y compris pour le formaldéhyde ajouté au mélange des polluants testés. Ces deux derniers systèmes n'émettent pas de sous-produits de dégradation en quantités notables.
  - Parmi les deux systèmes les plus efficaces, un seul (E8) émet aussi des NO<sub>x</sub> du fait d'un filtre à particules instable lorsqu'il est exposé en lumière UVA (testé d'après la norme XP B44-200 qui exige entre autres de considérer l'analyse de l'ozone (O<sub>3</sub>) et des oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>)). Les équipes de recherche de l'étude SafePHOTOCAT ont informé le fournisseur français des résultats obtenus avec son système et lui ont préconisé de modifier la nature du filtre. Si le filtre était ainsi modifié, le système E8 pourrait être considéré comme efficace et salubre.
  - Après plusieurs mois de fonctionnement, les deux épurateurs autonomes les plus performants, E8 et E15, continuent à montrer de bonnes performances mais de manière plus limitée toutefois pour l'un des systèmes (E8) du fait de la diminution de l'intensité lumineuse des lampes.

L'étude SafePHOTOCAT a également permis d'étudier l'efficacité de plusieurs matériaux passifs en termes d'abattements des COVs en air intérieur :

- Deux peintures (P2 et P3) et un carrelage (C5) à fonction photocatalytique sont étudiés en enceinte selon la norme XP B44-013. Un matériau photocatalytique innovant (EMA) développé par ARMINES a également été testé en enceinte suivant la norme XP B44-013.
- Les tests d'efficacité sont concluants dans le cas d'une des deux peintures (P3) exposée à une irradiation en lumière UVA. Par contre, la peinture P3 exposée à une lumière visible, qui est une situation d'éclairage conventionnelle en milieu intérieur, montre des performances beaucoup plus faibles avec un abattement partiel de certains COVs.

- Le matériau EMA a démontré des performances épuratoires significatives par une oxydation photocatalytique des COVs ajoutés (sauf pour l'acétone qui est généré par le matériau lui-même). Ce matériau a été conçu pour minimiser les pertes de charge provoquées par des passages de flux à travers des épurateurs dynamiques. L'étude SafePHOTOCAT a aussi montré qu'un travail de recherche et développement sur ce matériau s'avérait encore nécessaire afin d'améliorer ses propriétés et ses performances.

Pour les deux épurateurs autonomes les plus efficaces (E8 et E15 testés au laboratoire), les essais également réalisés dans les deux plateformes (EVALIS/40m<sup>3</sup> et BEF/35m<sup>3</sup>) pour simuler des conditions réelles d'usage ont permis de confirmer :

- un abattement très significatif des COVs les plus lourds (alpha-pinène et hexanal, notamment). Ces deux épurateurs E8 et E15 avaient été sélectionnés sur la base des débits d'air épuré (CADRs) mesurées en enceinte (suivant la norme XP-B44-013).
- Par contre, les concentrations en COVs légers (formaldéhyde, acétaldéhyde, acétone) diminuent de façon beaucoup plus limitée (voire négligeable), voir même dans un seul cas augmentent légèrement. Cependant, les valeurs de concentration en formaldéhyde, acétaldéhyde et acétone restent toujours inférieures aux valeurs guides pour l'air intérieur (VGAI : 30 µg m<sup>-3</sup> pour le formaldéhyde), sauf dans un cas avec 84 µg m<sup>-3</sup>.

Pour les deux systèmes E8 et E15, les résultats obtenus en plateformes expérimentales sont assez différents de ceux obtenus en enceinte avec d'excellentes performances. Ces résultats peuvent être liés à une émission en continu de COVs par les matériaux de construction de la plate-forme et à une minéralisation avérée des COVs lourds qui génèrent en continu du formaldéhyde et de l'acétaldéhyde ou de l'acétone dans une moindre mesure.

L'épurateur E15 qui présente les débits d'air épuré (CADRs) les plus importants en enceinte au laboratoire, démontre également les meilleures performances dans les deux plateformes étudiées (EVALIS et BEF) en terme d'abattement des COVs (y compris pour les plus légers) avec une concentration en formaldéhyde toujours inférieure à la VGAI. Le vieillissement de l'appareil après 4 mois d'utilisation entraîne une légère baisse d'efficacité mais la minéralisation des COVs est toujours effective. Il n'a pas été mis en évidence d'émissions de sous-produits de dégradation ou de micro/nanoparticules. Le système E15 présente donc pour les consommateurs à la fois toutes les caractéristiques d'une bonne efficacité et d'une complète sécurité. Le système E15 peut être retenu comme étant une méthode sûre de purification de l'air en milieu intérieur dans le respect des consignes d'usage de l'appareil.

L'ensemble des données recueillies dans l'étude SafePHOTOCAT montre bien qu'une extrapolation de tests normalisés n'est pas toujours évidente pour des conditions proches de la réalité. En effet, de nombreux critères agissent sur la performance des systèmes. Les conditions de mise en œuvre des épurateurs, leurs configurations aérauliques, leurs vieillissements, les taux de renouvellement d'air ainsi que l'humidité relative de la pièce, peuvent avoir une influence considérable sur les niveaux d'abattement des polluants. Par ailleurs, les variations de température génèrent également des variations importantes sur les concentrations en polluants émis par les matériaux constitutifs. Tous ces paramètres sont donc à prendre en compte pour évaluer les performances des épurateurs d'air en situation réelle.

Parmi les quatre matériaux passifs (C5, P2, P3 et EMA), testés en enceinte dans l'étude SafePHOTOCAT, deux seulement P3 et EMA présentent des propriétés épuratoires pour les COVs, surtout en lumière UVA mais plus limitée en lumière visible. Par contre, une diminution des performances est constatée en fonction du vieillissement du matériau.

Pour tous les systèmes (ou épurateurs autonomes) et matériaux, étudiés dans une enceinte et dans des plateformes (EVALIS et BEF), les émissions de micro/nanoparticules ont été contrôlées pour différents stades de vieillissement des systèmes et matériaux. Pour toutes ces situations (conditions en laboratoire ou conditions réelles simulées en plate-forme), aucune émission de micro/nano particules contenant du titane n'a pu être mise en évidence.

### Plusieurs recommandations

D'après les résultats de l'étude SafePHOTOCAT, quelques recommandations peuvent être données :

- Une évaluation des épurateurs mis sur le marché est absolument indispensable. En effet, certains appareils commercialisés sont non seulement inefficaces mais également potentiellement dangereux puisqu'ils peuvent émettre des composés organiques volatils (COVs) en absence de pollution ajoutée. Une évaluation des propriétés « dépolluantes » des systèmes ou matériaux photocatalytiques apparaît également nécessaire au vu des performances très limitées de certains d'entre eux.
- Deux normes AFNOR, XP-B44-013 et XP-B44-200, proposent de réaliser une évaluation pour les épurateurs d'air autonome à fonction photocatalytique qui soit à la fois sûre, performante et relativement facile à mettre en œuvre. Ces deux normes sont complémentaires. Dans les deux cas, un contrôle de l'humidité relative dans l'enceinte est indispensable pour tenir compte de la sensibilité à ce paramètre dans les performances épuratoires constatées pour les différents systèmes ou matériaux passifs
  - La norme XP B44-013 permet d'évaluer une fonction photocatalytique grâce à l'analyse du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) qui est produit par la minéralisation des COVs.
  - En complément, la norme XP B44-200 évalue les productions d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) et d'ozone (O<sub>3</sub>) avec un ajout de polluants en continu.
- Malgré le niveau d'incertitude des débits d'air épuré (CADRs) mesurés sur les COVs totaux, ces données permettent de comparer les épurateurs entre eux. Une bonne corrélation est constatée entre les résultats de CADRs mesurés en enceinte et ceux en plate-forme. Un CADR légèrement inférieur à 40 m<sup>3</sup> h<sup>-1</sup> est mesuré pour l'épurateur (système E15) présentant les meilleures performances épuratoires.
- L'épurateur le plus performant (E15) pourrait satisfaire à un renouvellement d'air à 0,5 vol h<sup>-1</sup> sans autre apport d'air.
- Sous réserve d'une conception et d'un dimensionnement corrects des systèmes, les résultats présentés dans l'étude SafePHOTOCAT démontrent aussi que les épurateurs photocatalytiques testés sont bien adaptés à l'abattement des polluants en air intérieur.
- Les performances des épurateurs peuvent être améliorées dans certains cas si les propriétés du filtre photocatalytique sont optimisées. Ces considérations impliquent la mise en œuvre conjointe d'expertises en chimie (analytique et chimie des matériaux) et en ingénierie.
- L'étude SafePHOTOCAT a donc démontré grâce à des résultats fiables, obtenus avec des conditions expérimentales définies, qu'il est utile d'encadrer l'évaluation des systèmes et matériaux photocatalytiques (PCO) :
  - Dans la mesure où les deux épurateurs les plus performants (E8 et E15) sont commercialisés en France par des fournisseurs français, les pouvoirs publics français peuvent avoir un rôle à jouer pour inciter les fabricants à améliorer leurs produits et ainsi agir au premier plan sur le marché européen.
  - Dans la mesure où certains produits, en provenance d'Asie notamment, peuvent être distribués sur le marché européen, une certification des épurateurs autonomes en air intérieur (photocatalytiques ou non) apparaît indispensable pour assurer la sécurité des consommateurs et mieux encadrer le développement de ce marché
- L'étude SafePHOTOCAT a aussi démontré l'intérêt d'une vérification de l'efficacité de la technologie, et à ce titre :
  - Le programme européen Environmental Technology Verification (ETV) que l'ADEME met en œuvre en France propose aux entreprises qui vendent des éco-technologies innovantes de faire vérifier leurs allégations de performance par un organisme reconnu et indépendant. Ce dispositif ETV innovant pourrait donc permettre aux produits issus de la photocatalyse de gagner en crédibilité lors de la mise sur le marché.

## 9 Valorisation de l'étude SafePHOTOCAT

### Communications orales

Efficiency and harmfulness of air-purifying photocatalytic commercial devices: from standardized chamber tests to nanoparticles release, N. Costarramone, B. Kartheuser, C. Pecheyran, T. Pigot, S. Lacombe. *8th European meeting on solar chemistry and photocatalysis: Environmental applications, SPEA8*, Thessalonique, Grèce, 25-28 juin 2014.

Efficiency and harmfulness of air-purifying photocatalytic commercial devices and materials: VOCs degradation and nanoparticles release, N. Costarramone, B. Kartheuser, V. Desauziers, C. Pecheyran, T. Pigot, S. Lacombe. *ATMOS'Fair*, 24-25 septembre 2014, Lyon.

Evaluation des performances de matériaux et systèmes photocatalytiques commerciaux : tests en laboratoire et à l'échelle pilote, N. Costarramone, C. Cantau, V. Desauziers, C. Pecheyran, S. Lacombe. *ATMOS'Fair*, 9-10 juin 2015, Lyon.

Evaluation des performances de matériaux et systèmes photocatalytiques commerciaux : tests normalisés en laboratoire et passage à l'échelle pilote, S. Lacombe, N. Costarramone, C. Cantau, V. Desauziers, C. Pecheyran, T. Pigot. *ADEBIOTECH, La qualité de l'air pour la Santé*, 22-23 juin 2015, Romainville.

Commercial photocatalytic air-purifiers: European standard and pilot room experiments, N. Costarramone, C. Cantau, V. Desauziers, C. Pecheyran, B. Kartheuser, T. Pigot, S. Lacombe. *The 20<sup>th</sup> International Conference on Semiconductor Photocatalysis & Solar Energy Conversion (SPASEC-20)*, 16-19 Novembre 2015, San Diego.

Photocatalytic air-purifiers for indoor air : European standard and pilot room experiments. N. Costarramone, C. Cantau, V. Desauziers, C. Pecheyran, B. Kartheuser, T. Pigot, S. Lacombe. *Indoor Air*, Ghent, Belgium July 3-8 2016.

### Publications scientifiques

Costarramone N., Kartheuser B., Pecheyran C., Pigot T. et Lacombe S., Efficiency and harmfulness air-purifying photocatalytic commercial devices: from standardized chamber tests to nanoparticles release, *Catalysis Today*, 252, 35-40 (2015).

## Références bibliographiques

- [1] Fisk W.J., Rosenfeld A.H., Estimates of improved productivity and health from better indoor environment (1997) *Indoor air*, 7, 158-172.
- [2] Paz Y., Application of TiO<sub>2</sub> photocatalysis for air treatment: Patents' overview (2010) *Appl. Catal. B : Environ.* 99, 448-460.
- [3] Kirchner S, Arenes JF, Cochet C, et al., Etat de la qualité de l'air dans les logements français. (2007) *Env. Risque Santé*, 6, 259-69. Doi: 10.1684/ers.2007.0096.
- [4] Zhang Y., Mo J. et al., Can commonly-used fan-driven air cleaning technologies improve indoor air quality? A literature review (2011) *Atm. Environ.* 45, 4329-4349.
- [5] Zeltner W.A., Tomkins D.T., Shedding light on photocatalysis (2005) *ASHRAE Trans.* 2, 111, paper no. DE-05-5-1, p. 523-534.
- [6] Tomkins D.T., Lawnicki B.J., Andreson M. A., Evaluation of photocatalysis for gas-phase air cleaning. Part 1: Process, technical and sizing considerations. (2005) *ASHRAE Trans.* 2, 111, paper no. 4791, 60-84.
- [7] Mo J., Zhang Y., Xu Q. Joaquin Lamson J., Zhao R., Photocatalytic purification of volatile organic compounds in indoor air : a literature review, (2009) *Atm. Environ.* 43, 229-2246.
- [8] Blake D.M., bibliography of work on the heterogeneous photocatalytic removal of hazardous compounds from water and air, (1997) National Renewable Energy Laboratory, NREL/TP-430-22197 I UC Category 1600 I DE97000084.
- [9] ISO/FDIS 22197-2, 2011, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for air-purification performance of semiconducting photocatalytic materials — Part 4: Removal of acetaldehyde.
- [10] Tokarek S., Barreau N., Capela S., Nicolas M., Maupetit F., Ritoux S., Squinazi F., Guillosoy G., Ezratty V., Robert-Gnansia E., Caractérisation de l'efficacité chimique et particulière d'un épurateur d'air photocatalytique autonome (2011) *Environ. Risque et Santé*, 10,35-45.
- [11] Kartheuser B., Costarramone N., Pigot T., Lacombe S., Normacat project: normalized closed chamber tests for evaluation of photocatalytic voc treatment in indoor air. Formaldehyde determination 2012, *Environmental Science and Pollution Research* (2012) 19, 3763-3771.
- [12] Debono O., Thèse N°2011EMNA0005, Oxydation photocatalytique de composés organiques volatils et suivi de leurs intermédiaires réactionnels : étude en réacteurs statique et dynamique à des concentrations typiques de l'air intérieur (15 décembre 2011) Université Nantes Angers Le Mans.
- [13] Wang S., Ang H.M., Tade M.O., Volatile organic compounds in indoor environment and photocatalytic oxidation : state of the art (2007) *Environ. Internat.* 33, 694-705.
- [14] Gunschera J., Andersen J.R., Sculz N., Salthammer T., Surface-catalyzed reactions on pollutant-removing building products for indoor use (2009) *Chemosphere*, 75, 476-482.
- [15] Chen J., Poon C., Photocatalytic construction and building materials : from fundamentals to applications (2009) *Building Environ.* 44, 1899-1906.
- [16] Hodgson A.T., Sullivan D.P., Fisk W.J., Evaluation of ultra-violet photocatalytic oxidation (UVPCO) for indoor air applications : conversion of VOCs at low ppb concentrations (2005) Publication of Lawrence Berkeley National Laboratory, LBNL-58936 and 2006, LBNL-59631.
- [17] Jo W.-K., Park K.-H., Heterogeneous photocatalysis of aromatic and chlorinated volatile organic compounds (VOCs) for non-occupational indoor air application (2004) *Chemosphere*, 57, 555-565.
- [18] Shiraishi F., Toyoda K., Miyakawa H., Decomposition of gaseous formaldehyde in a photocatalytic reactor with a parallel array of light sources 2. Reactor performance (2005) *Chemical Engineering Journal* 114, 145–151.
- [19] Ao C.H., Lee S.C., Indoor air purification by photocatalyst TiO<sub>2</sub> immobilized on an activated carbon filter installed in an air cleaner (2005) *Chemical Engineering Science* 60, 103-109.

- [20] Sleiman M., Conchon P., Ferronato C., Chovelon J-M., Photocatalytic oxidation of toluene at indoor air levels (ppbv): Towards a better assessment of conversion, reaction intermediates and mineralization (2009) Applied Catalysis B: Environmental 86, 159–165.
- [21] Vildoza D., Portela R., Ferronato C., Chovelon J-M., Photocatalytic oxidation of 2-propanol/toluene binary mixtures at indoor air concentration levels (2011) Applied Catalysis B: Environmental 107, 347–354.
- [22] Destailats H., Sleiman M., Sullivan D., Jacquiod C., Sablayrolles J., Molins L., (2012) Appl. Catal. B Environ. 128, 159-170.
- [23] Hay S.O., Obee T.N., Thibaud-Erkey C. The deactivation of photocatalytic based air purifiers by ambient siloxanes (2010) Applied Catalysis B: Environmental 99, 435–441.
- [24] Hsu L-Y and Chein H-M., Evaluation of nanoparticle emission for TiO<sub>2</sub> nanopowder coating materials (2007) Journal of Nanoparticle Research 9, 157-163.
- [25] Dylla H, Hassan M., J. Nanoaprt. Res. Characterization of nanoparticles released during construction of photocatalytic pavements using engineered nanoparticles (2012) J. Nanaopart. Res. 14, 825.
- [26] Justino C., Rocha-Santos T., Duarte A., Sampling and characterization of nanoaerosol in different environments (2011) Trends in Analytical Chemistry, 30(3), 554-567.
- [27] Golanski L., Gaborieau A., Guiot A., Uzu G., Chatenet J. and Tardif F., Characterization of abrasion-induced nanoparticle release from paints into liquids and air (2011) Journal of Physics: Conference Series 304, 012062.
- [28] Tuduri L., Desauziers V.et al. (2000), Journal of Microcolumn Separation, 12: 550-557; Tuduri L, Desauziers V.et al. (2002) Journal of Chromatography A., 963: 49-56; Tuduri L., Desauziers V.et al. (2003) Analyst, 128 : 1028-1032.
- [29] Larroque V., Desauziers V., Mocho P. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2006, 386: 1457-1464.
- [30] V. Desauziers, B. Auguin, « Dispositif et méthode de prélèvement de gaz », BNT206498FR00, dépôt le 4/08/2010. (n° de publication : 296375).
- [31] Desauziers V.et al. Demande de brevet français n° 1003271 du 08/08/2010 (co-propriété ARMINES/Auguin).
- [32] Desauziers V., et al. (2012) Ed. Techniques de l'Ingénieur – Recherche et Innovation, IN149.
- [33] Chen W, Gao Z, Zhang JS, Kosar D, Walker CE, Novosel D (2006) Reduced energy use through reduced indoor contamination in residential buildings, National Center for Energy Management and Buildings Technologies, Final Report NCEMBT 061106.

## Index des tableaux et figures

### Tableaux

<b>Tableau 1</b> : Principales caractéristiques (débit max, source d'irradiation, types de fonction épuratrice) des épurateurs autonomes commercialisés retenus pour l'étude SafePHOTOCAT.....	14
<b>Tableau 2</b> : Concentrations mesurées pour le système E1 dans les tests sans COVs ajoutés, avec un système en fonctionnement (mode ON).....	16
<b>Tableau 3</b> : Rendement d'abattement des concentrations en COVs pour le système E1 neuf (en mode ON) après ajout d'un mélange de COVs (acétaldéhyde, acétone, N-heptane, toluène). .....	20
<b>Tableau 4</b> : Rendement d'abattement des concentrations en COVs pour le système E10 neuf éteint (mode OFF) après ajout d'un mélange de 4 COVs à 250 ppbV .....	29
<b>Tableau 5</b> : Valeurs d'irradiance des lampes du système E8 en fonction du temps de fonctionnement.....	34
<b>Tableau 6</b> : Rendement d'abattement des concentrations en COVs à 1ppmV pour le système E15 neuf .....	41
<b>Tableau 7</b> : Valeurs d'irradiance des lampes du système E15 en fonction du temps de fonctionnement (neuf et vieilli 4 mois) .....	43
<b>Tableau 8</b> : Rendement d'abattement des concentrations en COVs à 250 ppbV pour le système E15 neuf et vieilli 4 mois.....	43
<b>Tableau 9</b> : Suivi de l'humidité relative (HR) et de la température (T) durant les mesures en nano et microparticules dans l'enceinte/épurateur E1 .....	66
<b>Tableau 10</b> : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules en laboratoire .....	67
<b>Tableau 11</b> : Description des matériaux dans les modules Evalis et BEF .....	68
<b>Tableau 12</b> : Concentrations moyennes en COVs mesurées dans la plate-forme EVALIS/sans épurateur avec une simulation de pollution (planches+plinthes et/ou détergent) .....	72
<b>Tableau 13</b> : Conditions expérimentales pour les tests dans la plateforme EVALIS (en présence d'un épurateur) .....	73
<b>Tableau 14</b> : Concentrations moyennes en polluants (12 COVs) mesurées dans la plate-forme BEF/sans épurateur (cellule vide -blanc) sans simulation de pollution.....	74
<b>Tableau 15</b> : Conditions expérimentales pour les tests dans la plate-forme BEF (en présence d'un épurateur, cas pour E8).....	74
<b>Tableau 16</b> : Description des phases de l'étude avec le système E15 dans la plate-forme EVALIS .....	75
<b>Tableau 17</b> : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules dans la plate-forme EVALIS avec le système E15.....	84
<b>Tableau 18</b> : Les phases de l'étude avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF .....	85
<b>Tableau 19</b> : Les phases de l'étude avec le système E8 dans la plate-forme EVALIS .....	88
<b>Tableau 20</b> : Résultats d'analyses du titane par HR-ICP-MS sur des prélèvements totaux de nanoparticules dans la plate-forme EVALIS avec le système E8.....	91
<b>Tableau 21</b> : Les phases de l'essai avec le système E8 dans la plate-forme BEF.....	92
<b>Tableau 22</b> : Comparaison des performances des systèmes E1, E8, E10 et E15 selon différentes conditions de test .	97
<b>Tableau 23</b> : Débits d'air épuré (CADRs) calculés pour les COVs totaux à 1 ppmV et 250 ppbV avec les systèmes E8 et E15.....	97
<b>Tableau 24</b> : Valeurs d'irradiance mesurées avec les 2 types de lampe utilisées (en lumière visible et lumière UVA)	100

## Figures

<b>Figure 1</b> : La photocatalyse (PCO) par secteurs au niveau mondial – Marché et évolution commerciale .....	9
<b>Figure 2</b> : Exemples de chromatogramme pour le système E1, neuf et vieilli, sans COVs ajoutés (analyse en ligne GC-PID) .....	17
<b>Figure 3</b> : Suivi des concentrations en acétaldéhyde et en acétone par GC-PID pour le système E1, neuf et vieilli, sans COVs ajoutés .....	17
<b>Figure 4</b> : Analyse pour le système E1 neuf d'un échantillon d'air, prélevé dans l'enceinte par ATD-GC-MS, après 24 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés .....	17
<b>Figure 5</b> : Analyses d'échantillons d'air, prélevés dans l'enceinte, par ATD-GC-MS, après 64 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés .....	18
<b>Figure 6</b> : Analyse pour le système E1 vieilli 17 jours par HPLC-UV d'un échantillon d'air, prélevé dans l'enceinte après 64 heures de fonctionnement (Test sans COVs ajoutés) .....	18
<b>Figure 7</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> avec le système E1 neuf (a) et vieilli pendant 17 jours (b) sans COVs ajoutés .....	19
<b>Figure 8</b> : Suivi des concentrations en COVs (GC-PID) pour le système E1 neuf, après ajout d'un mélange de COVs	20
<b>Figure 9</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> avec le système E1 neuf en présence d'un mélange de COVs (acétaldéhyde, acétone, N-heptane, toluène) .....	21
<b>Figure 10</b> : Exemples de chromatogramme pour le système E10 sans COVs ajoutés (par analyse en ligne GC-PID) .	22
<b>Figure 11</b> : Suivi des concentrations en acétaldéhyde et en acétone pour le système E10 neuf sans COVs ajoutés (analyse GC-PID) .....	23
<b>Figure 12</b> : Suivi des concentrations en acétone (par GC-PID) pour le système E10 sans COVs ajoutés .....	23
<b>Figure 13</b> : Analyse pour le système E10 neuf par ATD-GC-MS après 24 heures de fonctionnement sans COVs ajoutés .....	23
<b>Figure 14</b> : Analyse pour le système E10 sans COVs ajoutés, vieilli 21 jours, par ATD-GC-MS à t <sub>0</sub> (tracé en rouge) et après 17 heures de fonctionnement (tracé en violet) .....	24
<b>Figure 15</b> : Analyse pour le système E10 vieilli 21 jours (par HPLC-UV) d'un échantillon d'air prélevé après 17 heures de fonctionnement (Test sans COVs ajoutés) .....	24
<b>Figure 16</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> avec le système E10 neuf et vieilli (21, 108, 228 jours) sans COVs ajoutés .....	25
<b>Figure 17</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le système E10 allumé (mode ON), neuf et vieilli (21, 108, 228 jours), en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV .....	26
<b>Figure 18</b> : Pourcentage de COVs éliminés pour le système E10, neuf et vieilli (21, 108 et 228 jours), avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV .....	27
<b>Figure 19</b> : Analyse pour le système E10 neuf par HPLC-UV d'un échantillon d'air (en fin de test, avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV) .....	27
<b>Figure 20</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> pour le système E10 allumé (mode ON), neuf (a) et vieilli (21, 108 et 228 jours), avec un mélange de COVs ajoutés à 1 ppmV .....	28
<b>Figure 21</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le système E10 neuf allumé (mode ON) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV .....	29
<b>Figure 22</b> : Analyse pour le système E10 neuf par HPLC-UV d'un échantillon d'air prélevé en fin de test (avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV) .....	29

<b>Figure 23</b> : Analyse pour le système E10 neuf (par ATD-GC-MS) d'échantillons d'air prélevés dans l'enceinte à t=400 min (bas) et t=1210 min (haut) après ajout d'un mélange de 4 COVs à 250 ppbV.....	30
<b>Figure 24</b> : Exemples de chromatogramme pour le système E8 (par GC-PID) après 24 heures de fonctionnement du système, sans COVs ajoutés.....	31
<b>Figure 25</b> : Analyse pour le système E8 neuf allumé (par ATD-GC-MS en mode ON) sans COVs ajoutés – à t=0 (en vert) et après 24 heures de fonctionnement (en rouge) - .....	31
<b>Figure 26</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> (par GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 neuf et vieilli (pendant 1, 2 et 4 mois) sans COVs ajoutés .....	32
<b>Figure 27</b> : <i>Suivi des concentrations en COVs (analyse par GC-PID) et en CO<sub>2</sub> pour le système E8 avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV</i> .....	33
<b>Figure 28</b> : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 1, 2 et 4 mois (COVs ajoutés à 1 ppmV).....	33
<b>Figure 29</b> : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 4 et 4,5 mois et/ou du changement de lampes et media (COVs ajoutés à 1 ppmV) .....	34
<b>Figure 30</b> : Suivi des concentrations en COVs (par GC-PID) pour le système E8 allumé (mode ON), neuf et vieilli pendant 4 mois avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV .....	35
<b>Figure 31</b> : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR), calculé pour la somme des COVs, pour le système E8 neuf et en fonction du vieillissement à 1, 2 et 4 mois (4 COVs ajoutés à 250 ppbV).....	35
<b>Figure 32</b> : Analyses pour le système E8 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 4 COVs à 250 ppbV à différents temps de prélèvement .....	36
<b>Figure 33</b> : Concentrations en formaldéhyde à différents temps de prélèvement, avec un mélange de 4 COVs à 250 ppbV, pour l'appareil E8 en fonction du vieillissement (LD=5 ppbV).....	36
<b>Figure 34</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le système E8 neuf et vieilli 4 mois avec un mélange de 5 polluants ajoutés à 250 ppV .....	37
<b>Figure 35</b> : Analyses pour le système E8 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 5 polluants à 250 ppbV à différents temps de prélèvement .....	38
<b>Figure 36</b> : Exemples de chromatogrammes pour le système E15 neuf et vieilli pendant 2 mois (par analyse en ligne GC-PID) sans COVs ajoutés, après 24 heures de fonctionnement .....	39
<b>Figure 37</b> : Analyse pour le système E15 neuf sans COVs ajoutés, par ATD-GC-MS – Système éteint à t=0 (tracé en rouge) ; Système allumé après 24 heures de fonctionnement (tracé en vert). .....	40
<b>Figure 38</b> : Suivi des concentrations en CO <sub>2</sub> (par GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 neuf et vieilli (pendant 1, 2 et 4 mois) sans COVs ajoutés .....	40
<b>Figure 39</b> : Suivi des concentrations en COVs totaux (analyse par GC-PID) et des concentrations en CO <sub>2</sub> pour le système E15 (neuf et vieilli 1, 2 et 4 mois) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV.....	42
<b>Figure 40</b> : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR) en fonction du vieillissement (COVs à 1 ppmV) pour le système E15 .....	42
<b>Figure 41</b> : Suivi des concentrations en COVs (par GC-PID) pour le système E15 neuf et vieilli 4 mois avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV .....	43
<b>Figure 42</b> : Valeurs expérimentales du débit d'air épuré (CADR), calculés pour la somme des COVs, pour le système E15 en fonction du vieillissement (avec 4 COVs ajoutés à 250 ppbV) .....	44
<b>Figure 43</b> : Système E15 neuf (par ATD-GC-MS) avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV : analyses à différents temps de prélèvement (T <sub>0</sub> , T <sub>5-15 mn</sub> , T <sub>30-40 mn</sub> ) .....	44
<b>Figure 44</b> : Concentrations en formaldéhyde pour le système E15 neuf et en fonction du vieillissement (1, 2 et 4 mois) avec un mélange de 4 COVs ajoutés à 250 ppbV, (LD=5 ppbV), à différents temps de prélèvement (5-20mn, 30-45mn).....	45

<b>Figure 45</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le système E15 neuf et vieilli 1 mois avec un mélange de 5 polluants ajoutés à 250 ppbV .....	46
<b>Figure 46</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 neuf (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés en référence à la norme XP B44-200.....	47
<b>Figure 47</b> : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf (allumé/ON, par analyse en ligne GC-PID) suivant la norme XP B44-200 .....	48
<b>Figure 48</b> : Analyses en sortie d'enceinte pour le système E10 neuf (allumé/ON) - Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID suivant la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test) et concentrations en CO <sub>2</sub> .....	48
<b>Figure 49</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E10 neuf (allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, en référence à la norme XP B44-200.....	49
<b>Figure 50</b> : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E10 neuf (allumé/ON), en référence à la norme XP B44-200 .....	49
<b>Figure 51</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés sans régulation de l'humidité relative (référence à la norme XP B44-200) .....	50
<b>Figure 52</b> : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON, par analyse GC-PID) sans régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200) .....	50
<b>Figure 53</b> : Analyses sans régulation de l'humidité relative en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON) - Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID, en référence à la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test), et concentrations en CO <sub>2</sub> .....	51
<b>Figure 54</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, sans régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200) .....	51
<b>Figure 55</b> : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) et allumé/ON, sans régulation de l'humidité relative (en référence à la Norme XP B44-200).....	52
<b>Figure 56</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON) en présence de 5 polluants ajoutés avec régulation de l'humidité relative (référence à la norme XP B44-200) .....	52
<b>Figure 57</b> : Chromatogramme en sortie d'enceinte pour le système E10 vieilli 228 jours (allumé/ON, par analyse GC-PID) avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200) .....	53
<b>Figure 58</b> : Analyses avec régulation de l'humidité relative, en sortie d'enceinte, pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON) – Chromatogramme par GC-méthaniseur-FID, en référence à la norme XP B44-200 (début, milieu et fin de test) et concentrations en CO <sub>2</sub> .....	53
<b>Figure 59</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E10 vieilli (228 jours, allumé/ON), mesurées en sortie d'enceinte durant le test, avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200) .....	54
<b>Figure 60</b> : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E10 vieilli 228 jours (7,6 mois) et allumé/ON, avec régulation de l'humidité relative (en référence à la norme XP B44-200) .....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
<b>Figure 61</b> : Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et sortie d'enceinte/système) pour le système E8 neuf en présence de 5 polluants ajoutés (en référence de la norme XP B44-200).....	55
<b>Figure 62</b> : Chromatogrammes en sortie d'enceinte pour le système E8 neuf, par analyse GC-PID (en référence à la norme XP B44-200) .....	56
<b>Figure 63</b> : Concentrations en CO <sub>2</sub> pour le système E8 neuf en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200) .....	56
<b>Figure 64</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E8 neuf en sortie d'enceinte au cours du test n°2 (en référence à la norme XP B44-200) .....	57

<b>Figure 65</b> : Teneurs en humidité relative et la température, enregistrées dans l'enceinte durant le test, pour le système E8 neuf (en référence à la norme XP B44-200) .....	57
<b>Figure 66</b> : Concentrations en NO-NO <sub>x</sub> en sortie d'enceinte pour le système E8 .....	58
<b>Figure 67</b> : Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et <i>sortie d'enceinte/système</i> ) pour le système E8 vieilli 4 mois en présence de 5 polluants ajoutés (en référence de la norme XP B44-200) .	58
<b>Figure 68</b> : Concentration en CO <sub>2</sub> pour le système E8 vieilli 4 mois, en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200) .....	59
<b>Figure 69</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E8 vieilli 4 mois, en sortie d'enceinte (Norme XP B44-200) .....	59
<b>Figure 70</b> : Teneurs en humidité relative et la température dans l'enceinte durant le test pour le système E8 vieilli 4 mois (Norme XP B44-200).....	59
<b>Figure 71</b> : Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et <i>sortie d'enceinte/système</i> ) pour le système E15 neuf en présence de 5 polluants ajoutés (en référence à la norme XP B44-200).....	60
<b>Figure 72</b> : Concentration en CO <sub>2</sub> mesurée en sortie d'enceinte/système E15 neuf (en référence à la norme XP B44-200) .....	61
<b>Figure 73</b> : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E15 neuf (en référence à la norme XP B44-200).....	61
<b>Figure 74</b> : Suivi des concentrations en COVs (sortie perméamètre/entrée enceinte et <i>sortie d'enceinte/système</i> ) pour le système E15 vieilli 4 mois en présence de 5 polluants ajoutés (en référence à la norme XP B44-200) .	62
<b>Figure 75</b> : Concentration en CO <sub>2</sub> en sortie d'enceinte/système E15 vieilli 4 mois (en référence à la norme XP B44-200) .....	63
<b>Figure 76</b> : Concentrations en oxydes d'azote (NO et NO <sub>x</sub> ) pour le système E15 vieilli 4 mois, mesurées en sortie d'enceinte (en référence à la norme XP B44-200) .....	63
<b>Figure 77</b> : Teneurs en humidité relative et la température enregistrées dans l'enceinte durant le test pour le système E15 vieilli 4 mois (en référence à la norme XP B44-200) .....	63
<b>Figure 78</b> : Distribution moyenne des nano et microparticules dans l'air ambiant du laboratoire en fonction des jours	65
<b>Figure 79</b> : Distribution moyenne des nano et microparticules dans l'enceinte avec le système E1 .....	66
<b>Figure 80</b> : Vues du module EVALIS – Les équipements de prélèvements d'air depuis l'extérieur dans le module .....	69
<b>Figure 81</b> : La plate-forme BEF – À gauche : vue de l'extérieur ; À droite : vue de l'intérieur).....	69
<b>Figure 82</b> : Evolution de la température et de l'humidité relative dans la plate-forme EVALIS en présence de panneaux et de plinthes en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation éteinte/OFF ou allumée/ON) ....	71
<b>Figure 83</b> : Evolution des concentrations en 3 COVs (ppbV) dans la plate-forme EVALIS après la mise en place d'une pollution (détergent ou panneaux/plinthes) en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation allumé/ON ou ventilation éteinte/OFF) .....	71
<b>Figure 84</b> : Evolution des concentrations en 10 COVs (ppbV) dans la plate-forme EVALIS après la mise en place de la pollution (planches+plinthes+détergent) en fonction du taux de renouvellement de l'air (ventilation éteinte/OFF ou ventilation allumée/ON) .....	72
<b>Figure 85</b> : Cinétique d'évolution des concentrations de 6 COVs (ventilation éteinte/OFF) après introduction d'une pollution (planches + plinthes + détergent) dans la plate-forme EVALIS .....	73
<b>Figure 86</b> : Mesure d'irradiance pour la lampe UVC neuve installée pour le système E15.....	75
<b>Figure 87</b> : Une vue à l'intérieur de la plate-forme EVALIS pendant les essais .....	76
<b>Figure 88</b> : Evolution des paramètres de confort sur la plate-forme EVALIS lors des essais avec le système E15 – de gauche à droite : concentration en CO <sub>2</sub> (a); température (b); humidité relative (c).....	76

<b>Figure 89</b> : Evolution de la concentration en polluants (6 COVs), évaluée par SPME, lors d'un ajout ponctuel de pollution dans la plate-forme EVALIS (Phase 1, Tableau 16) .....	77
<b>Figure 90</b> : Suivi des concentrations en formaldéhyde et autres composés carbonylés dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 lors des phases 2, 3 et 4.....	78
<b>Figure 91</b> : Suivi des concentrations en formaldéhyde et autres composés carbonylés dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 lors des phases 4, 5 et 6 (essais sur 3 jours - 2 tests) .....	78
<b>Figure 92</b> : Variation des concentrations des composés majoritaires détectés dans EVALIS avec le système E15 ON, ventilation OFF par les panneaux et plinthes (essais sur 3 jours).....	79
<b>Figure 93</b> : Suivi des concentrations de divers COVs dans la plate-forme EVALIS en présence du système E15 (essai sur 1 mois) .....	80
<b>Figure 94</b> : Suivi des concentrations en COVs en présence du système E15 dans la plate-forme EVALIS (essai sur 1 mois) .....	80
<b>Figure 95</b> : Variation des concentrations en COVs (composés majoritaires) détectés dans la plate-forme EVALIS avec le système E15 allumé (mode ON), ventilation éteinte (mode OFF) (essai sur 1 mois) .....	81
<b>Figure 96</b> : Quantification des nano et microparticules par ELPI après 6 jours de fonctionnement du système E15 dans la plate-forme EVALIS .....	82
<b>Figure 97</b> : Quantification des nano et microparticules par ELPI après 30 jours de fonctionnement du système E15 ...	83
<b>Figure 98</b> : Mesure d'irradiance de la lampe UVC après 4 mois de fonctionnement pour le système E15 vieilli.....	84
<b>Figure 99</b> : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme BEF lors des essais avec le système E15 vieilli. 85	
<b>Figure 100</b> : Analyses des composés carbonylés C<6 avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF.....	86
<b>Figure 101</b> : Analyses des autres COVs C>5 majoritaires avec le système E15 vieilli dans la plate-forme BEF .....	86
<b>Figure 102</b> : Variation des concentrations des composés majoritaires (COVs) détectés après 3 jours de fonctionnement avec le système E15 vieilli (en mode ON) dans la plate-forme BEF (essai sur 1 semaine) .....	87
<b>Figure 103</b> : Mesures d'irradiance des lampes UVA du système E8 dans la plate-forme EVALIS après un fonctionnement pendant 4 mois.....	87
<b>Figure 104</b> : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme EVALIS lors des essais avec le système E8 ...	88
<b>Figure 105</b> : Suivi des concentrations en COVs dans la plate-forme EVALIS lors des phases 2, 3 et 4 avec le système E8 (essai sur 19 jours) .....	89
<b>Figure 106</b> : Variation des concentrations des composés majoritaires détectés avec le système E8 (mode ON, ventilation OFF) par des panneaux et plinthes dans la plate-forme EVALIS .....	90
<b>Figure 107</b> : Quantification des nano et microparticules par ELPI après 7 jours de fonctionnement du système E8 ....	90
<b>Figure 108</b> : Mesures d'irradiance des lampes UVA du système E8 vieilli dans la plate-forme BEF après 4 mois de fonctionnement (système équipé de lampes et média neufs pour le test) .....	91
<b>Figure 109</b> : Evolution des paramètres de confort dans la plate-forme BEF lors des essais avec le système E8.....	92
<b>Figure 112</b> : Variation des concentrations en COVs (composés majoritaires) détectés dans la plate-forme BEF avec le système E8 (mode ON), avec une ventilation à 0,5 Vol h <sup>-1</sup> et une température régulée .....	93
<b>Figure 110</b> : Suivi des concentrations en composés carbonylés (C<6) dans la plate-forme BEF avec le système E8 ..	94
<b>Figure 111</b> : Suivi des concentrations en COVs (C>5 majoritaires) dans la plate-forme BEF avec le système E8 .....	94
<b>Figure 113</b> : Débits d'air épuré (CADRs) pour les COVs totaux à 1 ppmV et 250 ppbV avec les systèmes E8 et E15..	96
<b>Figure 114</b> : Bilan des variations de concentrations en COVs avec le système E8 (en mode ON) pour les tests en enceinte au laboratoire (norme XP B44-013) et dans les plateformes EVALIS ou BEF - Concentrations maximales mesurées en µg m <sup>-3</sup> : EVALIS/ formaldéhyde 28/ acétaldéhyde 40/ acétone 25 ; BEF/ formaldéhyde 26/ acétaldéhyde 28/ acétone 108.....	98

<b>Figure 115</b> : Bilan des variations des concentrations avec le système E15 (en mode ON), pour les tests en enceinte au laboratoire (norme XP-B44-013) et dans les plateformes EVALIS ou BEF - Concentrations maximales mesurées en $\mu\text{g m}^{-3}$ : EVALIS/ formaldéhyde 84 ; BEF/ formaldéhyde 20) .....	98
<b>Figure 116</b> : Spectres d'émissions, au milieu du support de lampes (hauteur 13 cm), utilisées pour l'irradiation des matériaux passifs dans l'enceinte .....	100
<b>Figure 117</b> : Installation des matériaux passifs dans l'enceinte pour les tests en référence à la norme XP B44-013 ..	101
<b>Figure 118</b> : Suivi des concentrations en COVs pour le carrelage C5 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière visible .....	101
<b>Figure 119</b> : Suivi des concentrations en $\text{CO}_2$ pour le carrelage C5 sans COVs ajoutés dans l'enceinte (lumière OFF et ON).....	102
<b>Figure 120</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) pour le carrelage C5 en présence de 4 polluants ajoutés dans l'enceinte à 1 ppmV (irradiation en lumière visible).....	102
<b>Figure 121</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec le carrelage C5 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA).....	103
<b>Figure 122</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P2 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible) .....	104
<b>Figure 123</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P2 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV (irradiation UVA).....	104
<b>Figure 124</b> : Suivi des concentrations en COVs pour la peinture P3 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière visible .....	105
<b>Figure 125</b> : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) dans l'enceinte avec la peinture P3 en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV (irradiation en lumière visible) .....	106
<b>Figure 126</b> : Banc d'essai et mesure d'irradiance lors des essais avec la peinture P3 neuve et vieillie .....	106
<b>Figure 127</b> : Suivi des concentrations en acétone pour la peinture P3 sans COVs ajoutés dans l'enceinte en lumière UVA. Exemple de chromatogramme obtenu par analyse en ligne GC-PID .....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
<b>Figure 128</b> : Suivi des concentrations en $\text{CO}_2$ émis par la peinture P3 (neuve ou vieillie) sans polluants ajoutés sous irradiation UVA.....	107
<b>Figure 129</b> : Résultats pour la peinture P3 neuve ou vieillie (pendant 2,5 et 4,5 mois).....	108
<b>Figure 130</b> : Suivi des concentrations en COVs pour la peinture P3 neuve ou vieillie en présence de 5 polluants ajoutés à 250 ppbV (irradiation UVA) .....	109
<b>Figure 131</b> : Analyses par ATD-GC-MS (en rouge : prélèvement entre 2h05 à 2h15 ; en vert entre 4h05 à 4h15) réalisée pour la peinture P3 avec 250 ppbV polluants ajoutés dans l'enceinte suite à la mise en route d'une irradiation UVA.....	110
<b>Figure 132</b> : Positionnement des plaques recouvertes du matériau ARMINES dans une enceinte de $1,17 \text{ m}^3$ .....	111
<b>Figure 133</b> : Suivi des concentrations en acétone et en $\text{CO}_2$ émis par le matériau EMA, sans polluants ajoutés, sous une irradiation UVA (analyse en ligne par GC-PID) – .....	112
<b>Figure 134</b> : Suivi des concentrations en COVs et en $\text{CO}_2$ pour le matériau EMA avec 4 COVs ajoutés à 1 ppmV dans l'enceinte (irradiation UVA pendant 24 heures).....	113

## Sigles et acronymes

<b>ADEME</b>	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
<b>AFPIA</b>	Association pour la Formation Professionnelle dans les Industries de l'Ameublement
<b>ATD-GC-MS</b>	Couplage automatique thermal desorption- chromatographie phase gazeuse-spectrométrie de masse
<b>AOP</b>	Advanced oxidation process
<b>BPE-DNPH</b>	BPE: 1,2-bis-(2-pyridyl) éthylène – DNPH: 2,4-dinitrophenylhydrazine
<b>CADR</b>	Clean Air Delivery Rate ( $m^3 h^{-1}$ )
<b>CVC</b>	Chauffage, ventilation, conditionnement d'air
<b>CIFRE</b>	Conventions industrielles de formation par la recherche
<b>COV</b>	Composé organique volatil
<b>COVT</b>	Composés organiques volatiles totaux
<b>DNPH</b>	Dinitrophényl hydrazine
<b>ELPI</b>	Electric low pressure impactor
<b>ERP</b>	Etablissement recevant du public
<b>ETV</b>	Environmental Technology verification
<b>Filtre PSA</b>	Filtre Pressure Swing Adsorption
<b>GC-PID</b>	Chromatographie phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme
<b>h</b>	heure
<b>HEPA</b>	High Efficiency Particulate Air
<b>HPLC-UV</b>	Chromatographie liquide haute performance avec détecteur UV
<b>HR</b>	Humidité relative (%)
<b>HR-ICP-MS</b>	High resolution- inductively coupled plasma-mass spectrometry
<b>IPREM</b>	Institut des sciences analytiques et de physicochimie pour l'environnement et les matériaux (à l'université de Pau et des pays de l'Adour)
<b>LD</b>	Limite de détection
<b>min</b>	Minute
<b>MOUDI</b>	Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor
<b>NO<sub>x</sub></b>	Oxydes d'azote
<b>PCO</b>	Photocatalytic oxidation
<b>PNSE</b>	Plan national Santé-Environnement
<b>PQAI</b>	Plan de la qualité de l'air intérieur
<b>QAI</b>	Qualité de l'air intérieur
<b>SMPS</b>	Scanning mobility particle sizer
<b>SPME-GC MS</b>	Micro extraction sur phase solide couplée à une analyse par chromatographie en phase gaz avec détecteur de masse
<b>t<sub>r</sub></b>	Temps de rétention
<b>T</b>	température
<b>TiO<sub>2</sub></b>	Dioxyde de titane
<b>VGAI</b>	Valeur guide pour l'air intérieur

## ANNEXES

<b>Annexe 1</b> – Calculs du débit d'air épuré (CADR): Exemples avec le système E8 photocatalytique.....	<b>130</b>
<b>Annexe 2</b> – Tests d'efficacité avec le système E8 en présence de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2, ou 4 mois (selon la norme XP B44-013).....	<b>132</b>
<b>Annexe 3</b> – Tests d'efficacité avec le système E15 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2 et 4 mois (selon la norme XP B44-013).....	<b>135</b>
<b>Annexe 4</b> – Mesures en enceinte de micro et nanoparticules par ELPI pour différents systèmes actifs (E10, E8, E15) et matériaux passifs (carrelage et peintures).....	<b>138</b>
<b>Annexe 5</b> – Tests d'efficacité avec la peinture P3 en présence d'un mélange de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement sous lumière UVA (selon la norme XP B44-013).....	<b>144</b>
<b>Annexe 6</b> – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse du formaldéhyde et autres composés carbonylés.....	<b>146</b>
<b>Annexe 7</b> – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse des composés organiques volatils (C>3).....	<b>149</b>
<b>Annexe 8</b> – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse des composés organiques volatils avec la méthode SPME développée par ARMINES-C2MA.....	<b>152</b>
<b>Annexe 9</b> – Informations sur la quantification des microparticules et nanoparticules en laboratoire et sur la plateforme EVALIS.....	<b>157</b>
<b>Annexe 10</b> – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme EVALIS.....	<b>161</b>
<b>Annexe 11</b> – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme BEF.....	<b>162</b>
<b>Annexe 12</b> – Résultats avec le système E8 dans les phases 1, 2, 3 et 4 dans la plateforme BEF.....	<b>163</b>

## Annexe 1 – Calculs du débit d'air épuré (CADR) : Exemples avec le système E8 photocatalytique

En général, la constante cinétique de décroissance naturelle des COVs ( $K_n$ ) avec le système éteint (en mode OFF) est négligeable devant la constante cinétique de dégradation des COVs ( $K_e$ ) avec le système allumé (en mode ON).

Les expériences avec le système E8 (à titre d'exemple) sont reproduites deux ou trois fois afin de calculer une incertitude sur les mesures (Figures A 1 et A 2, Tableaux A 1 et A 2).

### Système E8 neuf (non vieilli) avec un ajout de polluants à 1 ppmV

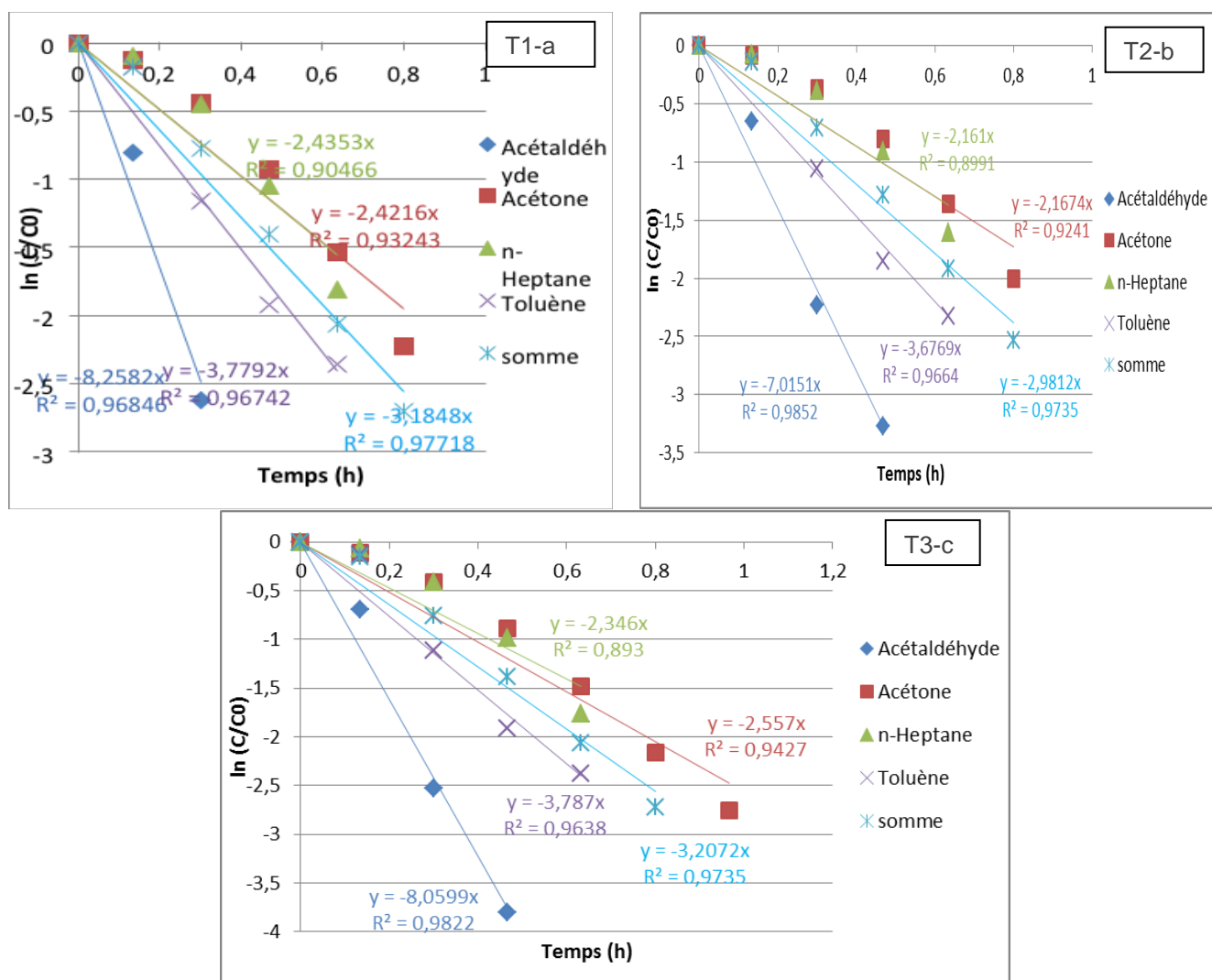


Figure A 1 : Estimation expérimentale de la constante cinétique de dégradation des COVs ( $K_e \approx \text{CADR}/V$ ) avec le système E8 neuf en présence de 4 polluants à 1 ppmV

**NB :** Lecture de gauche à droite et de haut en bas : 3 essais T1-a, T2-b et T3-c – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) ; Total des 4 COVs/tracé bleu ciel (croix)

Débit d'air épuré (CADR)	Acétaldéhyde	Acétone	n-heptane	Toluène	Σ 4 COVs
T1	9,66	2,83	2,85	4,42	3,72
T2	8,20	2,54	2,53	4,31	3,49
T3	9,43	2,99	2,74	4,43	3,75
<b>Moyenne</b>	<b>9,10±0,90</b>	<b>2,79±0,25</b>	<b>2,70±0,18</b>	<b>4,39±0,10</b>	<b>3,65±0,16</b>

Tableau A 1 : Débit d'air épuré CADR (en  $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$ ) pour le système E8 neuf en présence de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

### Système E8 neuf (non vieilli) avec un ajout de polluants à 250 ppbV

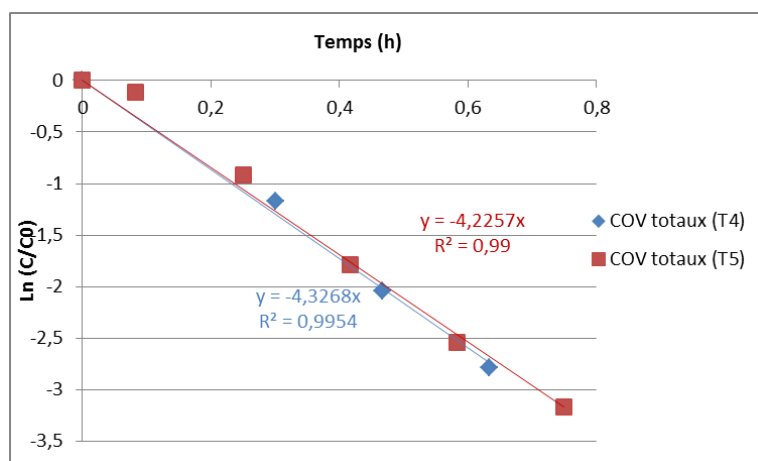


Figure A 2 : Estimation expérimentale de la constante cinétique de dégradation des COVs ( $K_e \approx \text{CADR}/V$ ) avec le système E8 neuf en présence de polluants ajoutés à 250 ppbV : moyenne de 3 essais avec 4 COVs ajoutés (T4) et 5 COVs ajoutés (T5)

NB : Lecture de la légende : COVs totaux (T4)/tracé bleu (losange) ; COVs totaux (T5)/tracé rouge (carré)

Débit d'air épuré (CADRs / 4 polluants)	Σ 4 COVs	Débit d'air épuré (CADRs / 5 polluants)	Σ 5 COVs
T4	5,07	T6	5,67
T5	4,95	T7	5,38
<b>Moyenne</b>	<b>5,01±0,06</b>	<b>Moyenne</b>	<b>5,53±0,15</b>

Tableau A 2 : Débit d'air épuré CADR (en  $\text{m}^3 \text{h}^{-1}$ ) pour la somme des COVs avec le système E8 neuf en présence de 4 COVs ou 5 COVs (dont le formaldéhyde) ajoutés à 250 ppbV

## Annexe 2 – Tests d'efficacité avec le système E8 en présence de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2, ou 4 mois (selon la norme XP B44-013)

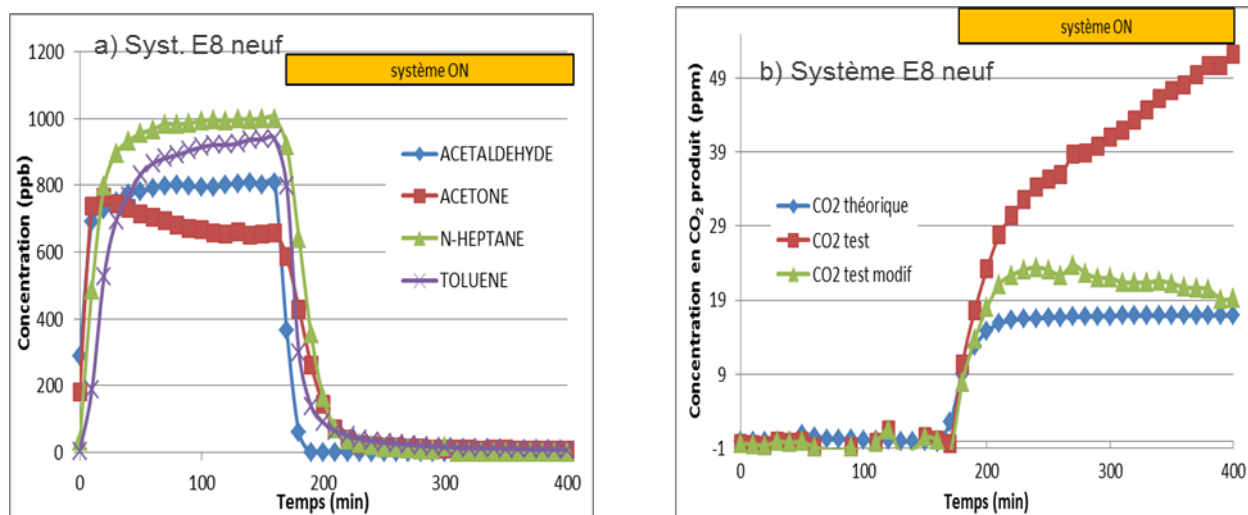


Figure A 3 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 neuf (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB :** Lecture de gauche à droite : COVs (a) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (b) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

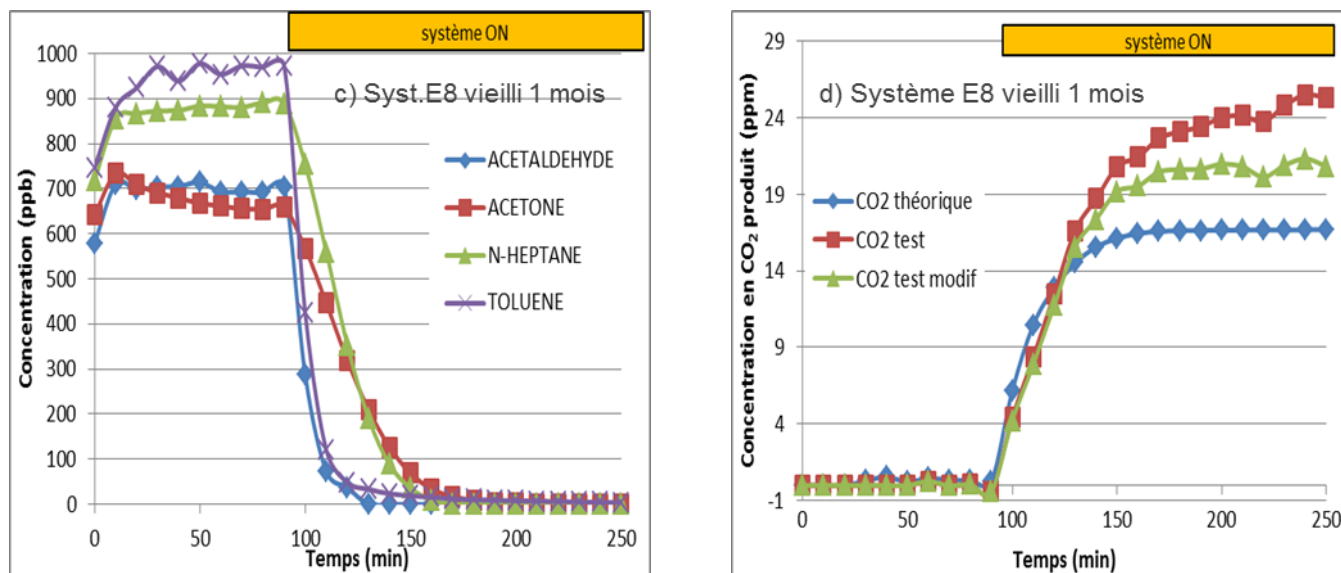


Figure A 4 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 vieilli pendant 1 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB :** Lecture de gauche à droite : COVs (c) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (d) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

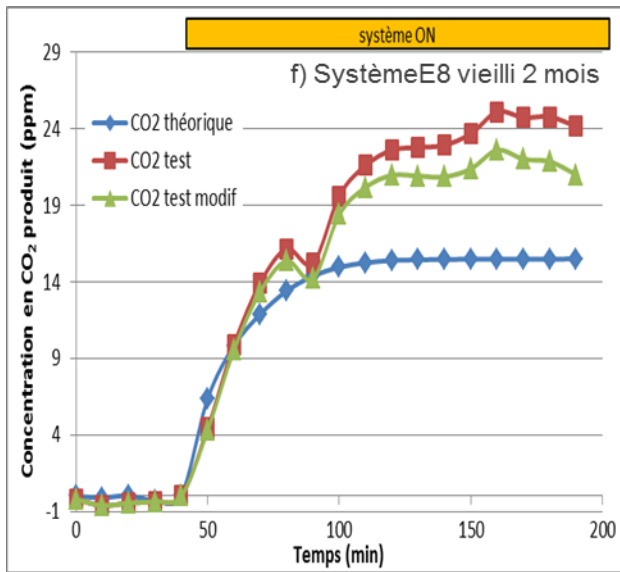
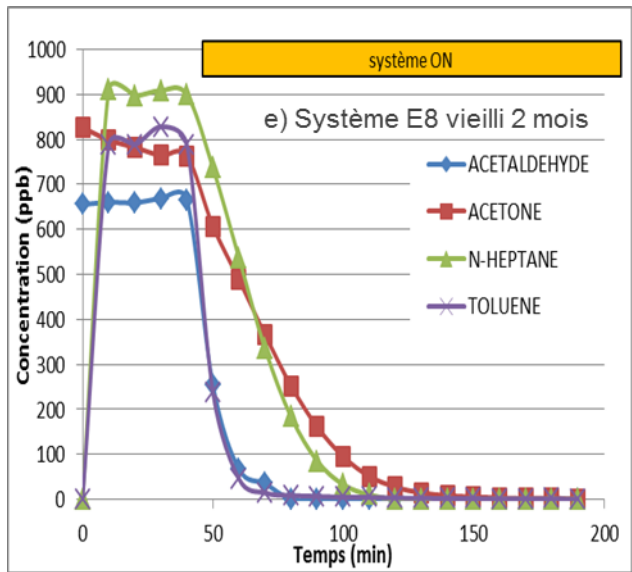


Figure A 5 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 vieilli pendant 2 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : lecture de gauche à droite : COVs (e) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (f) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

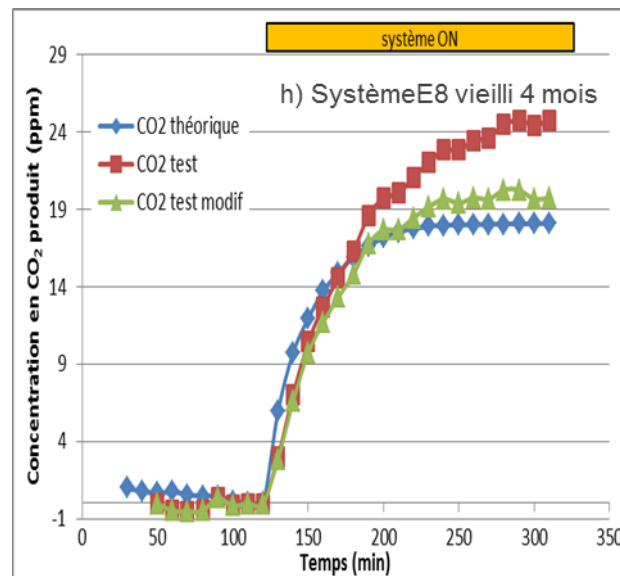
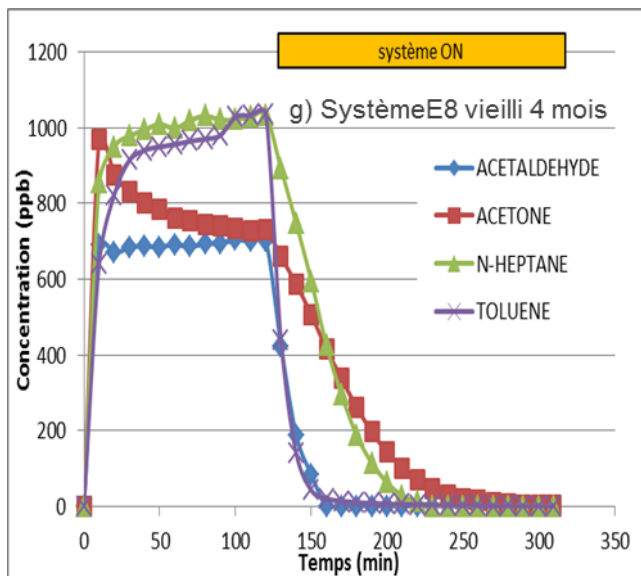
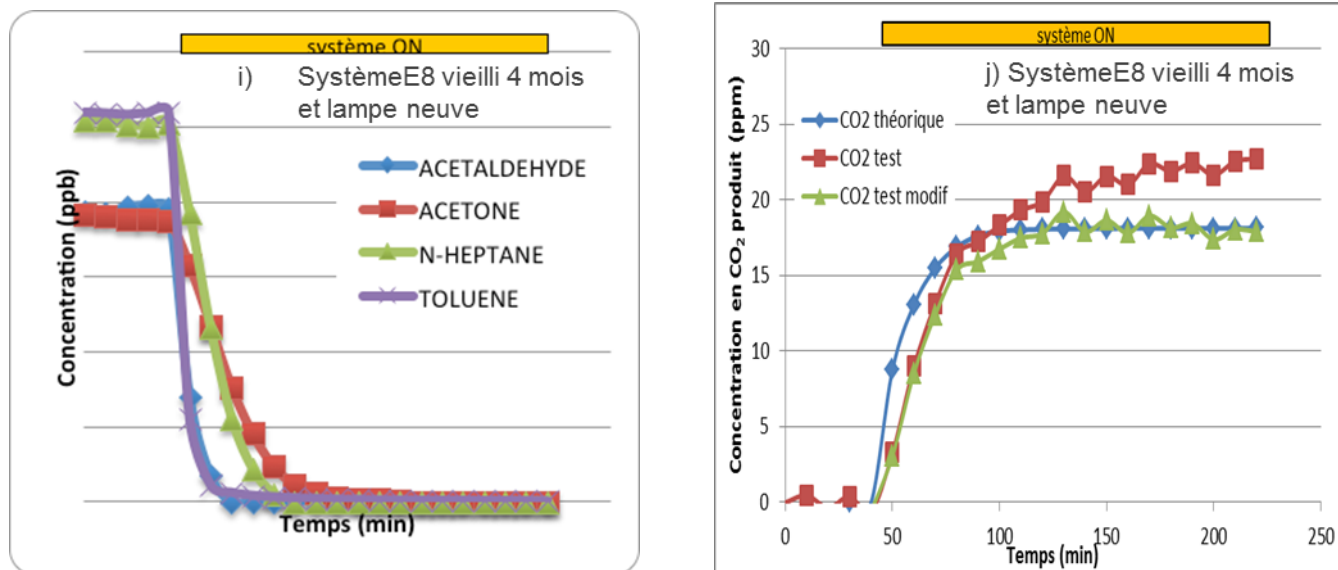


Figure A 6 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 vieilli pendant 4 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : lecture de gauche à droite : COVs (g) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (h) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)



**Figure A 7 :** Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E8 vieilli pendant 4 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV et en utilisant une lampe neuve

**NB :** Lecture de gauche à droite : COVs (i) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (j) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

### Annexe 3 – Tests d'efficacité avec le système E15 en présence de 4 polluants ajoutés à 1 ppmV en fonction du vieillissement du système pendant 1, 2 et 4 mois (selon la norme XP B44-013)

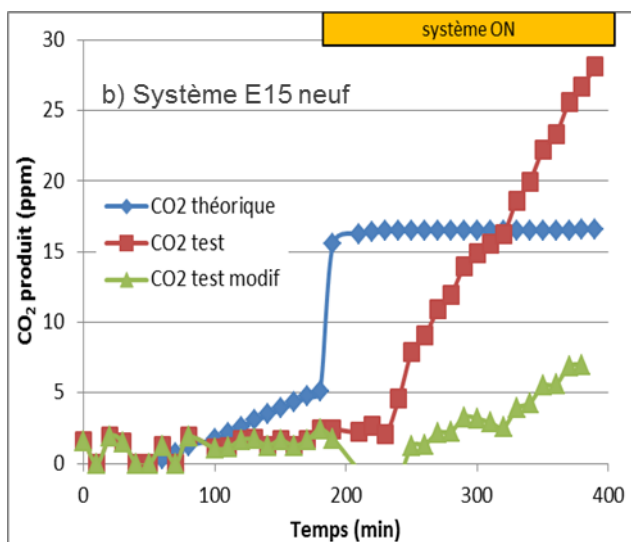
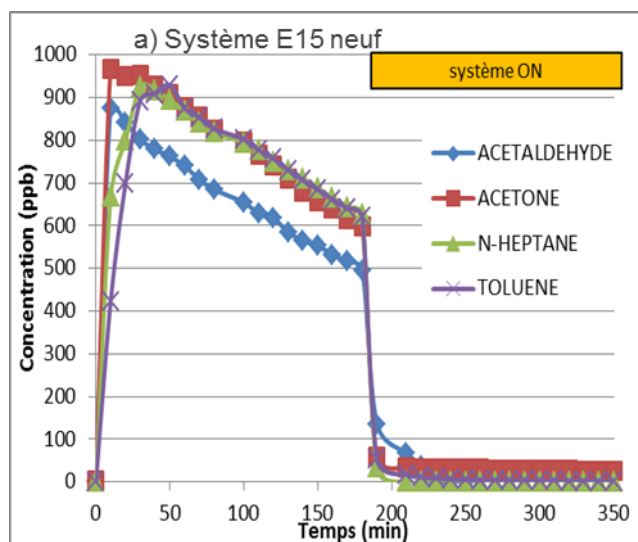


Figure A 8 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 neuf (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : COVs (a) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (b) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

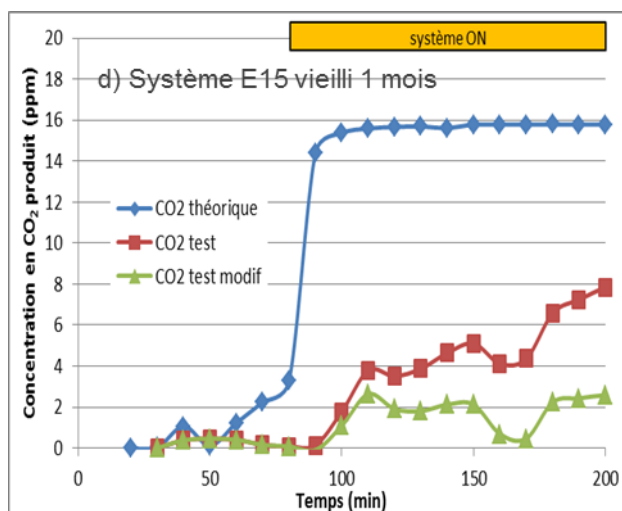
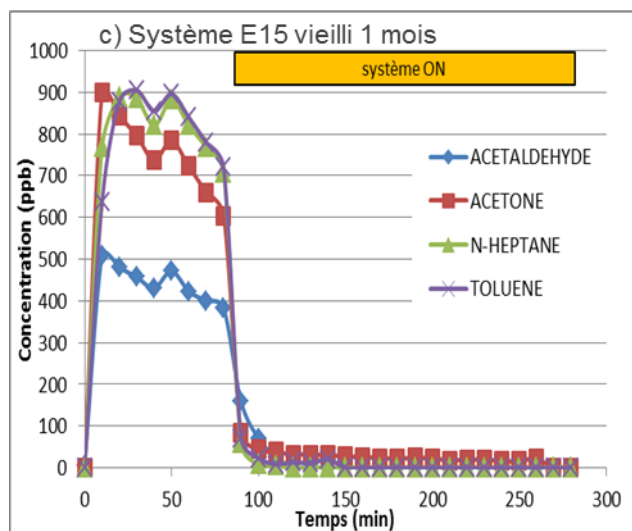


Figure A 9 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 vieilli pendant 1 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : COVs (c) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (d) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

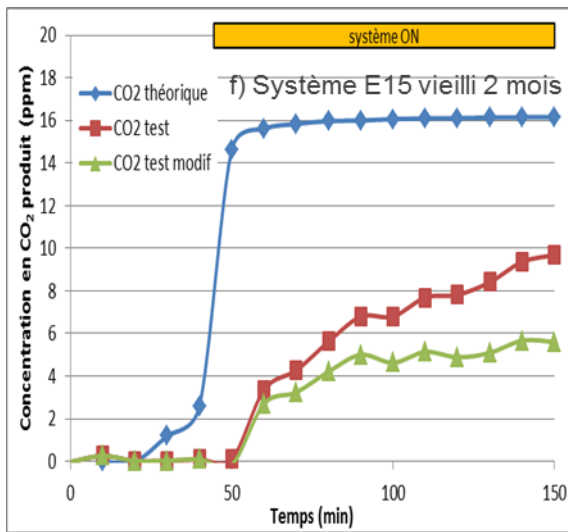
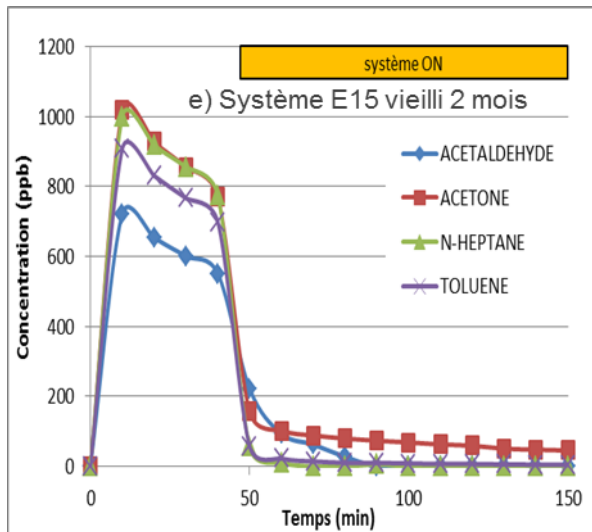


Figure A 10 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 vieilli pendant 2 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : COVs (e) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (f) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

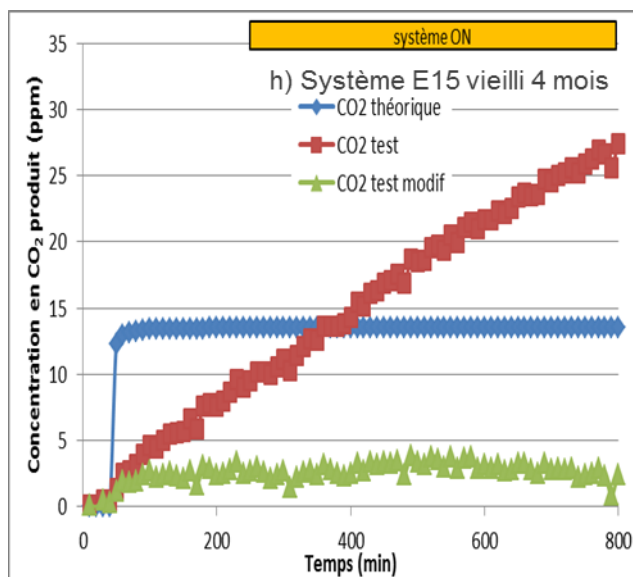
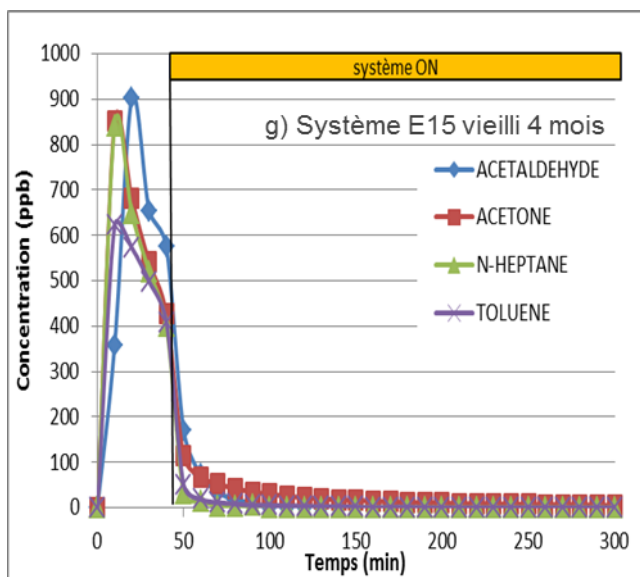
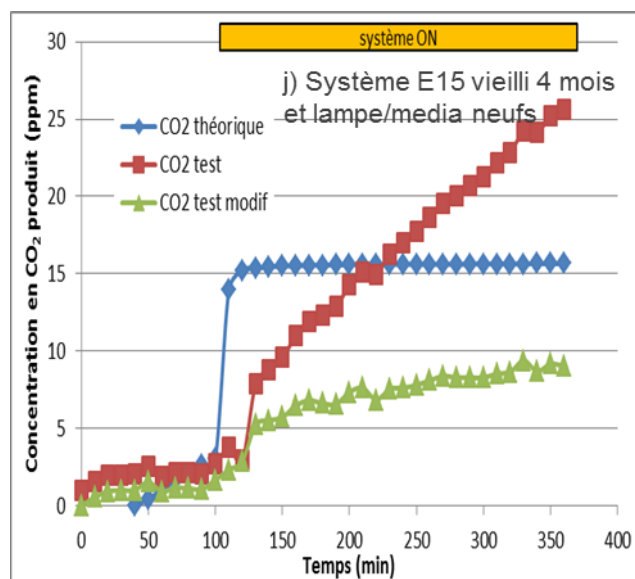
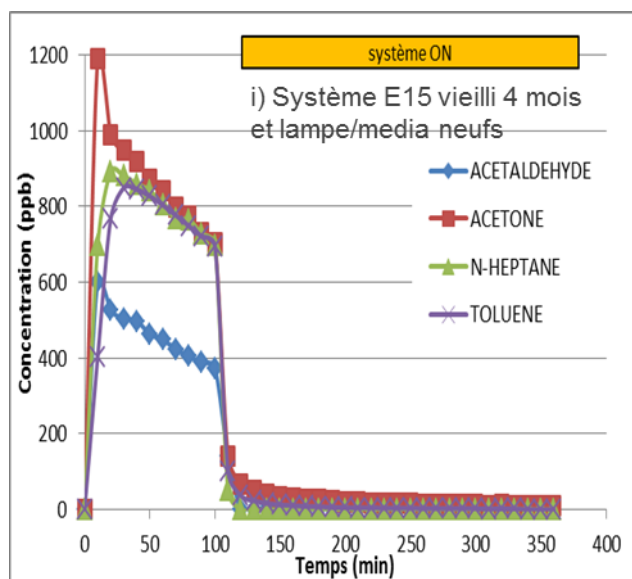


Figure A 11 : Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PID) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 vieilli pendant 4 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : lecture de gauche à droite : COVs (g) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (h) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

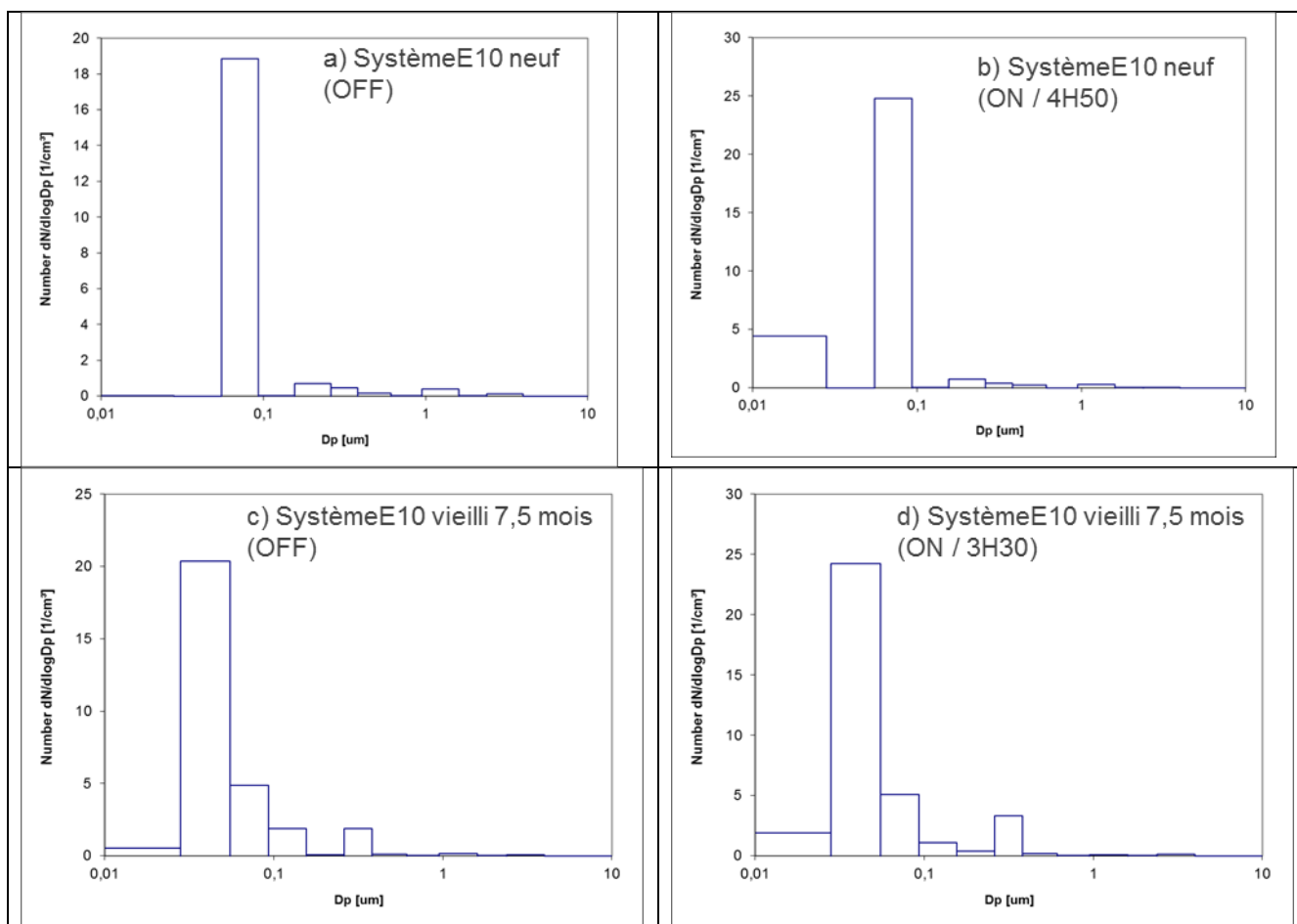


**Figure A 12 :** Suivi des concentrations en COVs (par analyse GC-PI) et en CO<sub>2</sub> (GC-méthaniseur-FID) pour le système E15 vieilli pendant 4 mois (mode ON) en présence de COVs ajoutés à 1 ppmV et avec une lampe et un media neufs

**NB :** lecture de gauche à droite : COVs (g) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; *n-heptane*/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et CO<sub>2</sub> (h) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test/tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

## Annexe 4 – Mesures en enceinte de micro et nanoparticules par ELPI pour différents systèmes actifs (E10, E8, E15) et matériaux passifs (carrelage et peintures)

### Mesures de micro et nanoparticules avec le système E10 (Tests en enceinte)



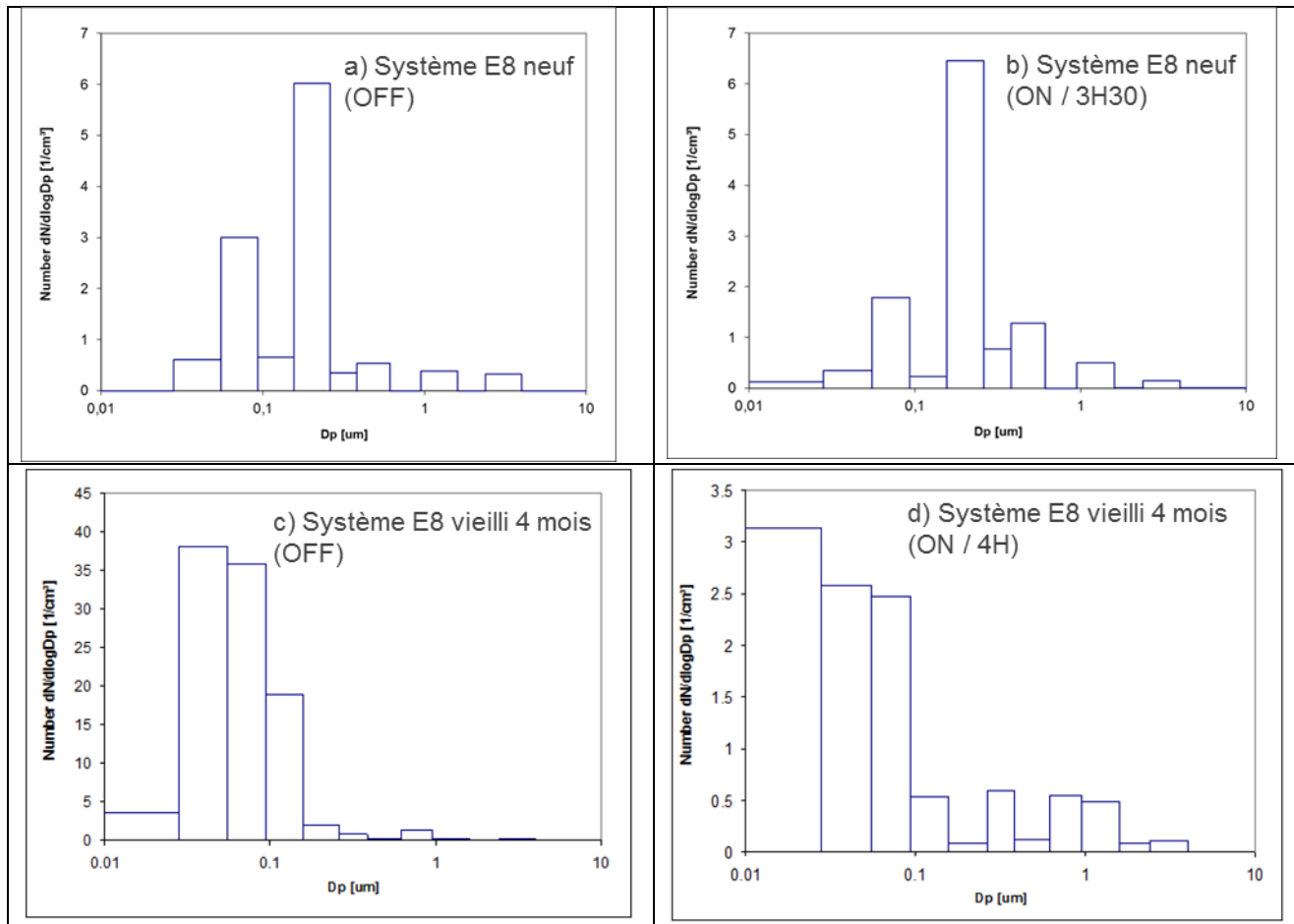
**Figure A 13 :** Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour le système E10 (neuf ou vieilli), système à l'arrêt ou en fonctionnement

**NB :** Lecture de gauche à droite et de haut en bas: neuf éteint/OFF (a) ; neuf et allumé/ON pendant 4h50 de fonctionnement (b) ; vieilli pendant 7,5 mois et éteint/OFF (c), vieilli pendant 7,5 mois et allumé/ON pendant 3h30 de fonctionnement (d)

	Début de test (E10 neuf)	Fin de test (E10 neuf)	Début de test (E10 vieilli 7,5 mois)	Fin de test (E10 vieilli 7,5 mois)
HR (%)	45,4	48,2	46,2	42,5
T (°C)	24,0	25,7	22,7	26,9

**Tableau A 3 :** Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI avec le système E10 en enceinte

**Mesures de micro et nanoparticules avec le système E8 (Tests en enceinte)**



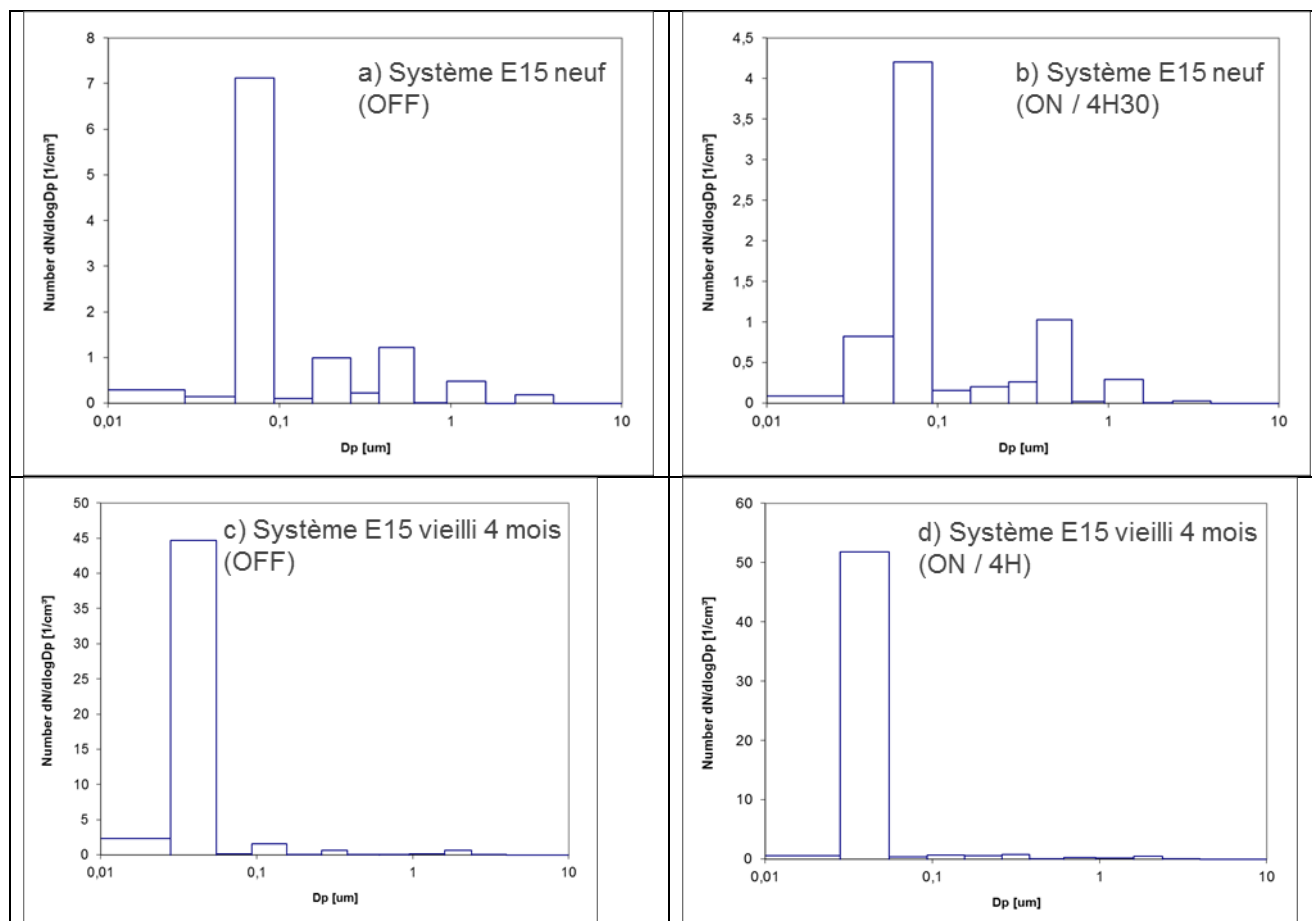
**Figure A 14 :** Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour le système E8 (neuf ou vieilli), système à l'arrêt ou en fonctionnement

**NB :** Lecture de gauche à droite et de haut en bas: neuf éteint/OFF (a) ; neuf et allumé/ON pendant 3h30 de fonctionnement (b) ; vieilli pendant 4 mois et éteint/OFF (c), vieilli pendant 4 mois et allumé/ON pendant 4h de fonctionnement (d)

	Début de test (E8 neuf)	Fin de test (E8 neuf)	Début de test (E8 vieilli 4 mois)	Fin de test (E8 vieilli 4 mois)
HR (%)	50,2	31,0	61,1	31,5
T (°C)	23,6	28,9	22,2	27,4

**Tableau A 4 :** Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI avec le système E8 en enceinte

## Mesures de micro et nanoparticules avec le système E15 (Tests en enceinte)



**Figure A 15** : Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour le système E15 (neuf ou vieilli), système à l'arrêt ou en fonctionnement)

**NB** : Lecture de gauche à droite et de haut en bas : neuf éteint/OFF (a) ; neuf et allumé/ON pendant 4h30 de fonctionnement (b) ; vieilli pendant 4 mois et éteint/OFF (c), vieilli pendant 4 mois et allumé/ON pendant 4h de fonctionnement (d)

	Début de test (E15 neuf)	Fin de test (E15 neuf)	Début de test (E15 vieilli 4 mois)	Fin de test (E15 vieilli 4 mois)
HR (%)	56,0	51,7	46,2	42,5
T (°C)	23,5	26,1	22,7	26,9

**Tableau A 5** : Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI avec le système E15 en enceinte

### CONCLUSIONS des tests de mesures micro et nanoparticules pour les systèmes actifs E10, E8 et E15

Quel que soit le système analysé, neuf ou vieilli, les variations dans la distribution des microparticules et nanoparticules collectées sont minimales, aussi bien avec un système éteint qu'avec un système allumé (plusieurs heures en fonctionnement).

**Les tests réalisés avec 3 systèmes actifs dans le cadre de l'étude SafePHOTOCAT n'ont pas permis de mettre en évidence un relargage quantifiable de microparticules et de nanoparticules.**

### Mesures de micro et nanoparticules avec le carrelage C5 (après usure – Tests en enceinte)

Mode de vieillissement : Un carreau a subi une procédure d'usure en utilisant une ponceuse excentrique BOSH PEX 300AE avec du papier abrasif Norton Expert grain 40. La durée de ponçage est de 4x10 min, avec un changement de papier abrasif entre chaque temps de ponçage.

Les tests sont réalisés avec un éclairage composé de quatre tubes fluorescents Philips 18W/940 (lumière visible) : cf. §7.2.

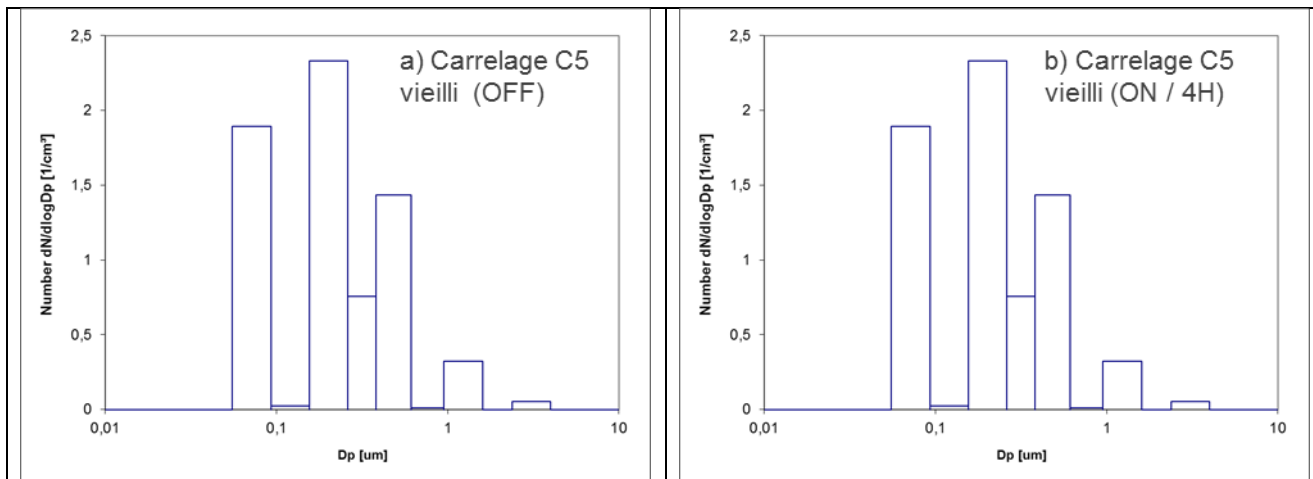


Figure A 16 : Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour le carrelage C5 vieilli avec un éclairage à l'arrêt ou en fonctionnement

NB : Lecture de gauche à droite : vieilli et éteint/OFF (a), vieilli et allumé/ON pendant 4h de fonctionnement (b)

	Début de test	Fin de test
HR (%)	56,6	42,9
T (°C)	23,5	28,1

Tableau A 6 : Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI pour le carrelage C5 en enceinte

## Mesures de micro et nanoparticules avec la peinture P2 (Tests en enceinte)

Mode de vieillissement : Les tests sont réalisés avec des plaques de verre sur lesquelles la peinture P2 a été déposée (cf. paragraphe 7.2.1) et exposée à un éclairage composé de quatre tubes fluorescents Philips 18W/940 (lumière visible) : cf. §7.2.

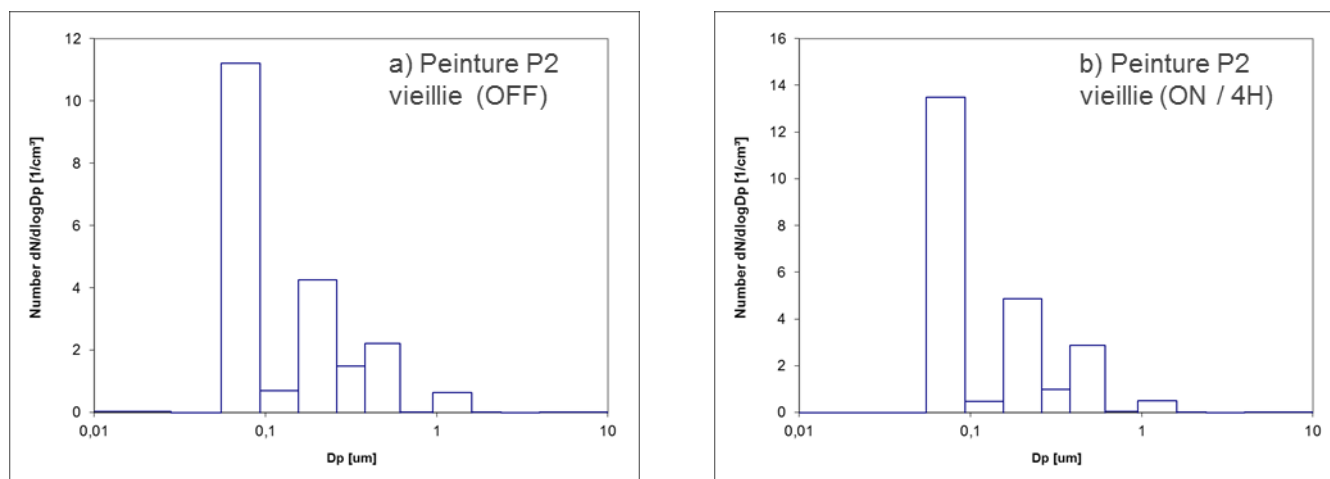


Figure A 17 : Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour la peinture P2 vieillie exposée sous un éclairage à l'arrêt ou en fonctionnement

NB : Lecture de gauche à droite : éclairage éteint/OFF (a), éclairage allumé/ON pendant 4h de fonctionnement (b)

	Début de test	Fin de test
HR (%)	48,4	42,9
T (°C)	23,9	27,9

Tableau A 7 : Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI pour la peinture P2 vieillie

### CONCLUSIONS des tests de mesures micro et nanoparticules pour la peinture P2

Les variations dans la distribution des particules (micro et nano) qui sont collectées dans l'enceinte ne sont pas significatives (aussi bien avec le matériau P2 (peinture) exposé sous une lampe éteinte (P2 non éclairé) qu'avec la peinture P2 exposée à un éclairage pendant plusieurs heures).

**Les tests réalisés avec la peinture P2 dans le cadre de l'étude SafePHOTOCAT ne permettent pas de mettre en évidence un relargage quantifiable de microparticules et de nanoparticules par la peinture P2 dans les conditions mises en œuvre.**

### Mesures de micro et nanoparticules avec la peinture P3 (Tests en enceinte)

Mode de vieillissement : Les tests sont réalisés avec des plaques de verre sur lesquelles la peinture P3 a été déposée et exposée à un éclairage composé de quatre tubes fluorescents Philips 18W/940 (lumière visible).

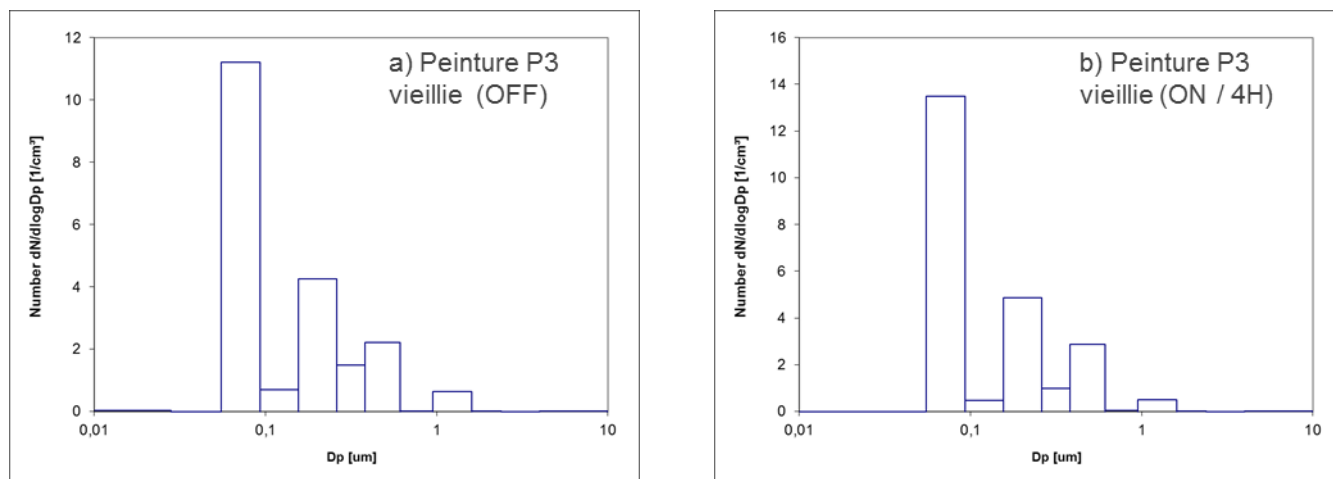


Figure A 18 : Nombre moyen de micro/nanoparticules dans l'enceinte, dénombré par ELPI, pour la peinture P3 vieillie, avec un éclairage à l'arrêt ou en fonctionnement

NB : Lecture de gauche à droite : éclairage éteint/OFF (a), éclairage allumé/ON pendant 4h de fonctionnement (b)

	Début de test	Fin de test
HR (%)	57,3	42,2
T (°C)	23,5	27,9

Tableau A 8 : Suivi du taux d'humidité (HR en %) et de la température (T en °C) durant les mesures ELPI pour la peinture P3 vieillie

## Annexe 5 – Tests d'efficacité avec la peinture P3 en présence d'un mélange de 4 polluants ajoutés à 1ppmV en fonction du vieillissement sous lumière UVA (selon la norme XP B44-013)

### Peinture P3 non vieillie (c'est-à-dire neuve)

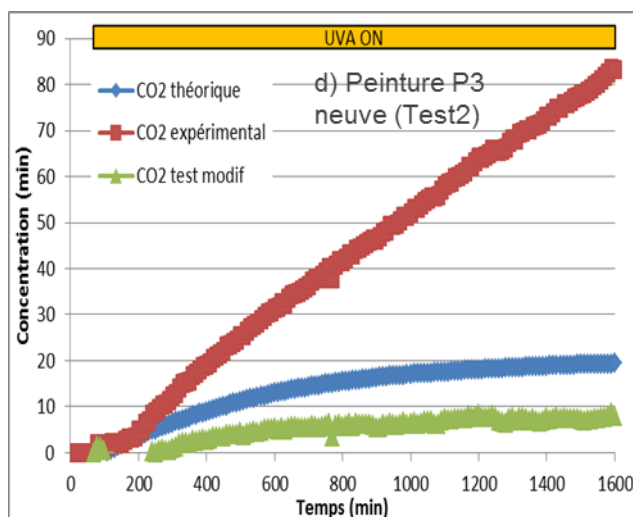
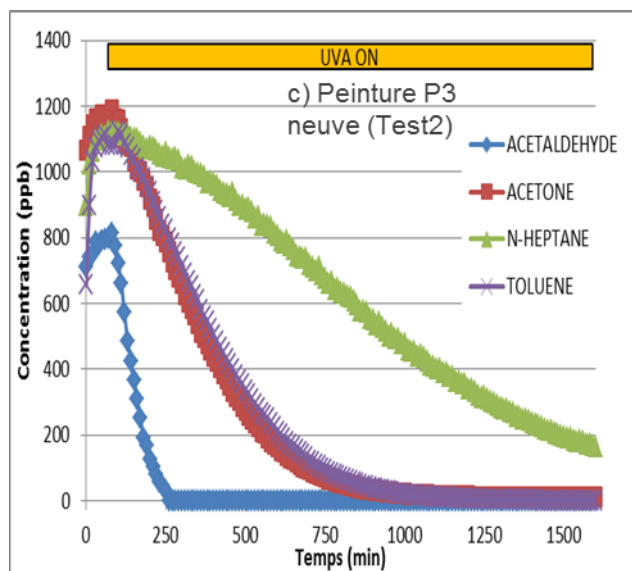
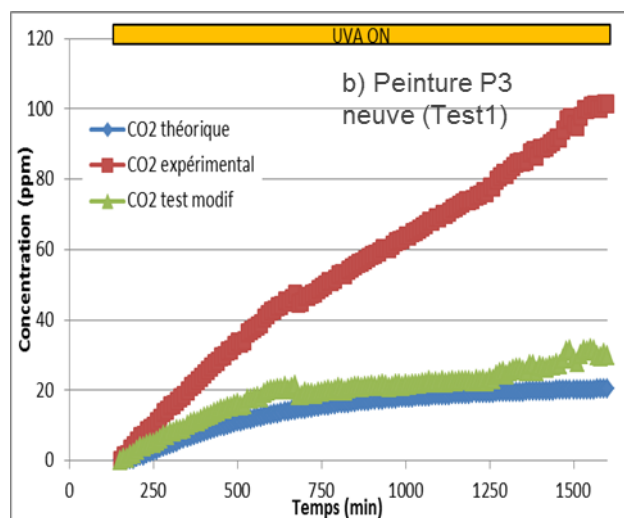
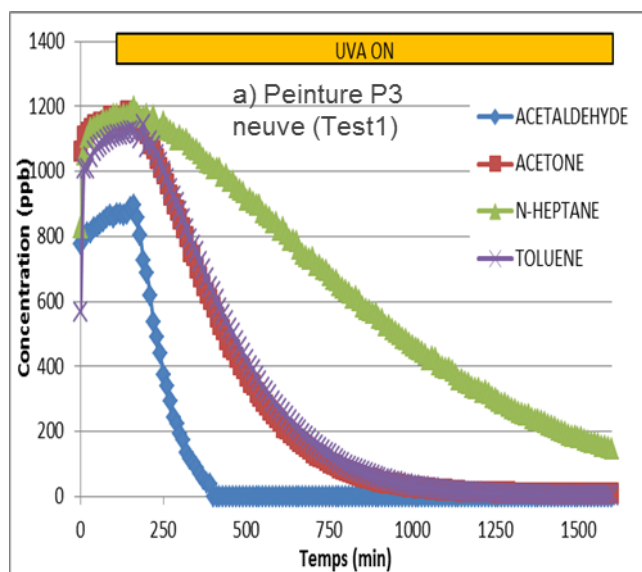


Figure A 19 : Suivi des concentrations en COVs et en CO<sub>2</sub> pour la peinture P3 (non vieillie/neuve) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

**NB :** Lecture de haut en bas et de gauche à droite : suivi des COVs test 1 (a) et test 2 (c) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et suivi des CO<sub>2</sub> test 1 (b) et test 2 (d) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

### Peinture P3 vieillie (pendant 2,5 mois)

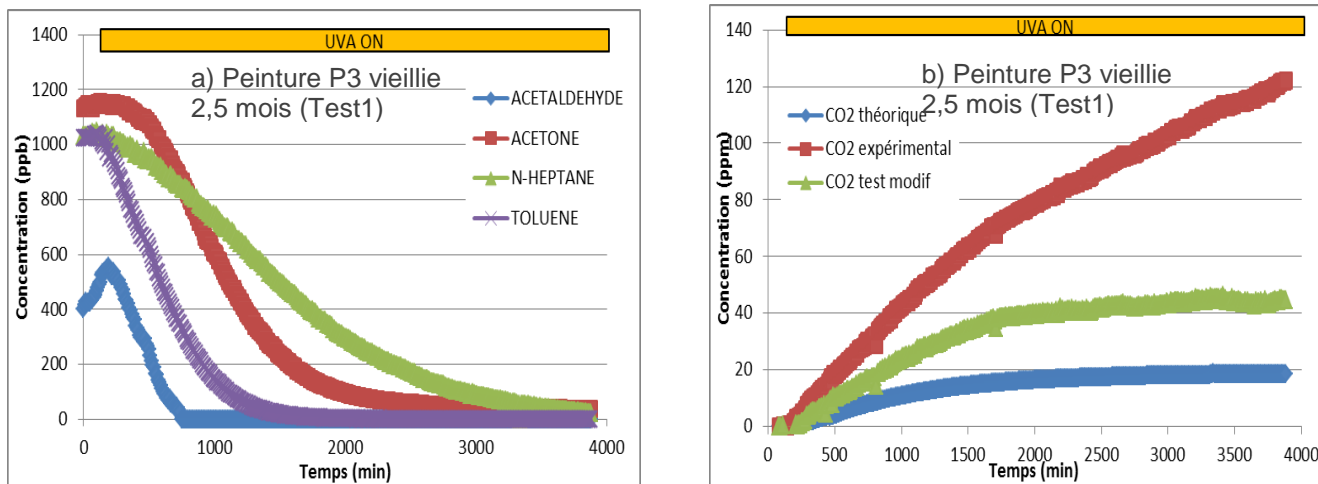


Figure A 20 : Suivi des concentrations en COVs et en CO<sub>2</sub> pour la peinture P3 vieillie (pendant 2,5 mois) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : suivi des COVs test 1 (a) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et suivi des CO<sub>2</sub> test 1 (b) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

### Peinture P3 vieillie (pendant 4,5 mois)

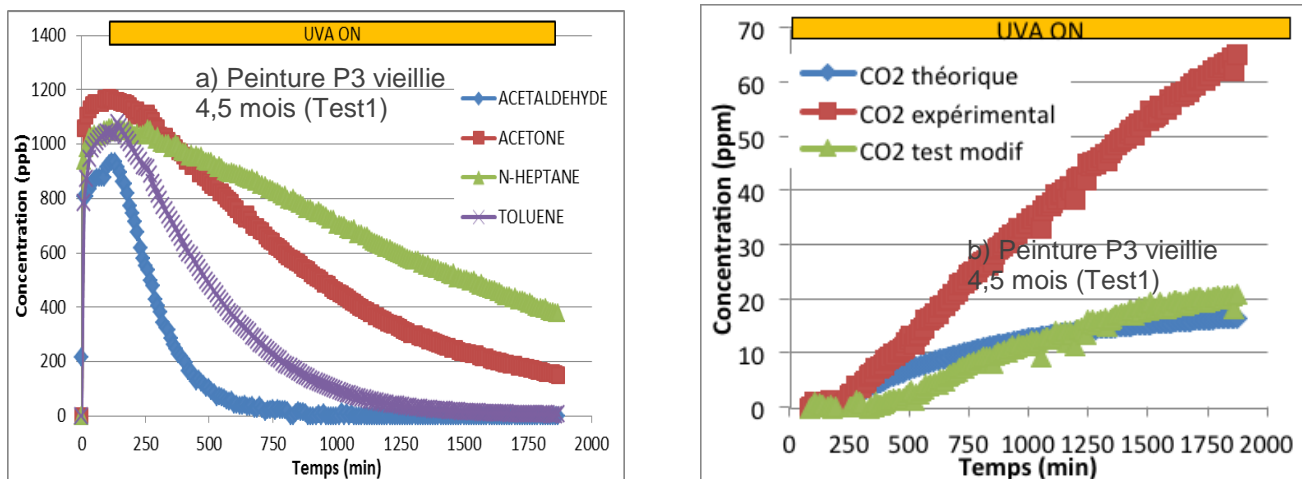


Figure A 21 : Suivi des concentrations en COVs et en CO<sub>2</sub> pour la peinture P3 vieillie (pendant 4,5 mois) en présence d'un mélange de 4 COVs ajoutés à 1 ppmV

NB : Lecture de gauche à droite : suivi des COVs test 1 (a) – Acétaldéhyde/tracé bleu (losange) ; Acétone/tracé rouge (carré) ; n-heptane/tracé vert (triangle) ; Toluène/tracé violet (croix) et suivi des CO<sub>2</sub> test 1 (b) – CO<sub>2</sub> théorique/tracé bleu (losange) ; CO<sub>2</sub> test /tracé rouge (carré) ; CO<sub>2</sub> test modif /tracé vert (triangle)

## Annexe 6 – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse du formaldéhyde et autres composés carbonylés

Le formaldéhyde ainsi que l'acétaldéhyde et l'acétone sont analysés en se référant à normes NF ISO 16000-3.

### Description générale de l'équipement analytique HPLC-UV

L'équipement en place à l'IPREM est un chromatographe HPLC avec dégazeur et détecteur UV Knauer (société Serlabo). Les sous-produits analysés avec cet équipement sont des aldéhydes (formaldéhyde notamment) et cétones, qu'il faudra au préalable piéger sur des cartouches adsorbantes. Les principales caractéristiques et paramètres de l'analyseur sont regroupés dans le Tableau A 9.

Analyseur	HPLC-UV
Volume boucle d'échantillonnage	20 µL
Colonne analytique	Z5C18-15QK (150 x 4,6mmx5µm)
Phase mobile	Acétonitrile : Eau 45 :55 Durée 20 min Débit = 1,3mL/min
Détecteur	UV à 360nm
Largeur cellule détecteur	10 mm

Tableau A 9 : Conditions opératoires de l'équipement HPLC-UV

### Étalonnage, sensibilité de l'analyseur et limite de détection

L'étalonnage a été réalisé à partir de solutions étalons commerciales formaldéhyde-DNPH 100µg/mL, acétaldéhyde-DNPH et acétone-DNPH 1000µg/mL diluées dans de l'acétonitrile grade HPLC. Un contrôle d'un standard est réalisé avec chaque série d'analyse d'échantillons. Des étalonnages complets sont également réalisés fréquemment au cours du projet (Figure A 22).

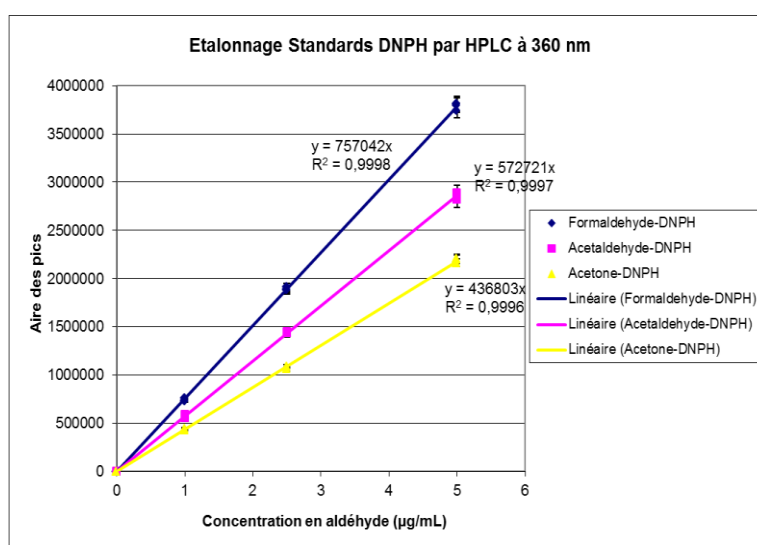


Figure A 22 : Courbes d'étalonnage HPLC-UV obtenues pour les 2 aldéhydes et l'acétone

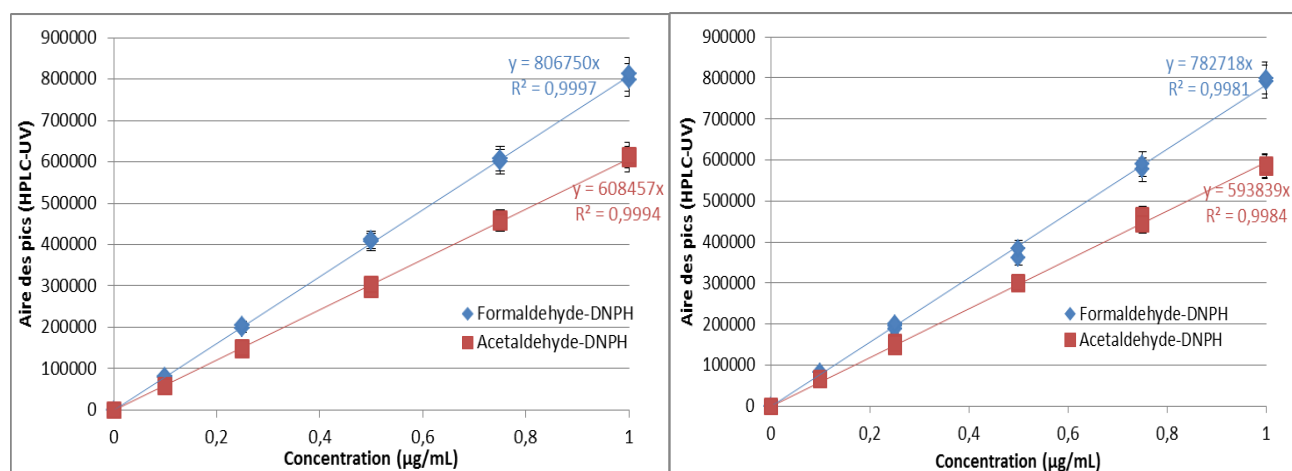


Figure A 23 : Résultats obtenus pour les étalonnages par HPLC-UV des deux aldéhydes

La précision sur la mesure obtenue avec trois analyses de chaque standard est estimée entre 5 et 10 %.

Les limites de détection estimées pour les deux composés analysés dans l'air (avec une élution des cartouches DNPH par 5 mL d'acétonitrile) sont reportées dans le Tableau A 10.

COMPOSÉS	Limites de détection HPLC *	Limites de détection air enceinte 20 L prélevés
Formaldéhyde	0,02 ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	5 $\mu\text{g m}^{-3}$ ( $\approx 4\text{ppbV}$ )
Acétaldéhyde	0,04 ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	10 $\mu\text{g m}^{-3}$ ( $\approx 5,5\text{ppbV}$ )
Acétone	0,075 ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	18,8 $\mu\text{g m}^{-3}$ ( $\approx 7,5\text{ppbV}$ )

Tableau A 10 : Limites de détection HPLC-UV pour les 3 composés aldéhydes et acétone

(\*) calculées suivant la formule :  $L_D = 3 \times h \times R$  avec  $h$  = amplitude du signal obtenue pour le blanc et  $R$  = le facteur de réponse quantité/signal, exprimée en quantité matière/hauteur.

De plus une solution étalon Carbonyl-DNPH Mix 1 (Sigma) contenant 13 composés permettra une détermination qualitative et quantitative partielle (certains composés étant co-élus sur notre colonne) d'autres sous-produits éventuellement formés. A la Figure A 24, il y a un exemple de chromatogramme obtenu pour une concentration de  $2 \mu\text{g mL}^{-1}$  de chaque composé sauf pour le formaldéhyde (à  $4 \mu\text{g mL}^{-1}$ ).

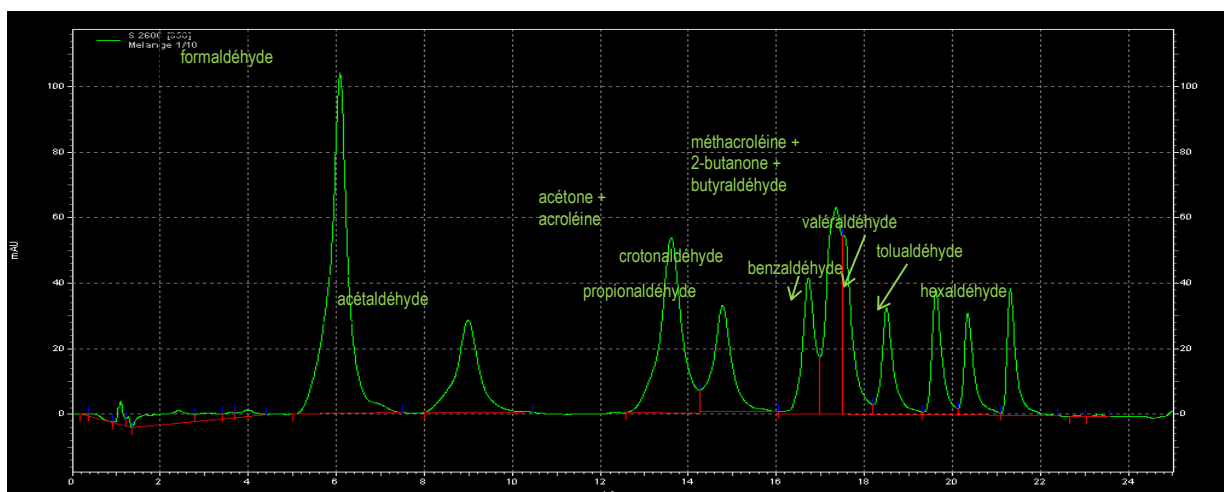


Figure A 24 : Chromatogramme obtenu pour un mélange de 13 aldéhydes et acétone standards

### **Méthode d'échantillonnage des cartouches adsorbantes pour analyse HPLC**

Les cartouches utilisées sont des cartouches LpDNPH S10 (Supelco). Le débit maximum de prélèvement est de  $2 \text{ L min}^{-1}$  et la quantité totale de composés carbonyles collectés ne doit pas excéder  $75 \mu\text{g}$ . L'échantillon prélevé doit être stocké à  $4^\circ\text{C}$  à l'abri de la lumière et analysé dans les 30 jours suivant l'échantillonnage. L'échantillon est élué avec  $5 \text{ mL}$  d'acétonitrile. L'éluat est ensuite analysé par HPLC.

La notice commerciale donne des rendements d'adsorption/élution de  $100 \%$  pour le formaldéhyde et l'acétaldéhyde avec une bonne reproductibilité, alors que les rendements sont moins bons pour l'acétone.

Ces cartouches sont stockées au réfrigérateur avant et après le prélèvement, et conservées dans des pochettes en aluminium fermées. La désorption par solvant ainsi que l'analyse sont réalisées dès que possible, au sein de l'IPREM.

L'échantillonnage se fait à l'aide d'une pompe à débit constant, à un débit de l'ordre de  $500 \text{ mL min}^{-1}$  (contrôlé au début et à la fin de l'échantillonnage), durant 4 heures (soit un volume total échantillonné de l'ordre de  $120 \text{ L}$ , ce qui permet d'atteindre des limites de quantification inférieure ou égale au  $\text{ppbV}$  pour les trois composés (formaldéhyde, acétaldéhyde, et acétone).

## Annexe 7 – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse des composés organiques volatils (C>3)

Les composés organiques volatils sont analysés en se référant à normes NF ISO 16000-6.

### Etalonnage, sensibilité de l'analyseur ATD-GC-MS et limite de détection

L'étalonnage a été réalisé à partir d'une solution de BTEX standard commerciale 2000 µg/mL dans le méthanol (Supelco).

Quatre solutions filles du mélange commercial de BTEX ont été préparées dans le méthanol : 50-100-150-200 mg L<sup>-1</sup> (+ blanc : méthanol seul).

Le dopage des tubes TENAX GR est réalisé en utilisant la voie B du GC-MS équipée d'une colonne désactivée (longueur 10 m, diamètre 530 µm). Les conditions opératoires suivantes sont mises en œuvre pour le dopage : T<sub>injecteur</sub>=150°C/T<sub>four</sub>=150°C/D<sub>He</sub>=20 mL min<sup>-1</sup>/splitless/Durée=5 min/1µl de chaque solution injecté (en mode automatique).

L'analyse est réalisée en mode scan en utilisant les conditions opératoires reportées dans le Tableau A 11.

MODULE	ATD
Désorption en 2 étapes : 1 <sup>ère</sup> désorption 2 <sup>ème</sup> désorption	He = 50ml/min – tps=10min – T= 300°C Ttrap = -30 à 250°C à 40°C s <sup>-1</sup> et 10 min à 250°C
Injection	P colonne=26psi – outlet split=20mL min <sup>-1</sup> T ligne de transfert = 250°C
MODULE	GC
Colonne analytique	Elite-5MS (60m x 0,25mm x 0,25µm)
Programmation four	40°C (1min) – 10°C min <sup>-1</sup> jusqu'à 100°C 20°C min <sup>-1</sup> jusqu'à 280°C (10min)
MODULE	MS
Interface – ligne transfert	T=280°C
Détecteur MS	T source = 200°C E energy = 70eV Trap Emission = 100 µA

Tableau A 11 : Conditions opératoires de l'analyseur ATD-GC-MS

Un exemple de chromatogramme obtenu est reporté sur la Figure A. À noter que le m-xylène et p-xylène coéluent. La précision sur la mesure obtenue avec 3 analyses de la solution à 150 mg L<sup>-1</sup> est estimée à moins de 5 %.

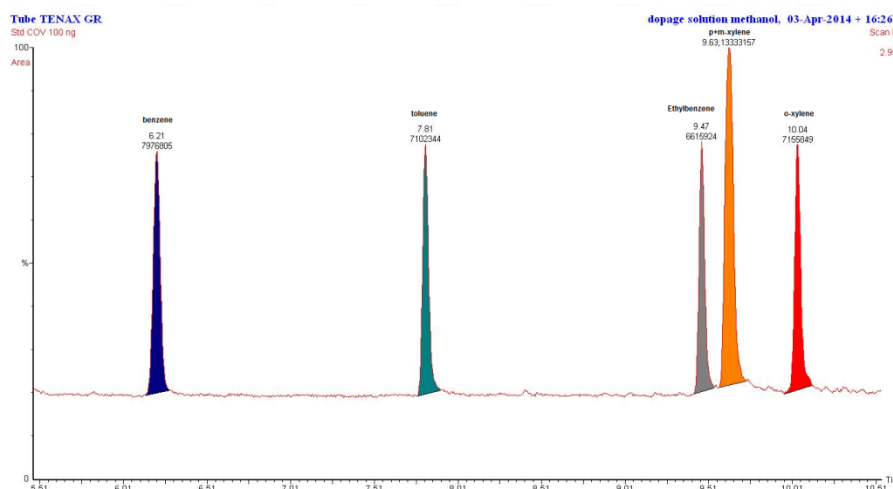


Figure A 25 : Exemple de chromatogramme obtenu pour 100 ng de chaque composé en mode scan

Les résultats correspondant à l'étalonnage sont présentés Figure A

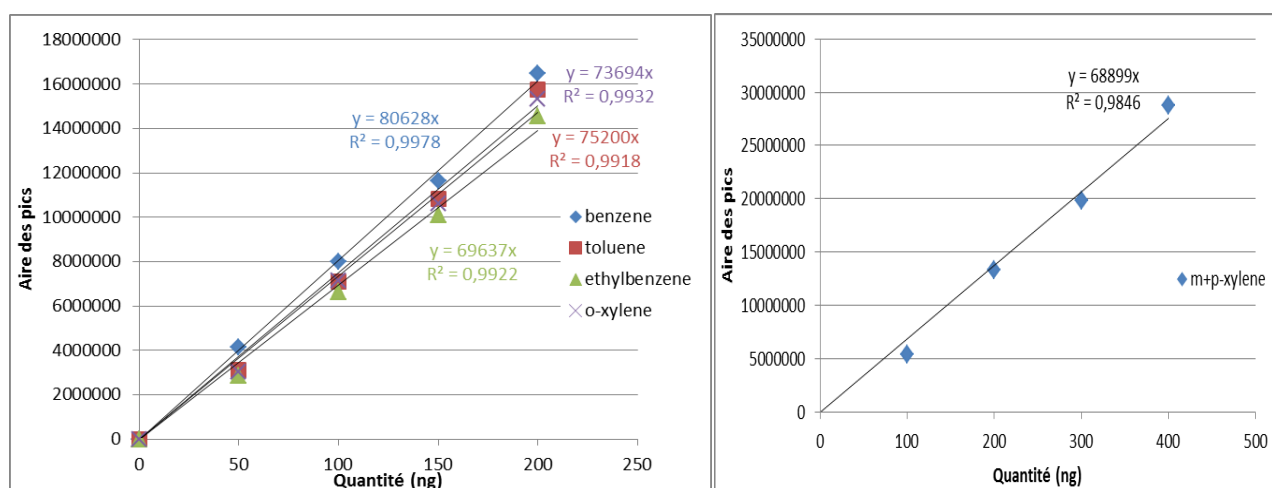


Figure A 26 : Résultats d'étalonnage obtenus avec la solution commerciale de BTEX par ATD-GC-MS

En mode scan, la limite de détection est calculée suivant la formule :  $L_D = 3 \times h \times R$ , avec  $h$ =amplitude du signal obtenue pour le blanc et  $R$ =le facteur de réponse quantité/signal, exprimée en quantité matière/hauteur. Soit  $L_D = 7$  ng en mode scan.

Pour des prélèvements d'air de 1L, cela correspond donc à  $L_D = 7 \mu\text{g m}^{-3}$  équivalent à 1,8 ppbV en toluène.

Etant donné que la réponse du détecteur MS varie dans le temps, un contrôle d'une solution standard de référence ainsi qu'un réétalonnage régulier ont été réalisés durant la réalisation de quantifications des composés produits qui seraient mis en évidence lors des tests.

### **Méthode d'échantillonnage des cartouches adsorbantes pour analyse ATD-GC-MS**

Les cartouches utilisées sont des tubes Tenax GR (Supelco) pour la mesure des COVs : avant tout échantillonnage, les tubes sont conditionnés et stockés au maximum pendant quatre semaines au réfrigérateur dans un conteneur exempt de toute émission (flacon en verre).

Après échantillonnage, les tubes sont hermétiquement scellés et conservés au réfrigérateur dans un conteneur exempt d'émission (flacon en verre).

L'analyse est réalisée dès que possible au cours des quatre semaines suivant le prélèvement (des analyses de tubes conditionnés stockés dans ces conditions n'ayant pas montré d'évolution sur cette période). De plus, dans chaque lot de tubes d'adsorbant fourni par l'IPREM, un élément n'est pas utilisé et sert ainsi de « blanc de conservation ». L'échantillonnage se fait à l'aide d'une pompe à débit constant, à un débit de l'ordre de  $150 \text{ mL min}^{-1}$ , conformément aux conditions de la norme NF ISO 16000-6, pendant une durée de 30 minutes (correspondant à un volume d'environ 4,5L). La fréquence d'échantillonnage est de 1 à 2 prélèvements par semaine.

Étant donné que nous n'avons pas d'étalons pour chaque composé identifié, une quantification a été faite en  $\mu\text{g m}^{-3}$  équivalent toluène (en faisant l'hypothèse que les composés à quantifier ont une réponse similaire à celle du toluène).

## Annexe 8 – Informations sur le protocole d'échantillonnage et d'analyse des composés organiques volatils avec la méthode SPME développée par ARMINES-C2MA

### COVs analysés

Les COVs étudiés sont, pour partie, tirés de la liste des polluants visés dans le décret n° 2011-321 du 23 mars 2011 relatif à l'étiquetage sanitaire des produits de construction. Compte tenu de l'ossature bois de la plateforme Evalis et de l'ajout d'une pollution sous la forme d'un produit de nettoyage, des terpènes ont été inclus à la liste.

Les COVs finalement quantifiés sont le formaldéhyde, le toluène, l'hexanal, l' $\alpha$ - pinène, le 3-carène et le limonène.

### Méthodologie

#### Prélèvements

Les prélèvements d'air sont effectués par dépression dans des flacons préalablement mis sous vide. Le remplissage étant très rapide (quelques secondes), le prélèvement peut être considéré comme instantané. Les flacons sont ensuite rapportés au laboratoire où la pré-concentration du formaldéhyde par SPME (micro-extraction sur phase solide) est réalisée. Cela consiste à introduire dans le flacon, grâce à une interface (« SPME-Adapter »), une fibre de micro-extraction sur phase solide (SPME) qui permet le piégeage et la concentration des COVs. La durée d'exposition de la fibre est variable selon le niveau de concentration attendu (

Figure A 27).

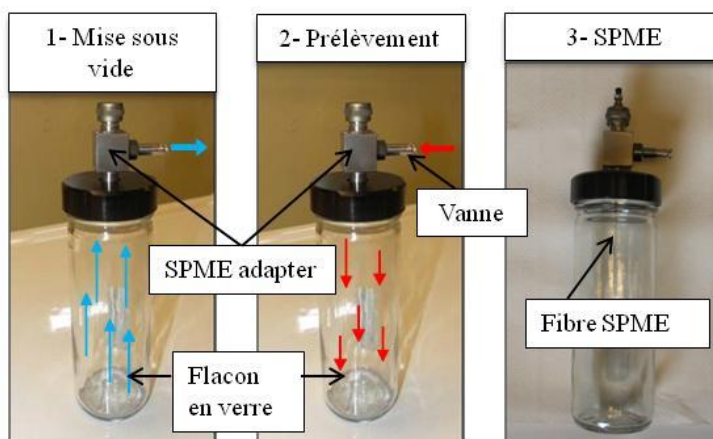


Figure A 27 : Principe d'un prélèvement d'air par dépression et pré-concentration sur fibre SPME

La fibre SPME utilisée est constituée d'un adsorbant poreux (divinylbenzène) partiellement imprégné d'un réactif spécifique aux composés carbonylés, le PFBHA (pentafluorobenzylhydroxylamine). La fibre ainsi modifiée permet de prélever simultanément le formaldéhyde et les autres COV.

Les prélèvements sur la plateforme Evalis ont été effectués par Nobatek. Les analyses en laboratoire et l'interprétation des résultats par Armines.

#### Analyses

Les fibres SPME ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse (GC). Les fibres sont directement désorbées dans l'injecteur split/splitless du GC. La détection et la quantification du formaldéhyde et des autres COV ont été réalisées par un spectromètre de masse (MS) de type quadripôle couplé au GC. Un mode d'acquisition SIM (single ion monitoring) a été développé pour permettre une meilleure sensibilité et la quantification des composés cibles.

### Etalonnage

Les six COVs décrits au paragraphe 1 ont été quantifiés. Pour cela, des atmosphères gazeuses étalons ont été générées au laboratoire.

Pour le formaldéhyde, un perméamètre a été utilisé et pour les 5 autres COV, un banc d'injection continue a été mis en œuvre. Les droites d'étalonnage ont été refaites régulièrement pour tenir compte d'une éventuelle dérive de sensibilité du GC-MS. Un exemple de droite d'étalonnage est donné ci-dessous (Figure A 28) pour le formaldéhyde et l'  $\alpha$ -pinène.

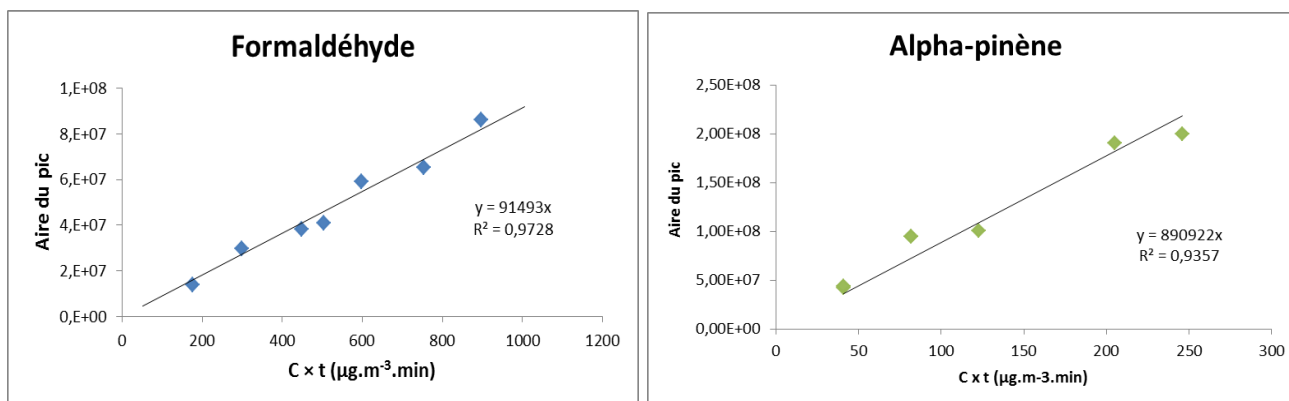


Figure A 28 : Droites d'étalonnage en GC-MS mode SIM pour le formaldéhyde (à gauche) et l'  $\alpha$ -pinène (à droite)

### Performances analytiques

Les limites de détection (déterminées pour un rapport signal/bruit de 3) et de quantification (signal/bruit=10) sont présentées dans le Tableau A 12. La répétabilité déterminée pour le formaldéhyde est de 11 % pour six réplicats.

COVs	L.D ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )	LQ ( $\mu\text{g m}^{-3}$ )
Toluène	0,012	0,042
Formaldéhyde	0,005	0,016
Hexanal	0,124	0,414
$\alpha$ -pinène	0,049	0,164

Tableau A 12 : Limites de détection (LD) et de quantification (LQ) de COV étudiés pour 20 min d'extraction SPME dans le flacon sous vide

### Comparaison avec les méthodes normalisées

Cette méthode alternative a été appliquée dans le cadre des campagnes d'échantillonnage sur la plateforme Evalis parallèlement aux mesures par les méthodes normalisées appliquées par l'IPREM (cartouches DNPH et analyses HPLC pour le formaldéhyde et tube Tenax analyse par GC-MS pour les autres COV).

Les concentrations des COVs cibles sont reportées dans des graphes en Figure A 29, Figure A 30.

L'influence des systèmes photocatalytiques sur les COV étant discutée par ailleurs, il ne sera question dans ce paragraphe que de l'inter-comparaison des méthodes.

Des mesures réalisées par 2 méthodes (DNPH-HPLC UV et SPME-GC MS) pour le formaldéhyde indiquent une assez bonne concordance des résultats pour ce composé (écart de 30 % au maximum). Des mesures réalisées par deux méthodes (TENAX ATD-GC-MS et SPME-GC MS) pour l'hexanal indiquent des écarts de résultats importants : à noter que pour la méthode ATD-GC-MS les concentrations sont exprimées en équivalent toluène alors qu'avec l'autre méthode un étalonnage a été réalisé à partir d'un standard d'hexanal, ce qui est plus réaliste.

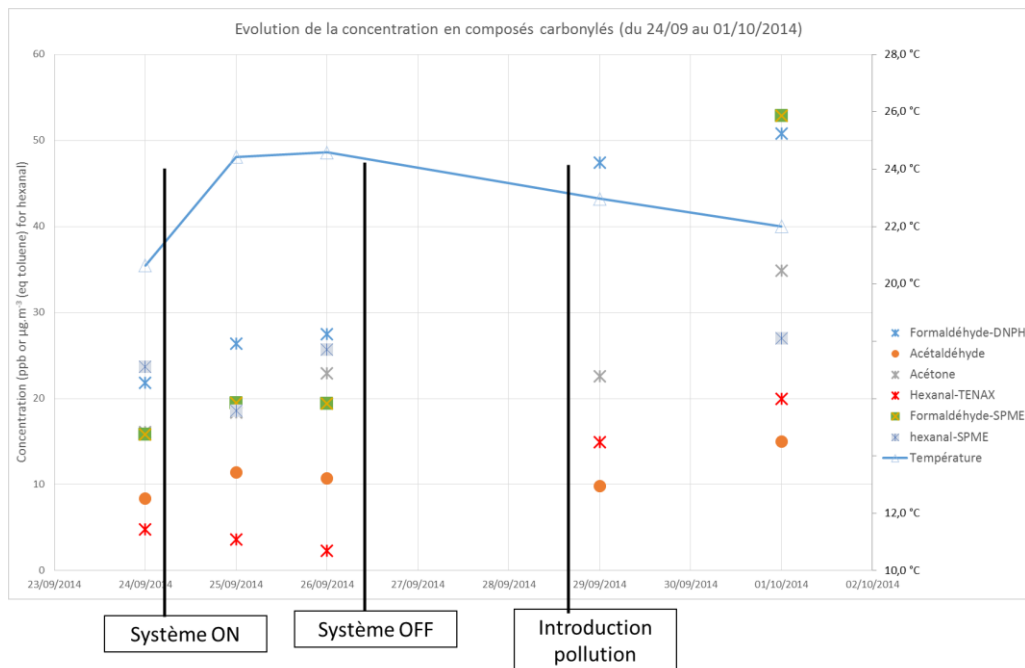


Figure A 29 : Analyse du formaldéhyde et autres composés carbonylés avec le système E15 testé dans EVALIS lors des phases 2, 3 et 4

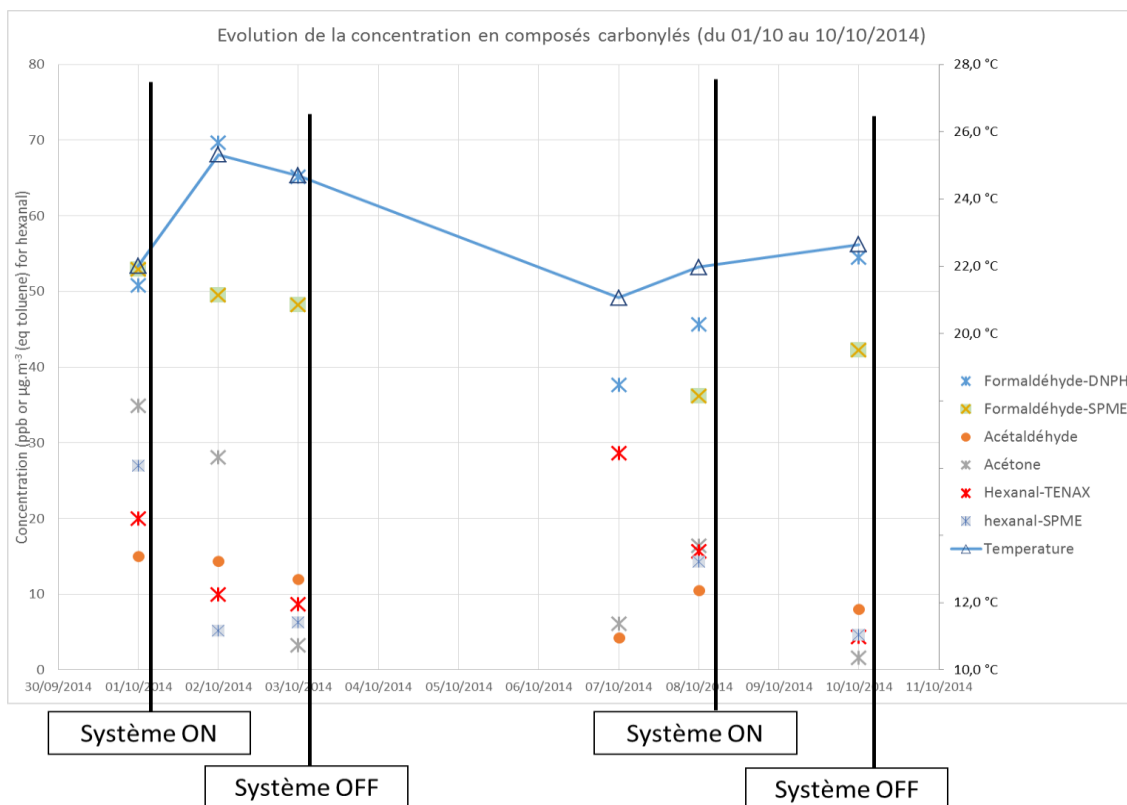


Figure A 30 : Analyse du formaldéhyde, et des autres composés carbonylés avec le système E15 testé sur la plate-forme EVALIS (essai sur 3 jours-2 fois) lors des phases 4, 5 et 6

### Formaldéhyde

La Figure A 31 présente l'évolution du formaldéhyde selon les deux méthodes, SPME et DNPH. On constate que les deux méthodes de mesure indiquent les mêmes fluctuations de concentrations et la même tendance globale, à savoir une diminution significative des teneurs en formaldéhyde 40 jours après la mise en œuvre des tests. Cela provient certainement de la diminution des taux d'émission des matériaux en présence dans la plate-forme Evalis (panneaux OSB,...).

Sur les points de concentrations les plus élevées, on note une sous-estimation systématique des mesures SPME (jusqu'à -30 % environ). Outre le fait que les prélèvements SPME et DNPH ne sont pas effectués sur la même durée (quelques secondes pour la SPME et plusieurs heures pour le DNPH), il se pourrait que l'on atteigne la limite de plage de linéarité du GC-MS pour ces conditions analytiques.

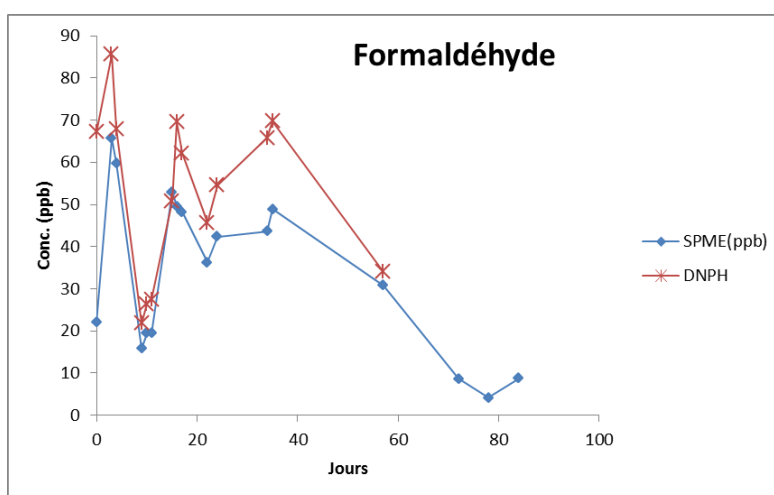


Figure A 31 : Evolution des concentrations de formaldéhyde (méthodes SPME et DNPH) lors des essais Evalis du 15/09/14 au 9/12/14

La Figure A 32 présente la corrélation pour le formaldéhyde entre les deux méthodes DNPH et SPME pour l'ensemble des points de comparaison de l'étude SafePHOTOCAT (campagnes Evalis et essais en chambre environnementale). Cette corrélation est assez satisfaisante puisque le coefficient directeur de la droite est de 1,09 avec un coefficient de corrélation de 0.89 (la médiatrice, de pente 1, est tracée en rouge). Certaines mesures SPME sur des concentrations élevées dans la chambre ont été effectuées en GC-FID. Ce détecteur a une gamme de linéarité plus grande que le MS utilisé en mode SIM, ce qui expliquerait la meilleure corrélation entre les deux techniques pour des teneurs supérieures à 50 ppb. Bien que des points complémentaires soient nécessaires pour affiner la corrélation, il semble que la SPME puisse être appliquée pour l'estimation des concentrations en formaldéhyde. L'utilisation d'un GC-FID au lieu d'un GC-MS pour la quantification semble préférable en raison de sa plus grande gamme de linéarité.

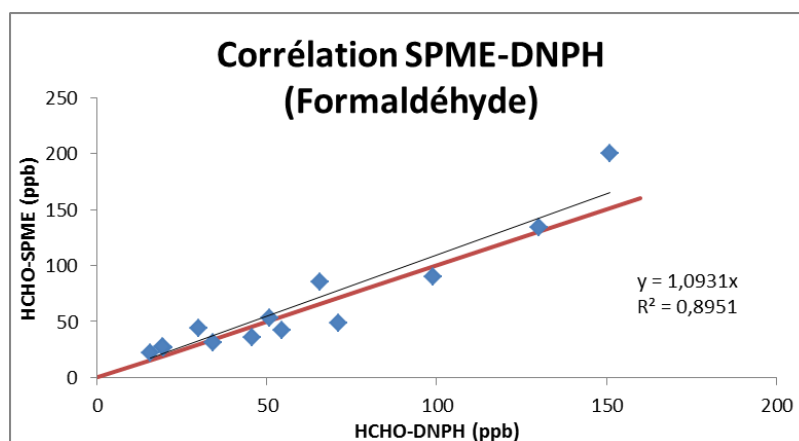


Figure A 32 : Corrélation entre les méthodes DNPH et SPME pour le formaldéhyde

### Toluène

La Figure A 33 présente l'évolution de la concentration en toluène par SPME et par tube Tenax. Comme pour le formaldéhyde, on observe que les résultats évoluent de la même façon pour les deux techniques, avec des teneurs surestimées en SPME (jusqu'à un facteur 2). Les concentrations sont cependant trop faibles (inférieures à  $7 \mu\text{g m}^{-3}$ ) pour établir une corrélation précise. Comme pour le formaldéhyde, on constate une diminution de la concentration en toluène au cours du temps. Celui-ci n'est quasiment plus détecté 20 jours après le début des essais.

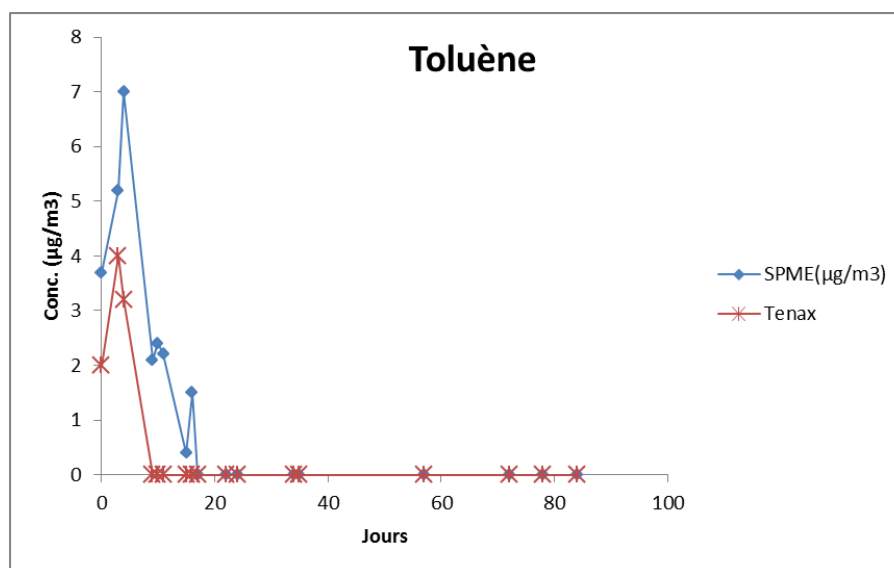


Figure A 33 : Evolution des concentrations de toluène (méthodes SPME et tube Tenax) lors des essais Evalis du 15/09/14 au 9/12/14

### Hexanal, $\alpha$ -pinène et limonène

Dans la plate-forme Evalis, les principales sources de COVs sont, comme pour le formaldéhyde, les matériaux bois-composites (hexanal, d'  $\alpha$ -pinène et limonène).

La Figure A 34 pour ces 3 COVs présente, comme pour le formaldéhyde (Figure A 31), des concentrations assez élevées les premiers jours des essais puis en diminution après 40 jours.

Les résultats obtenus par les deux techniques, Tenax et SPME, sont en bon accord sur la tendance d'évolution globale. Dans le détail, des différences importantes peuvent être soulignées, notamment pour le point à 30 jours (prélèvement du 20 octobre 2014) où les concentrations relevées par tube Tenax sont plus élevées (d'un facteur 4 à 5) que les teneurs déterminées par la technique SPME.

Même si les méthodes de quantification ne sont pas identiques (pour les tubes Tenax les concentrations en COVs sont exprimées en  $\mu\text{g.m}^{-3}$  équivalent toluène), il est difficile d'expliquer ces écarts qui peuvent avoir différentes origines : pas de temps différents des prélèvements, méthodes de quantification différentes, stabilité des débits de prélèvements sur site (pour Tenax), pression des flacons avant prélèvement (pour SPME),...

Pour ces 3 COVs (hexanal,  $\alpha$ -pinène et limonène), des travaux complémentaires visant à mieux contrôler les paramètres influents sont nécessaires avant de pouvoir conclure quant à la pertinence de la méthode SPME comme alternative à la méthode normalisée.

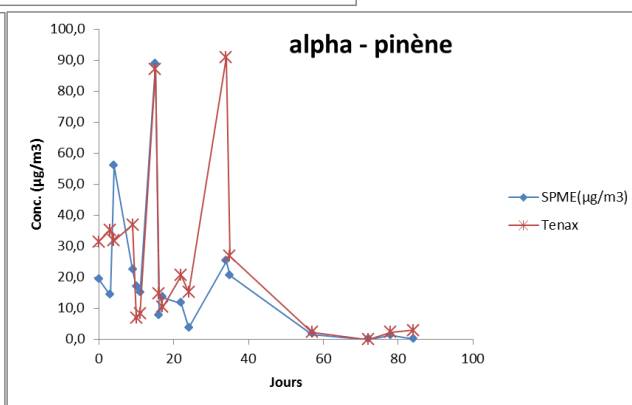
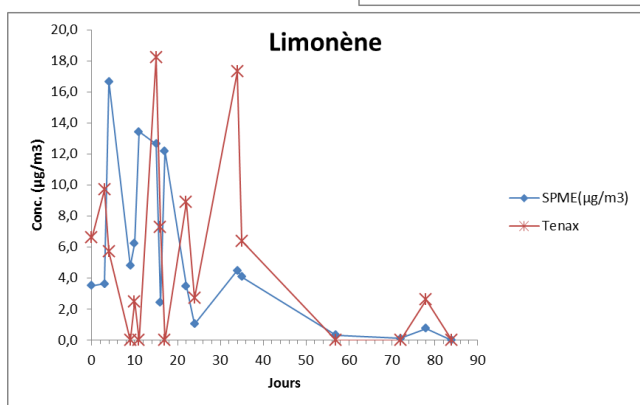
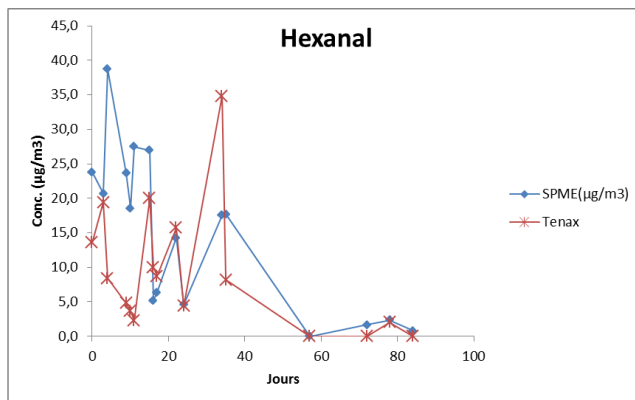


Figure A 34 : Evolution des concentrations d'hexanal, limonène et α-pinène (méthodes SPME et tube Tenax) lors des essais Evalis du 15/09/14 au 9/12/14

## Annexe 9 – Informations sur la quantification des microparticules et nanoparticules en laboratoire et sur la plateforme EVALIS

### Prélèvement et quantification des nanoparticules par ELPI

La métrologie des nanoparticules éventuellement émises par les systèmes et matériaux photocatalytiques est réalisée grâce à un système de prélèvement couplé à un impacteur en cascade basse pression à lecture directe (ELPI, « Electrical Low Pressure Impactor », Dekati *Ltd*, Finlande- Figure A 35).

Cet appareil permet de faire la collection des particules en fonction de leur granulométrie (sur un spectre 7 nm – 10 µm) et la détection simultanée. Ceci permet d'évaluer des cinétiques de production de particules.



Figure A 35 : ELPI connecté sur l'enceinte expérimentale

Pour la métrologie des nanoparticules, la mise en place de l'ELPI est relativement aisée et ne nécessite qu'un piquage sur l'enceinte de test et une voie de compensation, le prélèvement s'effectuant à 10 L min<sup>-1</sup>. Cette compensation se fait à partir d'air comprimé du réseau traité servant à purger la chambre avant la réalisation de tests. Cependant, afin d'assurer un bruit de fond en nanoparticules le plus faible possible, un filtre à particules supplémentaire (filtration à 0,01µm) a été ajouté sur la ligne d'air de compensation à l'entrée de l'enceinte.

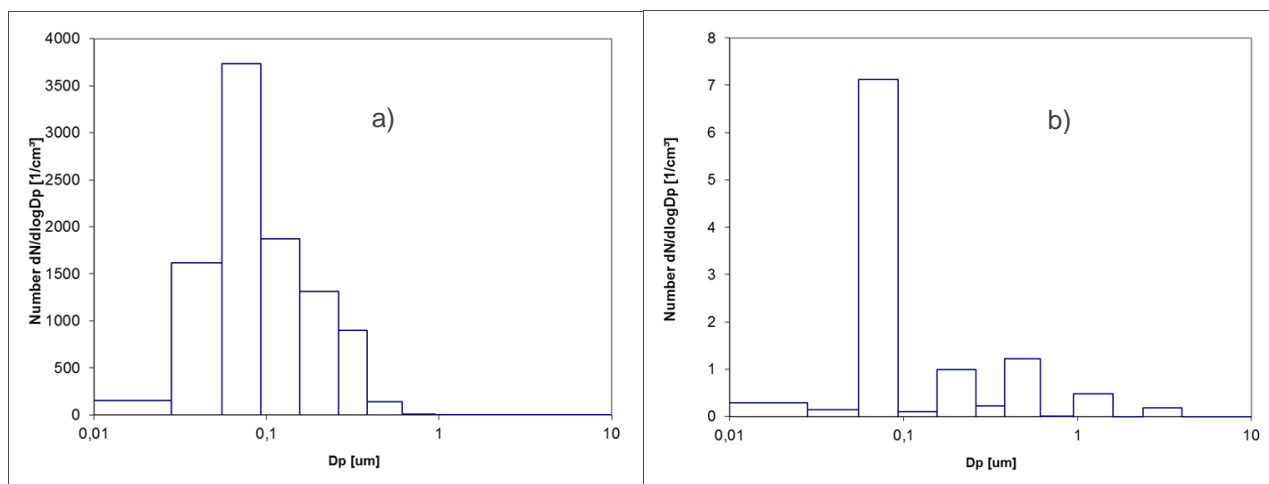
Pour les systèmes et matériaux en fonctionnement, la durée des tests sera ajustée en fonction du nombre de particules détectées en temps réel par ELPI. Cette durée pourra aller de quelques minutes à plusieurs heures. Au cours du prélèvement qui peut s'étendre sur plusieurs heures (dès lors que les étages ne sont pas saturés), la distribution granulométrique pourra être suivie avec un pas de temps de l'ordre de la seconde.

En fonction des mesures réalisées, dans le cas où une production significative serait constatée, les particules correspondant à une classe granulométrique donnée (étage de l'impacteur) peuvent être récupérées soit sur un disque en aluminium de 25 mm pour une estimation de la quantification des particules émises dans un premier temps, soit sur un disque en polymère de 25 mm résistant aux acides, en vue d'une analyse chimique par ICPMS.

Les paramètres retenus pour réaliser les prélèvements et la quantification sont les suivants :

- Débit de prélèvement ELPI : 9,9 L/min - Pression : 100 mbar
- Charger ON (1 µA / 5 KV) – Trap OFF
- Gamme de mesure : 10 000 fA – intervalle entre les mesures : 10 secondes

- Des exemples de mesures réalisés sur l'air ambiant du laboratoire (Figure A 36a) et sur l'air filtré en sortie de la chambre expérimentale (Figure A 36b), permettent de constater le faible bruit de fond dans la chambre qui permettra de contrôler d'éventuelles faibles émissions de particules par les systèmes. Ainsi, l'air filtré utilisé peut être assimilé à de l'air de classification ISO 8 selon la norme européenne 14644-1.

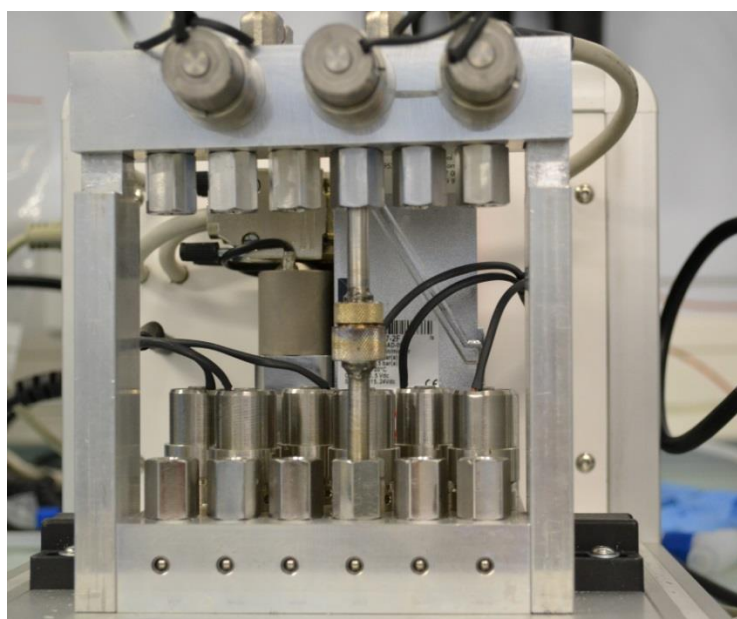


**Figure A 36** : Distribution moyenne des particules dans l'air ambiant du laboratoire et dans l'air filtré en sortie de chambre expérimentale

**NB** : Lecture de la figure de gauche à droite : Dans l'air ambiant du laboratoire (a) ; Dans la chambre purgée avec de l'air propre et humide (b)

### Prélèvement total de nanoparticules

En complément des mesures de nanoparticules avec ELPI, des prélèvements totaux en particules ont été réalisés par filtration sur membrane type Téflon. Le matériel utilisé pour ce prélèvement est un support de filtre Millipore en acier inoxydable (Réf. XX3001200) sur lequel ont été soudés deux raccords pour connecter le système à une pompe de prélèvement Sypac (TERA Environnement). La Figure A 37 permet de visualiser le système en fonctionnement. Les filtres utilisés pour l'échantillonnage sont des filtres PTFE de porosité  $0,2 \mu\text{m}$  (Réf. Millipore FGLP01300), les filtres de porosité inférieure n'étant pas disponibles commercialement.



**Figure A 37** : Pompe et système de prélèvement total de nanoparticules

Pour la réalisation des tests en laboratoire, l'enceinte  $1,17 \text{ m}^3$  est préalablement purgée avec de l'air humide filtré à  $0,01 \mu\text{m}$  (filtre RoHS AFD20-F02C). L'échantillonnage des particules totales est effectué à un débit d'environ  $0,11 \text{ L/min}$

sur une durée de 24 heures (soit un volume total d'air échantillonné d'environ 155 L). Au préalable, des prélèvements d'air de l'enceinte purgée en l'absence de tout système photocatalytique permettent d'obtenir des valeurs pour l'air ambiant (particules qui s'ajouteront aux particules émises par les systèmes photocatalytiques).

Des prélèvements similaires ont été réalisés sur plateforme avec des séries de prélèvements menés en parallèle sur l'air extérieur et l'air intérieur de la plateforme avec le dispositif en fonctionnement. Les disques de collections (et filtres) ont ensuite été stockés dans des flacons hermétiques fermés avant la mise en solution acide nécessaire à l'analyse ICPMS.

### **Analyse chimique des nanoparticules**

L'analyse du titane a été réalisée sur les prélèvements totaux de nanoparticules. La totalité des particules, récupérées sur filtre PTFE de porosité 0,2  $\mu\text{m}$ , ont été minéralisées en vue d'une analyse chimique (ICP-MS haute résolution) du titane.

Les conditions mises en œuvre pour l'étape de minéralisation sont les suivantes :

- 0,5 mL HF + 0,5 mL HNO<sub>3</sub> / 10 mL H<sub>2</sub>O ultrapure ;
- Chauffage 2h à 150°C.

Le scandium a été utilisé en tant qu'étalon interne pour les analyses ICP-MS. 4 isotopes stables du Titane ont été pris en compte : <sup>48</sup>Ti (74 % des atomes), <sup>46</sup>Ti (8 %), <sup>47</sup>Ti (7,5 %), <sup>49</sup>Ti (5,5 %).

## Annexe 10 – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme EVALIS

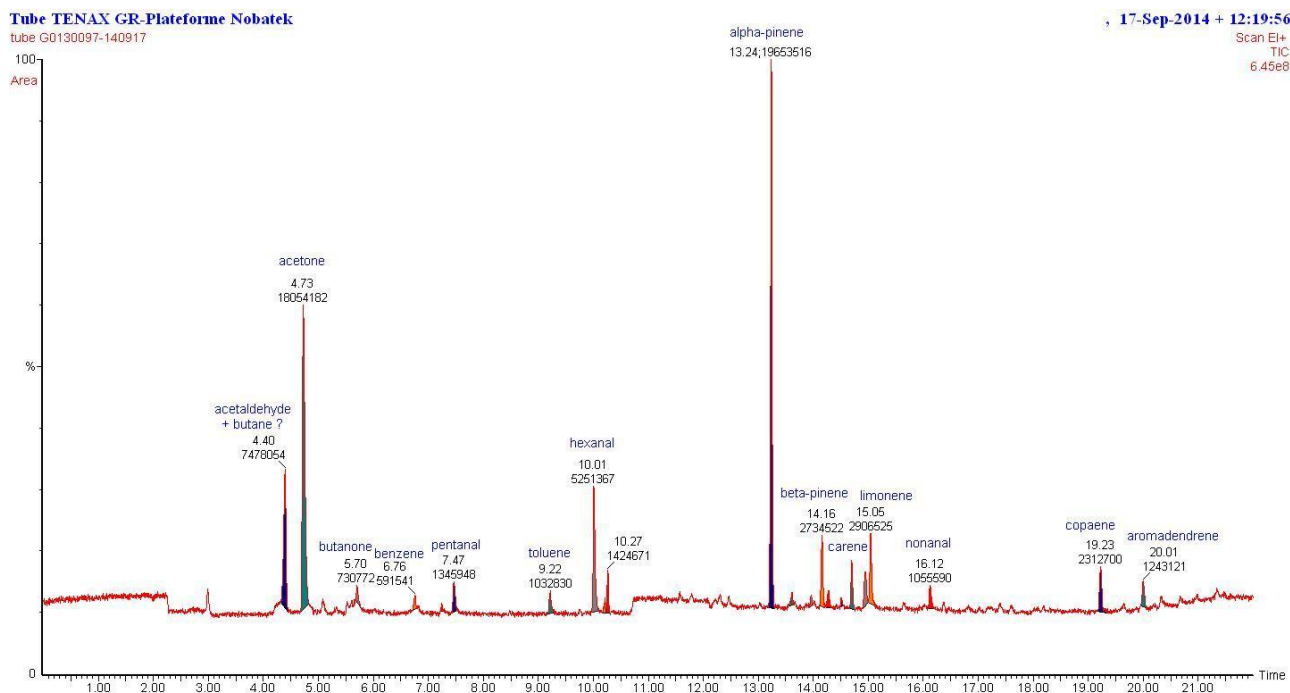


Figure A 38 : Principaux COVs identifiés sur EVALIS - Exemple de chromatogramme obtenu par ATD-GC-MS, sans système, sans ventilation avec une pollution générée par l'introduction de matériaux bois (planches + plinthes)

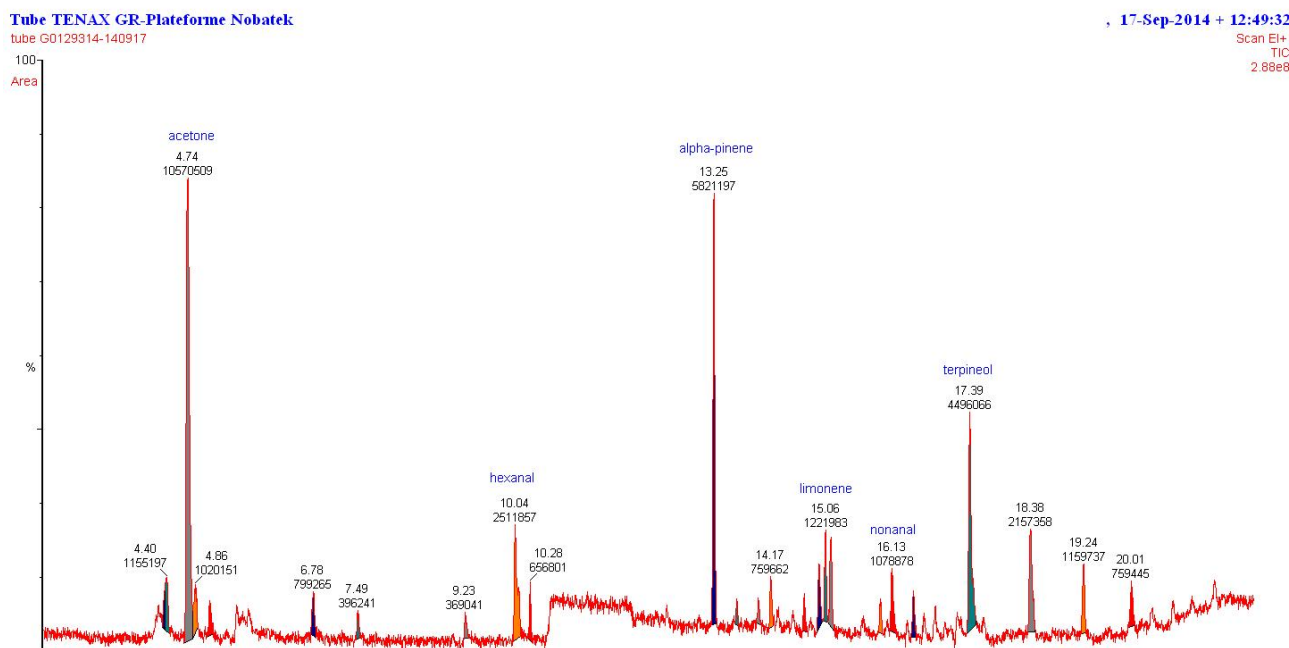


Figure A 39 : Principaux COVs identifiés - Exemple de chromatogramme obtenu par ATD-GC-MS, sans système, sans ventilation avec une pollution générée par l'introduction de matériaux bois (planches + plinthes) et détergent

## Annexe 11 – Principaux COVs détectés par prélèvement sur cartouche TENAX et analyse ATD-GC-MS sur la plateforme BEF

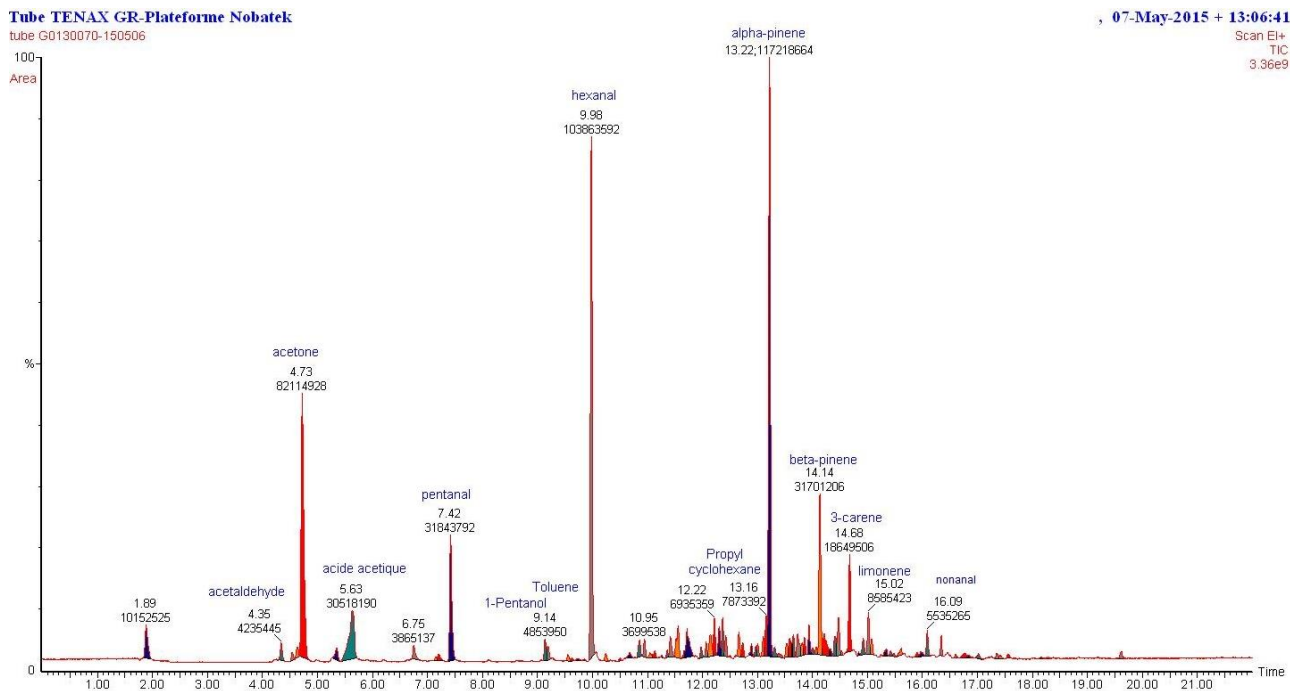


Figure A 40 : Principaux COV identifiés sur EVALIS. Exemple de chromatogramme obtenu par ATD-GC-MS, sans système, avec une ventilation de 0,5 Vol/h

## Annexe 12 – Résultats avec le système E8 dans les phases 1, 2, 3 et 4 dans la plateforme BEF

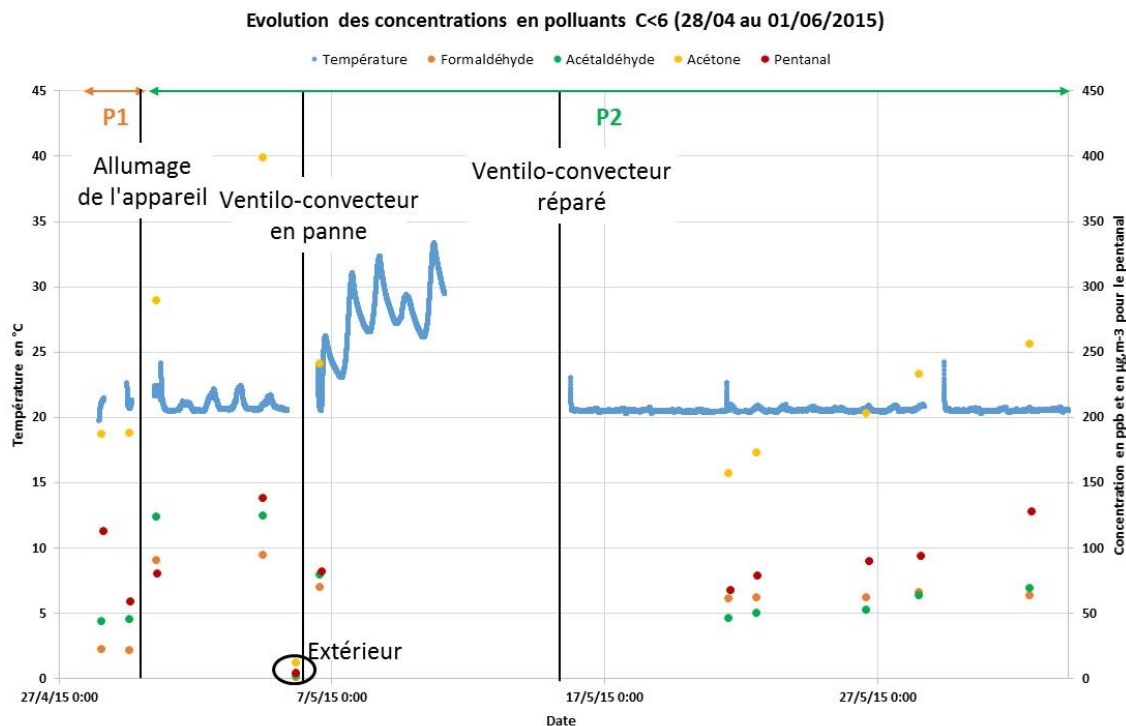


Figure A 41 : Résultats d'analyse des polluants C<6 lors des phases 1 et 2

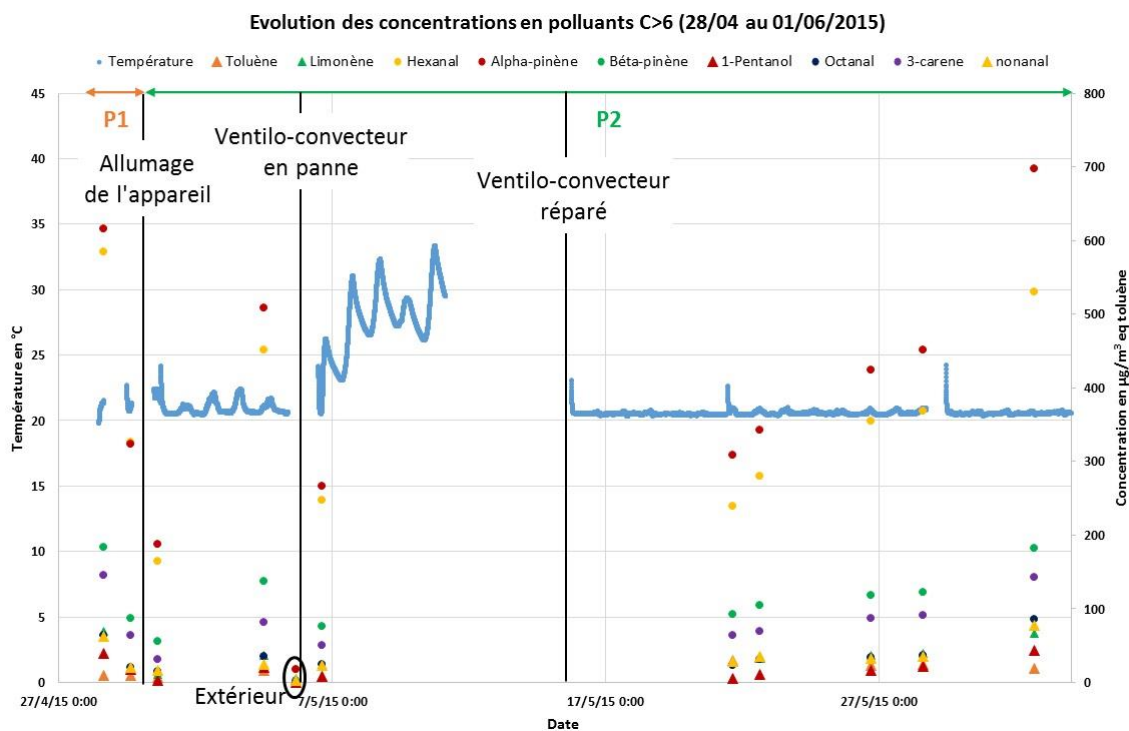


Figure A 42 : Résultats d'analyse des polluants C>6 lors des phases 1 et 2

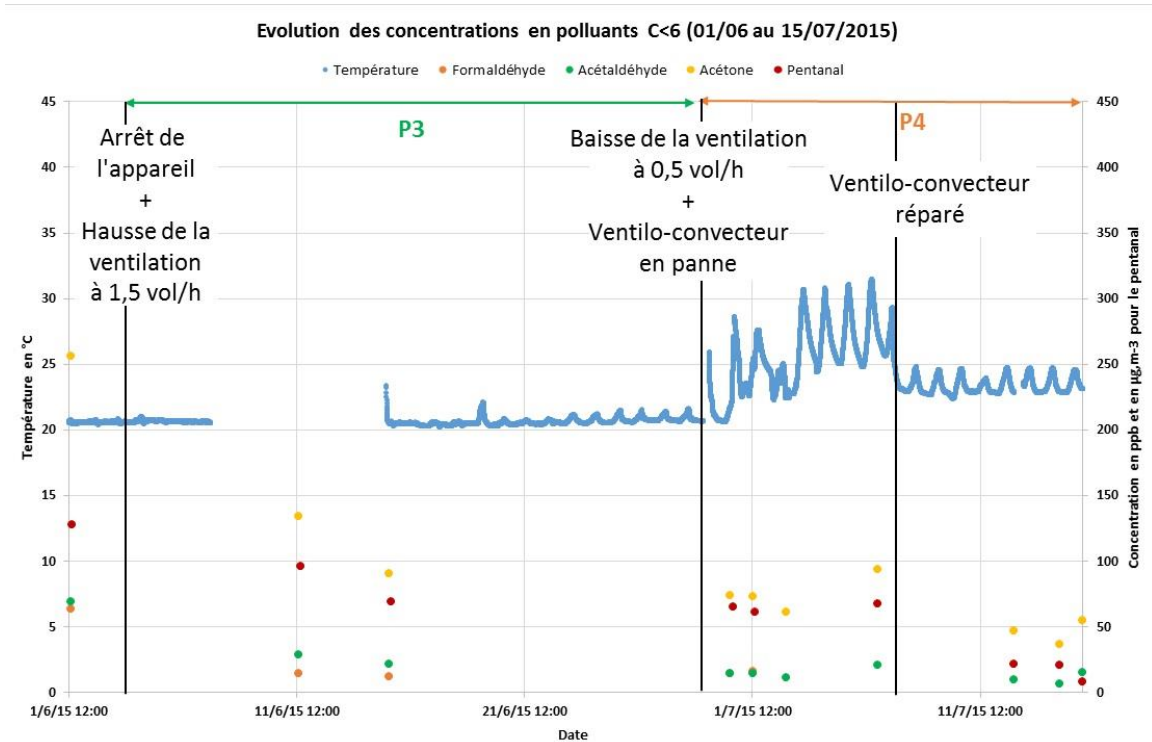


Figure A 43 : Résultats d'analyse des polluants C<6 lors des phases 3 et 4

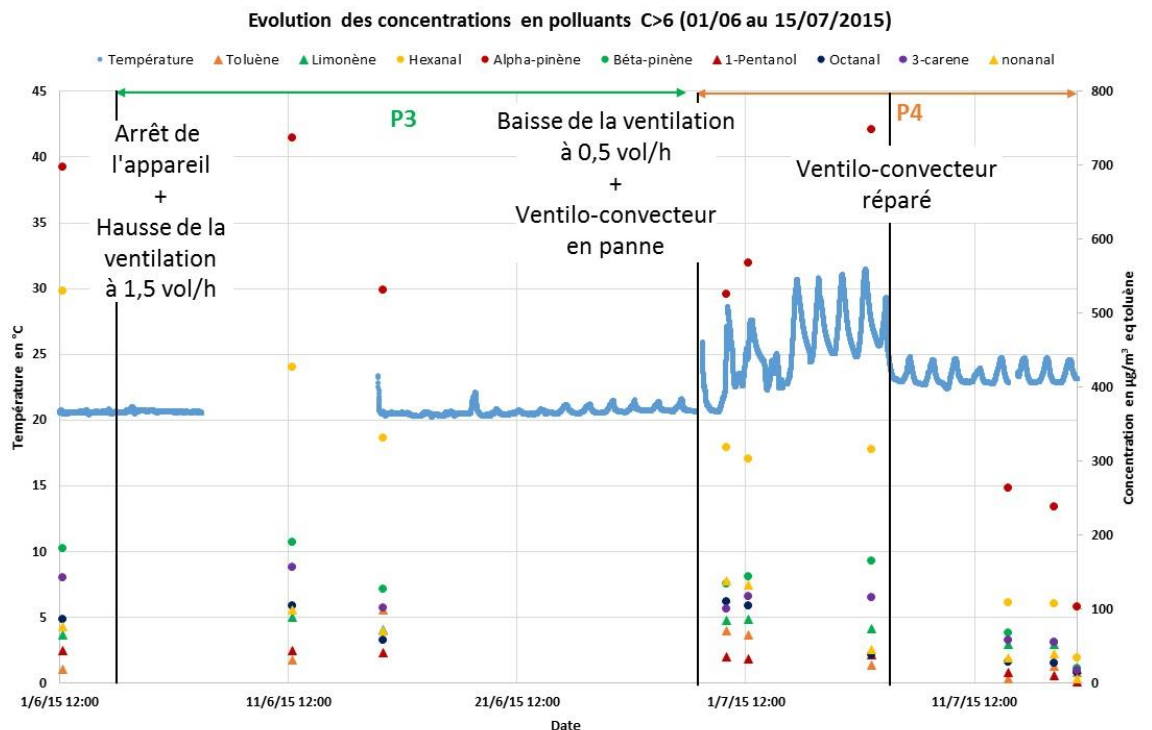


Figure A 44 : Résultats d'analyse des polluants C>6 lors des phases 3 et 4



## L'ADEME EN BREF

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) participe à la mise en œuvre des politiques publiques dans les domaines de l'environnement, de l'énergie et du développement durable. Elle met ses capacités d'expertise et de conseil à disposition des entreprises, des collectivités locales, des pouvoirs publics et du grand public, afin de leur permettre de progresser dans leur démarche environnementale. L'Agence aide en outre au financement de projets, de la recherche à la mise en œuvre et ce, dans les domaines suivants : la gestion des déchets, la préservation des sols, l'efficacité énergétique et les énergies renouvelables, la qualité de l'air et la lutte contre le bruit.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle conjointe du ministère de l'Ecologie, du Développement durable et de l'Energie, et du ministère de l'Éducation nationale, de l'Enseignement supérieur et de la Recherche.



ADEME  
20, avenue du Grésillé  
BP 90406 | 49004 Angers Cedex 01

[www.ademe.fr](http://www.ademe.fr)