



[Maintenance et amélioration des étalons de référence](#)

Type de documents

Rapport d'étude

Référentiel technique national

Non

Année programme

2018

Auteurs

C. Sutour

Nom de l'organisme

LNE

Catégorie

[Metrologie normalisation et assurance qualite](#)

Mots clés

Etalonnage ; Laboratoire national de référence ; Conformité ; Traçabilité ; BTEX (Benzène, Toluène,

Thématique

[Étalons de référence et chaînes nationales d'étalonnage](#)

L'objectif est de maintenir un bon niveau de performances métrologiques pour les étalons de référence SO₂, NO, NO₂, CO, O₃ et BTEX (benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes) utilisés pour titrer les étalons des [AASQA](#), afin de pouvoir continuer à produire des prestations de qualité et de développer des étalons de référence pour de nouveaux polluants.

La première partie a consisté à faire une **synthèse des actions menées pour maintenir l'ensemble des étalons de référence** afin de pouvoir réaliser les étalonnages prévus dans l'étude « Maintien de la chaîne nationale de traçabilité métrologique » de décembre 2019.

La deuxième partie a porté sur **l'amélioration de la méthode de fabrication gravimétrique des mélanges gazeux de référence en bouteille**.

Pour les composés NO, CO et BTEX (benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes), les étalons de référence sont des mélanges gazeux de référence en bouteille (quelques µmol/mol à quelques centaines de µmol/mol) appelés également Matériaux de Référence Certifiés (MRC) qui sont préparés par le LCSQA-[LNE](#) par la méthode gravimétrique selon la norme ISO 6142-1 : ces mélanges gazeux sont ensuite dilués par voie dynamique pour étalonner les mélanges gazeux utilisés par les [AASQA](#).

La rampe de fabrication utilisée par le LCSQA-[LNE](#) ayant été mise en place il y a une vingtaine d'années, il devenait nécessaire de la remplacer par un système plus performant (changement des capteurs de pression, ciblage de la masse avec une balance...), afin d'améliorer la qualité des mélanges gazeux de référence et de diminuer le temps de fabrication.

L'objectif de cette étude était donc de développer et de valider une nouvelle rampe de fabrication des mélanges gazeux de référence.

Fin 2017, un schéma d'une nouvelle rampe a été réalisé (filtration, ciblage, alimentation en gaz purs...). Au cours de l'année 2018, de nombreuses discussions ont eu lieu avec le fournisseur pour affiner le schéma de la rampe de fabrication, le cahier des charges ainsi que le devis.

La nouvelle rampe pour la production de matériaux de références certifiés a été réceptionnée en juin 2019 au LCSQA-[LNE](#).

Elle est flexible d'utilisation avec quatre arrivées de gaz azote et quatre d'air permettant un remplissage en pression des bouteilles plus aisé, une possibilité d'injecter les composés liquides

purs, avec une voie dédiée à l'injection des mélanges gazeux ayant des fractions molaires élevées. Les raccords sont en VCR avec des traitements de surface Sulfinert® afin de limiter au maximum les adsorptions des molécules d'intérêt. La mise en place de deux filtres SAES GETTERS® (un pour l'azote et un pour l'air) sur la rampe permet d'obtenir des fractions molaires d'impuretés (vapeur d'eau, oxygène...) très faibles (quelques nmol/mol) limitant ainsi les réactions parasites de ces impuretés avec les molécules d'intérêt (ex : réaction entre NO et O₂ ; réaction de NO₂ avec H₂O).

L'instrumentation de la rampe avec un analyseur de vapeur d'eau (CRDS HALO KA) permet de suivre le niveau de vapeur d'eau en continu et de pouvoir produire des MRC lorsque la fraction molaire mesurée de vapeur d'eau est suffisamment faible pour éliminer toute réaction non désirée.

Elle a été ensuite optimisée notamment en changeant certaines vannes défectueuses ou inadaptées à notre utilisation.

Six mélanges gazeux ont été produits avec cette nouvelle rampe et ont été analysés par rapport à d'autres MRC (laboratoire national de métrologie en Angleterre - NPL). Les essais ont démontré la justesse des mélanges gazeux préparés, validant ainsi dans son ensemble la rampe de production des MRC.

Les résultats obtenus au cours de cette étude montrent donc que la nouvelle rampe de fabrication des MRC du LCSQA-[LNE](#) est opérationnelle, fonctionnelle et exempte de fuites. Elle sera utilisée à l'avenir pour la fabrication des mélanges gazeux nécessaires pour le raccordement des étalons des [AASQA](#) (cf. Rapport LCSQA « Maintien de la chaîne nationale de traçabilité métrologique » de décembre 2019).

Documents

[Maintien et amélioration des étalons de référence](#)

Source URL: <https://www.lcsqa.org/rapport/maintien-et-amelioration-des-etalons-de-reference-2>