LCSQA

Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air

Amélioration des la qualité des étalonnages

INERIS maîtriser le risque pour un développement durable

LNE Laboratoire National de Métrologie et d'Essais

IMT Nord Europe
École Mines-Télécom
IMT-Université de Lille

"L'expertise au service de la qualité de l'air"

Laboratoire Central de Surveillance
de la Qualité de l'Air

AMELIORATION DE LA QUALITE DES ETALONNAGES

Christophe Sutour

LNE

Décembre 2021

Approbation : Tatiana Macé

Liste des personnes ayant participé à l'étude : Fabien Mary, Thomas Venault

MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
Liberté
Égalité
Fraternité

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

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

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

TABLE DES MATIERES

RESUME **6**

ABSTRACT **7**

1. CONTEXTE **8**

2. OBJECTIF **8**

3. ANALYSE DES BESOINS **8**

4. DESCRIPTION DU SYSTEME ET PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT **9**

4.1 Description 9

4.2 Paramètres du système de perméation 9

5. MODE OPERATOIRE **9**

6. CARACTERISATION DE LA METHODE **10**

6.1 Détermination de l'incertitude de reproductibilité 10

6.2 Détermination de la linéarité 11

6.3 Détermination de la justesse 12

7. CALCUL DE LA FRACTION MOLAIRE DE NO_2 ET DE L'INCERTITUDE ELARGIE ASSOCIEE **14**

7.1 Détermination de la fraction molaire de NO_2 du mélange gazeux de référence et de son incertitude élargie associée 14

7.2 Détermination de la fraction molaire de NO_2 du mélange gazeux analysé et de son incertitude élargie associée 15

8. CONCLUSION **16**

RESUME

Pour répondre aux exigences de qualité des mesures de la directive 2008/50/CE et garantir la traçabilité des mesures réalisées par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), le LCSQA-LNE a mis en place une chaîne nationale de traçabilité métrologique pour le polluant réglementé NO_2.

Dans ce cadre, les étalonnages des mélanges gazeux de NO_2 des AASQA sont réalisés en suivant une méthode d'étalonnage qui implique l'utilisation d'un analyseur basé sur le principe de la chimiluminescence et qui permet de titrer le NO_2 de façon indirecte. En effet, il est équipé d'un four de conversion qui va convertir le NO_2 en NO et c'est alors le NO qui est quantifié. Cette conversion peut ne pas être égale à 100% en fonction du type, de l'âge ou de l'encrassement du four considéré. De plus, ce four de conversion peut convertir d'autres polluants que le NO_2. Enfin, le temps de réponse de ce type d'instrument est relativement long. Le LCSQA-LNE s'est donc équipé d'un analyseur effectuant une mesure directe du NO_2, à savoir un analyseur Télédyne modèle T500U basé sur la technique CAPS (cavity attenuated phase shift spectroscopy). Le temps de réponse de l'analyseur T500U est plus faible que celui basé sur la chimiluminescence (gain de temps) et présente de meilleures performances métrologiques (répétabilité, linéarité, reproductibilité…).

Cette étude a permis d'optimiser la méthode d'étalonnage utilisée dans le cas du NO_2 en mettant en œuvre l'analyseur spécifique Télédyne T500U à la place de celui basé sur la chimiluminescence (Megatec 42i) afin d'améliorer la qualité des résultats en termes de justesse et d'incertitude, et ceci dans le contexte du contentieux européen.

Les résultats de l'étude montrent que la répétabilité et la reproductibilité des mesures réalisées avec l'analyseur T500U (CAPS) sont respectivement de 0,1% et 0,2% de la fraction molaire analysée. Les résultats obtenus pour 9 mélanges gazeux de NO_2 étalonnés avec les deux analyseurs (T500U et 42i), conduisent à des écarts normalisés inférieurs à 1, ce qui montre que les fractions molaires déterminées avec les 2 analyseurs ne sont pas significativement différentes. L'erreur de justesse de la méthode avec l'analyseur T500U est donc considérée comme étant non significative. Les incertitudes élargies relatives sur la fraction molaire analysée avec l'analyseur T500U sont de l'ordre de 1%, donc équivalentes à celles obtenues avec l'analyseur 42i.

Au vu de ces résultats, la méthode d'étalonnage des mélanges gazeux de NO_2 avec l'analyseur T500U est considérée comme validée et sera appliquée en 2022. Les documents qualité ont également été rédigés (procédure technique, fond de calcul des fractions molaires et des incertitudes, fond de certificat d'étalonnage et dossier de validation). Néanmoins, la procédure d'étalonnage avec l'analyseur 42i sera conservée et pourra être utilisée de nouveau en cas de défection de l'analyseur T500U.

ABSTRACT

In order to meet the measurement quality requirements of Directive 2008/50/EC and to guarantee the traceability of measurements carried out by the Air Quality Monitoring Networks (AASQAs), LCSQA-LNE has set up a national metrological traceability chain for the regulated pollutant NO_2.

Within this framework, calibrations of NO_2 gas mixtures performed for the monitoring networks are carried out using a calibration method that involves the use of an analyser based on chemiluminescence which enables NO_2 to be measured indirectly. Indeed, it is equipped with a catalyst converter that converts NO_2 into NO and it is then the NO that is quantified. The conversion rate may not be equal to 100% depending on the type, age and fouling of the converter. Moreover, this catalyst converter can convert other pollutants than NO_2. Finally, the response time of this type of instrument is relatively long. LCSQA-LNE has therefore equipped itself with an analyser that measures NO_2 directly, i.e. a Télédyne model T500U analyser based on the CAPS (cavity attenuated phase shift spectroscopy) technique. The response time of the T500U analyser is shorter than that based on chemiluminescence (time saving) and presents better metrological performances (repeatability, linearity, reproducibility...).

This study allowed the optimisation of the calibration method used in the case of NO_2 by implementing the specific Télédyne T500U analyser instead of the one based on chemiluminescence (Megatec 42i) in order to improve the quality of the results in terms of accuracy and uncertainty.

The results of the study show that the repeatability and reproducibility of the measurements carried out with the T500U analyser (CAPS) are respectively 0.1% and 0.2% of the amount fraction analysed. The results obtained for 9 NO_2 gas mixtures calibrated with the two analysers (T500U et 42i), lead to normalised deviations lower than 1, which shows that the amount fractions determined with the 2 analysers are not significantly different. The accuracy error of the method with the T500U analyser is therefore considered to be insignificant. The relative expanded uncertainties on the amount fraction analysed with the T500U analyser are of the order of 1%, thus equivalent to those obtained with the chemiluminescence-based analyser.

In view of these results, the calibration method for NO_2 gas mixtures with the T500U analyser is considered validated and will be applied in 2022. The quality documents have also been drafted (technical procedure, file for calculating amount fractions and uncertainties, calibration certificate and validation file). Nevertheless, the calibration procedure with the 42i analyser will be kept and can be used again in case of defection of the T500U analyser.

1. CONTEXTE

Pour répondre aux exigences de qualité des mesures de la directive 2008/50/CE et garantir la traçabilité des mesures réalisées par les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA), le LCSQA-LNE a mis en place une chaîne nationale de traçabilité métrologique pour le polluant réglementé NO_2.

Dans ce cadre, les étalonnages des mélanges gazeux de NO_2 des AASQA sont réalisés en suivant une méthode d'étalonnage qui implique l'utilisation d'un analyseur basé sur le principe de la chimiluminescence et qui permet de titrer le NO_2 de façon indirecte. Cet analyseur permet de titrer le NO_2 de façon indirecte. En effet, il est équipé d'un four de conversion qui va convertir le NO_2 en NO et c'est alors le NO qui est quantifié. Cette conversion peut ne pas être égale à 100% en fonction du type, de l'âge, de l'encrassement du four considéré. De plus, ce four de conversion peut convertir d'autres polluants que le NO_2. Enfin, le temps de réponse de ce type d'instrument est relativement long.

Le LCSQA-LNE s'est donc équipé d'un analyseur effectuant une mesure directe du NO_2, à savoir un analyseur Télédyne modèle T500U basé sur la technique CAPS (cavity attenuated phase shift spectroscopy). Le temps de réponse est plus faible que celui basé sur la chimiluminescence (gain de temps) et présente de meilleures performances métrologiques (répétabilité, linéarité, reproductibilité…).

2. OBJECTIF

L'objectif de cette étude était d'optimiser la méthode d'étalonnage utilisée dans le cas du NO_2 en mettant en œuvre l'analyseur spécifique Télédyne T500U à la place de celui basé sur la chimiluminescence (Megatec 42i) afin d'améliorer la qualité des résultats en termes de justesse et d'incertitude, et ceci dans le contexte du contentieux européen.

3. ANALYSE DES BESOINS

Les exigences techniques pour la méthode d'analyse à développer sont les suivantes :

- ✓ Justesse de la méthode par rapport à la méthode par chimiluminescence,
- ✓ Répétabilité des mesures inférieure à 0,1%,
- ✓ Reproductibilité de la méthode inférieure 0,2%,
- ✓ Incertitudes élargies relatives sur la fraction molaire analysée de l'ordre de 1%.

La méthode ne peut être validée que si chacune des exigences ci-dessus est respectée.

4. DESCRIPTION DU SYSTEME ET PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

4.1 Description

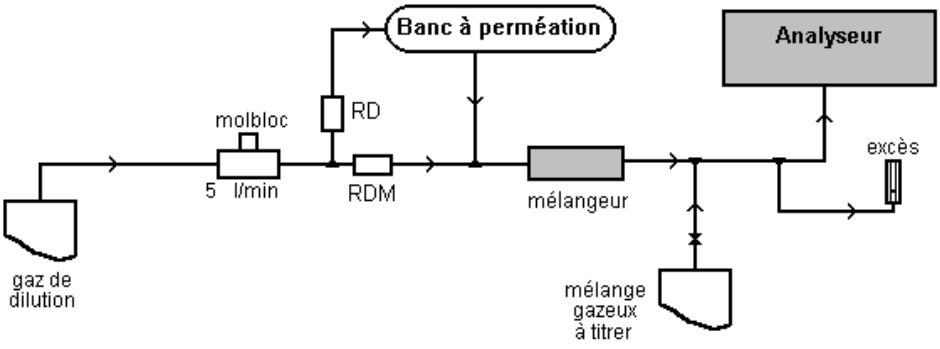

Figure 1 : Schéma du banc d'étalonnage

Le banc d'étalonnage des mélanges gazeux de NO_2 est constitué :

- D'une source de NO_2 par l'intermédiaire d'un tube à permeation régulé en température et pesé périodiquement afin de déterminer son taux de permeation,
- De régulateurs de débits massiques (RDM),
- D'un débitmètre Molbloc/Molbox permettant de mesurer le débit du gaz de dilution avec précision,
- D'un mélangeur permettant l'homogénéisation du mélange gazeux généré,
- D'un analyseur de NO_2 Teledyne modèle T500U (CAPS).

4.2 Paramètres du système de permeation

Les conditions opératoires de la méthode sont les suivantes :

✓ Débit dans le four à permeation :	100 ml/min
✓ Température du four à permeation :	30°C
✓ Tube à permeation :	pesée mensuelle ou hebdomadaire (four ou balance à suspension électromagnétique)
✓ Débits de dilution :	dépend de la fraction molaire de NO_2 souhaitée

5. MODE OPERATOIRE

Les mélanges gazeux de référence sont obtenus par dilution dynamique du NO_2 généré par un tube à permeation.

Le mode opératoire pour l'étalonnage d'un mélange gazeux de NO_2 est le suivant :

- ✓ Mise sous tension 24h avant l'étalonnage de l'analyseur de NO_2,
- ✓ Réglage du zéro de l'analyseur après 30 min d'analyse d'air zéro épuré (pureté > 99,999%),
- ✓ Génération d'un mélange gazeux de référence de NO_2 dans l'air (E_1) à une fraction molaire supérieure de 10 nmol/mol à la fraction molaire nominale du mélange gazeux à étalonner pendant 30 min,
- ✓ Réglage de l'analyseur au point échelle,
- ✓ Génération du gaz de zéro pendant 5 min,
- ✓ Analyse du mélange gazeux à étalonner pendant 30 min,
- ✓ Génération du gaz de zéro pendant 5 min,
- ✓ Analyse du mélange gazeux à étalonner pendant 30 min,
- ✓ Génération du gaz de zéro pendant 5 min,
- ✓ Analyse du mélange gazeux à étalonner pendant 30 min,
- ✓ Génération du gaz de zéro pendant 5 min,
- ✓ Génération d'un mélange gazeux de référence de NO_2 dans l'air (E_2) à une fraction molaire égale à la fraction molaire analysée du mélange gazeux à étalonner pendant 30 min,
- ✓ Calcul des moyennes des fractions molaires analysées et de leurs écarts-types sur les dernières 5 min d'analyses.

Les moyennes des fractions molaires calculées lors de l'analyse du mélange gazeux à étalonner sont corrigées par régression linéaire des réponses de l'appareil lors de l'analyse des deux mélanges gazeux étalons (réglage initial et vérification finale).

6. CARACTERISATION DE LA METHODE

6.1 Détermination de l'incertitude de reproductibilité

Un mélange gazeux en bouteille de NO_2 dans l'air à environ 200 nmol/mol a été étalonné à 5 reprises à des jours différents afin de déterminer l'incertitude de reproductibilité de la méthode d'étalonnage. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 1.

Réponse CAPS en nmol/mol					
	Analyse 1 (5 min)	Analyse 2 (5 min)	Analyse 3 (5 min)	**Moyenne**	**Ecart-type (5 min)**
23/11/2020	198,2	198,2	198,1	**198,1**	**0,02**
25/11/2020	197,3	197,4	197,4	**197,4**	**0,06**
26/11/2020	197,8	197,8	197,8	**197,8**	**0,03**
27/11/2020	197,4	197,4	197,5	**197,4**	**0,04**
30/11/2020	197,2	197,3	197,3	**197,3**	**0,05**

Moyenne :	**197,61**
Ecart-type de reproductibilité :	**0,37**

Tableau 1 : Reproductibilité de la méthode d'étalonnage selon la norme ISO 5725-2

Les résultats obtenus montrent une très bonne répétabilité des mesures, puisqu'elle est au maximum de 0,06 nmol/mol, soit 0,03 % de la fraction molaire analysée.
Le calcul de la reproductibilité selon la norme ISO 5725-2 a conduit à un écart-type de reproductibilité de 0,37 nmol/mol, soit un écart-type relatif inférieur à 0,2%, ce qui est conforme à notre cahier des charges. Cette valeur sera prise en compte dans le calcul d'incertitude final.

$$u_R = 0{,}002 \times F_{NO2}$$

Avec :

u_R l'incertitude-type de reproductibilité

F_{NO2} la fraction molaire de NO_2 analysée

6.2 Détermination de la linéarité

La linéarité de l'appareil a été évaluée sur une gamme de fractions molaires allant de 0 à 250 nmol/mol. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 2.

Fraction molaire générée		Réponse de l'analyseur T500U	
Etalon nmol/mol	Incertitude élargie (k=2) nmol/mol	Lecture nmol/mol	Ecart-type nmol/mol
0	-	-0,037	0,024
256,8	3,5	254,812	0,158
205,6	2,8	202,981	0,043
146,8	2,0	145,012	0,214
96,2	1,3	95,056	0,029
54,1	0,7	53,242	0,020

Tableau 2 : Linéarité de l'analyseur CAPS T500U

La fonction d'étalonnage de l'appareil a été calculée avec le logiciel EXCEL et la droite d'étalonnage est tracée sur la figure 2.

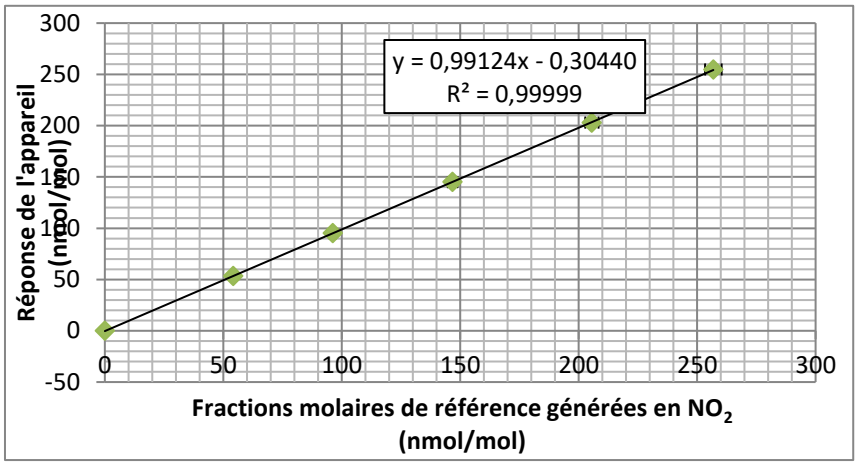

Figure 2 : Linéarité de l'analyseur T500U

On constate une très bonne linéarité de la réponse de l'appareil, puisque le coefficient de régression linéaire est de 0,99999. La pente de la droite est très proche de 1 (0,991), ce qui témoigne des bonnes performances métrologiques de l'appareil.
Etant donné que dans la procédure d'étalonnage des mélanges gazeux de NO_2, un réglage initial de l'appareil est réalisé à une fraction molaire proche de la valeur analysée et que dans un second temps une vérification à la fraction molaire analysée est faite, aucune incertitude liée à un écart de linéarité ne sera considérée dans le bilan d'incertitude.

6.3 Détermination de la justesse

Afin de vérifier la justesse de la méthode d'étalonnage développée, les résultats obtenus avec cette méthode ont été comparés avec ceux obtenus en utilisant la méthode d'étalonnage de référence par chimiluminescence.
Neuf mélanges gazeux de NO_2 dans l'air ont été étalonnés avec les deux analyseurs (42i et T500U) et les écarts normalisés ont été calculés afin de statuer sur l'équivalence des méthodes. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.

		Megatec 42i		Télédyne T500U		Ecart relatif	Ecart normalisé
Date	N° bouteille	Moyenne	U(k=2)	Moyenne	U(k=2)	%	<1
		nmol/mol	nmol/mol	nmol/mol	nmol/mol		
02/10/2020	530511/H0KU7GD	196,8	2,0	196,0	1,4	-0,44	0,35
05/10/2020	3408	151,6	1,5	150,6	1,1	-0,70	0,57
05/10/2020	1762	148,7	1,5	147,8	1,1	-0,63	0,50
07/10/2020	0701	241,8	2,7	240,0	2,0	-0,71	0,51
14/10/2020	D234996/H452HT	221,9	2,6	221,4	2,1	-0,20	0,13
27/10/2020	D530511	197,8	2,0	199,0	1,4	0,63	0,51
26/10/2020	1728/H0KT0N3	175,0	1,9	173,4	2,4	-0,92	0,53
03/11/2020	3187	140,3	2,1	141,4	2,1	0,81	0,38
04/11/2020	1248	233,9	2,6	237,2	4,1	1,40	0,67

Tableau 3 : Comparaison des deux méthodes d'étalonnage

Pour les neuf mélanges gazeux étalonnés, l'écart normalisé a été calculé selon l'équation 1.

$$E_n = \frac{|F_{CH} - F_{CAPS}|}{\sqrt{U_{F_{CH}}^2 + U_{F_{CAPS}}^2}} \quad \textbf{Équation 1}$$

Avec :

E_n	L'écart normalisé
F_{CH}	La fraction molaire déterminée par chimiluminescence
F_{CAPS}	La fraction molaire déterminée par l'analyseur CAPS
$U_{F_{CH}}^2$	L'incertitude élargie sur la fraction molaire déterminée par l'analyseur basé sur la chimiluminescence
$U_{F_{CAPS}}^2$	L'incertitude élargie sur la fraction molaire déterminée par l'analyseur CAPS

Les résultats obtenus pour les neuf mélanges gazeux de NO_2 étalonnés avec les deux méthodes, conduisent à des écarts normalisés inférieurs à 1. L'erreur de justesse de la méthode est donc considérée comme étant non significative.

7. CALCUL DE LA FRACTION MOLAIRE DE NO_2 ET DE L'INCERTITUDE ELARGIE ASSOCIEE

7.1 Détermination de la fraction molaire de NO_2 du mélange gazeux de référence et de son incertitude élargie associée

Le mélange gazeux de NO_2 de référence est généré par perméation. La fraction molaire en NO_2 est déterminée par calcul à partir de l'équation 2 :

$$E = \frac{T_x/M}{T_x/M + D/V_m} \qquad \textbf{Équation 2}$$

Avec :

E	La fraction molaire en NO_2 (mol/mol)
T_x	Le taux de perméation du tube (g/min)
M	La masse molaire du NO_2 (g/mol)
D	Le débit de dilution (l/min)
V_m	Le volume molaire (l/mol)

L'incertitude sur la fraction molaire étalon de NO_2 est calculée en appliquant à l'équation 2, la loi de propagation des variances (cf. Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure) dont la formule générale est :

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N}\left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 \times u^2(x_i) + 2\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=i+1}^{N}\left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)\left(\frac{\partial f}{\partial x_j}\right)u(x_i, x_j)$$

Détermination des incertitudes-types $u^2(x_i)$:

- L'incertitude-type sur le taux de perméation du tube (T_x) est calculée suivant la procédure technique du LCSQA-LNE intitulée « Détermination du débit massique des tubes à perméation ».
- L'incertitude-type sur la masse molaire du dioxyde d'azote (M) est calculée à partir des masses atomiques indiquées dans la publication Pure Appl. Chem., Vol. 85, No. 5, pp. 1047–1078, 2013.

$$\boldsymbol{M = 46,0050\ g/mol}$$
$$\textbf{Et } \boldsymbol{u(M) = 0,0018\ g/mol}$$

- L'incertitude-type sur le débit du gaz de dilution (D) tient compte des incertitudes liées aux performances du débitmètre (étalonnage et écart de linéarité) qui sont estimées à 0,25 % du débit mesuré.

$$\boldsymbol{u(D) = D \times 0,0025\ \ l/min}$$

- L'incertitude-type sur le volume molaire normal est donnée dans le document « CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants: 2014 » (Peter J. Mohr, 2014).

$$\boldsymbol{V_m = 22,413962\ \ l/mol}$$
$$\textbf{Et } \boldsymbol{u(V_m) = 1,3.10^{-5}\ l/mol}$$

7.2 Détermination de la fraction molaire de NO_2 du mélange gazeux analysé et de son incertitude élargie associée

La fraction molaire de NO_2 analysée (F_a) est calculée à partir des réponses de l'analyseur et des fractions molaires des mélanges gazeux de référence selon l'équation 3 suivante :

$$F_a = L_a \times \frac{L_{E1} - L_{E2}}{E_1 - E_2} + b \qquad \textbf{Équation 3}$$

Avec :

L_a	La moyenne des trois lectures du mélange gazeux à analyser
L_{E1}	La lecture moyenne lors du réglage de l'analyseur avec le mélange gazeux de référence 1
L_{E2}	La lecture moyenne lors de la vérification de l'analyseur avec le mélange gazeux de référence 2
E_1	La fraction molaire du mélange gazeux de référence 1
E_2	La fraction molaire du mélange gazeux de référence 2
b	L'ordonnée à l'origine de la fonction d'étalonnage calculée à partir des deux mélanges gazeux de référence

L'incertitude finale sur la fraction molaire de NO_2 analysée est exprimée selon l'équation :

$$u(F_a) = \sqrt{u^2(E) + u^2(L_a) + u^2(L_{E1}) + u^2(L_{E2}) + u^2(L_{max}) + u^2(R)}$$

Avec :

- $u(E)$ l'incertitude-type sur le mélange gazeux de référence de NO_2 calculée selon le paragraphe précédent.
- $u(L_a)$ l'écart-type calculé sur les trois moyennes des lectures lors de l'analyse du mélange gazeux à analyser.
- $u(L_{E1})$ l'écart-type des mesures lors du passage de l'étalon 1 sur les 5 dernières minutes d'analyse.
- $u(L_{E2})$ l'écart-type des mesures lors du passage de l'étalon 2 sur les 5 dernières minutes d'analyse.
- $u(L_{max})$ l'écart-type maximum calculé lors des trois analyses sur les 5 dernières minutes de mesures.
- $u(R)$ l'incertitude-type de reproductibilité de la méthode calculée précédemment étant égale à 0,2% de la fraction molaire analysée.

$$u(R) = 0{,}002 \times F_a$$

Application numérique :

L'étalonnage d'un mélange gazeux de NO_2 en bouteille a conduit à une fraction molaire de 150,6 nmol/mol avec une incertitude élargie absolue de 1,2 nmol/mol, soit une incertitude élargie relative de 0,8 %, ce qui répond au cahier des charges fixé (cf. paragraphe 3).

8. CONCLUSION

Cette étude a permis d'optimiser la méthode d'étalonnage utilisée dans le cas du NO_2 en mettant en œuvre l'analyseur spécifique Télédyne T500U à la place de celui basé sur la chimiluminescence (Megatec 42i) afin d'améliorer la qualité des résultats en termes de justesse et d'incertitude, et ceci dans le contexte du contentieux européen.

Les résultats de l'étude montrent que la répétabilité et la reproductibilité des mesures réalisées avec l'analyseur T500U (CAPS) sont respectivement de 0,1% et 0,2% de la fraction molaire analysée. Les résultats obtenus pour 9 mélanges gazeux de NO_2 étalonnés avec les deux analyseurs (42i et T500U), conduisent à des écarts normalisés inférieurs à 1, ce qui montre que les fractions molaires déterminées avec les 2 analyseurs ne sont pas significativement différentes. L'erreur de justesse de la méthode avec l'analyseur T500U est donc considérée comme étant non significative. Les incertitudes élargies relatives sur la fraction molaire analysée avec l'analyseur T500U sont de l'ordre de 1%, donc équivalentes à celles obtenues avec l'analyseur basé sur la chimiluminescence.

Au vu de ces résultats, la méthode d'étalonnage des mélanges gazeux de NO_2 avec l'analyseur T500U est considérée comme validée et sera appliquée en 2022. Les documents qualité ont également été rédigés (procédure technique, fond de calcul des fractions molaires et des incertitudes, fond de certificat d'étalonnage et dossier de validation). Néanmoins, la procédure d'étalonnage avec l'analyseur 42i sera conservée et pourra être utilisée de nouveau en cas de défection de l'analyseur T500U.

direction et secrétariat du LCSQA
INERIS - parc technologique Alata - BP 2 - F60550 Verneuil-en-Halatte
tél. 03 44 55 69 16 - www.lcsqa.org