

**Comité consultatif
pour la quantité de matière**
6^e session (avril 2000)

**Consultative Committee
for Amount of Substance**
6th Meeting (April 2000)

Bureau international des poids et mesures

**Comité consultatif
pour la quantité
de matière (CCQM)**

6^e session (avril 2000)

Note sur l'utilisation du texte anglais (*voir* page 51)

Afin de mieux faire connaître ses travaux,
le Comité international des poids et mesures
publie une version en anglais de ses rapports.
Le lecteur doit cependant noter que le rapport officiel
est toujours celui qui est rédigé en français.
C'est le texte français qui fait autorité si une référence
est nécessaire ou s'il y a doute sur l'interprétation.

Édité par le BIPM,
Pavillon de Breteuil,
F-92312 Sèvres Cedex
France

Conception graphique :
Monika Jost

Imprimé par : Stedi, Paris

ISSN 1025-0034
ISBN 92-822-2174-1

TABLE DES MATIÈRES

Photographie des participants à la 6^e session du Comité consultatif pour la quantité de matière **2**

États membres de la Convention du Mètre **6**

Le BIPM et la Convention du Mètre **7**

Liste des membres du Comité consultatif pour la quantité de matière **11**

Rapport au Comité international des poids et mesures, par J. McLaren **13**

Ordre du jour **14**

1 Ouverture de la session ; approbation de l'ordre du jour ; nomination d'un rapporteur **15**

2 Compte rendu de la cinquième session **16**

3 L'arrangement de reconnaissance mutuelle et l'état d'avancement de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés dans le domaine de la métrologie en chimie **16**

4 Discussion sur l'annexe C de l'arrangement de reconnaissance mutuelle **19**

5 Rapports des groupes de travail **21**

5.1 Analyse organique **21**

5.2 Analyse inorganique **24**

5.3 Analyse de gaz **27**

5.4 Analyse électrochimique (y compris le pH) **29**

5.5 Analyse de surface (proposition) **30**

5.6 Comparaisons clés **31**

6 Méthodes primaires **32**

7 Travaux accomplis à la suite de l'atelier sur les incertitudes de décembre 1999 **33**

8 Métrologie en biotechnologie **34**

9 Programme du BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie **36**

10 Questions diverses **37**

11 Date de la prochaine session **37**

Tableau 1 : liste des comparaisons et études du CCQM **38**

Annexe Q 1. Documents de travail présentés à la 6^e session du CCQM **44**

Liste des sigles utilisés dans le présent volume 45

ÉTATS MEMBRES DE LA CONVENTION DU MÈTRE

au 6 avril 2000

Afrique du Sud	Iran (Rép. islamique d')
Allemagne	Irlande
Argentine	Israël
Australie	Italie
Autriche	Japon
Belgique	Mexique
Brésil	Norvège
Bulgarie	Nouvelle-Zélande
Cameroun	Pakistan
Canada	Pays-Bas
Chili	Pologne
Chine	Portugal
Corée (Rép. de)	Roumanie
Corée (Rép. pop. dém. de)	Royaume-Uni
Danemark	Russie (Féd. de)
Dominicaine (Rép.)	Singapour
Égypte	Slovaquie
Espagne	Suède
États-Unis	Suisse
Finlande	Tchèque (Rép.)
France	Thaïlande
Hongrie	Turquie
Inde	Uruguay
Indonésie	Venezuela

LE BIPM ET LA CONVENTION DU MÈTRE

Le Bureau international des poids et mesures (BIPM) a été créé par la Convention du Mètre signée à Paris le 20 mai 1875 par dix-sept États, lors de la dernière séance de la Conférence diplomatique du Mètre. Cette Convention a été modifiée en 1921.

Le Bureau international a son siège près de Paris, dans le domaine (43 520 m²) du Pavillon de Breteuil (Parc de Saint-Cloud) mis à sa disposition par le Gouvernement français ; son entretien est assuré à frais communs par les États membres de la Convention du Mètre.

Le Bureau international a pour mission d'assurer l'unification mondiale des mesures physiques ; il est donc chargé :

- d'établir les étalons fondamentaux et les échelles pour la mesure des principales grandeurs physiques et de conserver les prototypes internationaux ;
- d'effectuer la comparaison des étalons nationaux et internationaux ;
- d'assurer la coordination des techniques de mesure correspondantes ;
- d'effectuer et de coordonner les mesures des constantes physiques fondamentales qui interviennent dans les activités ci-dessus.

Le Bureau international fonctionne sous la surveillance exclusive du Comité international des poids et mesures (CIPM), placé lui-même sous l'autorité de la Conférence générale des poids et mesures (CGPM) à laquelle il présente son rapport sur les travaux accomplis par le Bureau international.

La Conférence générale rassemble des délégués de tous les États membres de la Convention du Mètre et se réunit actuellement tous les quatre ans dans le but :

- de discuter et de provoquer les mesures nécessaires pour assurer la propagation et le perfectionnement du Système international d'unités (SI), forme moderne du Système métrique ;
- de sanctionner les résultats des nouvelles déterminations métrologiques fondamentales et d'adopter les diverses résolutions scientifiques de portée internationale ;
- d'adopter toutes les décisions importantes concernant la dotation, l'organisation et le développement du Bureau international.

Le Comité international comprend dix-huit membres appartenant à des États différents ; il se réunit actuellement tous les ans. Le bureau de ce Comité adresse aux Gouvernements des États membres de la Convention du Mètre un rapport annuel sur la situation administrative et financière du Bureau international. La principale mission du Comité international est d'assurer l'unification mondiale des unités de mesure, en agissant directement, ou en soumettant des propositions à la Conférence générale.

Limitées à l'origine aux mesures de longueur et de masse et aux études métrologiques en relation avec ces grandeurs, les activités du Bureau international ont été étendues aux étalons de mesure électriques (1927), photométriques et radiométriques (1937), des rayonnements ionisants (1960) et aux échelles de temps (1988). Dans ce but, un agrandissement des premiers laboratoires construits en 1876-1878 a eu lieu en 1929 ; de nouveaux bâtiments ont été construits en 1963-1964 pour les laboratoires de la section des rayonnements ionisants, en 1984 pour le travail sur les lasers et en 1988 a été inauguré un bâtiment pour la bibliothèque et des bureaux.

Environ quarante-cinq physiciens et techniciens travaillent dans les laboratoires du Bureau international. Ils y font principalement des recherches métrologiques, des comparaisons internationales des réalisations des unités et des vérifications d'étalons. Ces travaux font l'objet d'un rapport annuel détaillé qui est publié avec les *Procès-verbaux des séances du Comité international*.

Devant l'extension des tâches confiées au Bureau international en 1927, le Comité international a institué, sous le nom de Comités consultatifs, des organes destinés à le renseigner sur les questions qu'il soumet, pour avis, à leur examen. Ces Comités consultatifs, qui peuvent créer des groupes de travail temporaires ou permanents pour l'étude de sujets particuliers, sont chargés de coordonner les travaux internationaux effectués dans leurs domaines respectifs et de proposer au Comité international des recommandations concernant les unités.

Les Comités consultatifs ont un règlement commun (*BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1963, **31**, 97). Ils tiennent leurs sessions à des intervalles irréguliers. Le président de chaque Comité consultatif est désigné par le Comité international ; il est généralement membre du Comité international. Les Comités consultatifs ont pour membres des laboratoires de métrologie et des instituts spécialisés, dont la liste est établie par le Comité international, qui envoient des délégués de leur choix. Ils comprennent aussi des membres nominativement désignés par le Comité international, et un représentant du Bureau international (Critères pour être membre des Comités

consultatifs, *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1996, **64**, 6). Ces Comités sont actuellement au nombre de dix :

- 1 Le Comité consultatif d'électricité et magnétisme (CCEM), nouveau nom donné en 1997 au Comité consultatif d'électricité (CCE) créé en 1927 ;
- 2 Le Comité consultatif de photométrie et radiométrie (CCPR), nouveau nom donné en 1971 au Comité consultatif de photométrie (CCP) créé en 1933 (de 1930 à 1933 le CCE s'est occupé des questions de photométrie) ;
- 3 Le Comité consultatif de thermométrie (CCT), créé en 1937 ;
- 4 Le Comité consultatif des longueurs (CCL), nouveau nom donné en 1997 au Comité consultatif pour la définition du mètre (CCDM) créé en 1952 ;
- 5 Le Comité consultatif du temps et des fréquences (CCTF), nouveau nom donné en 1997 au Comité consultatif pour la définition de la seconde (CCDS) créé en 1956 ;
- 6 Le Comité consultatif des rayonnements ionisants (CCRI), nouveau nom donné en 1997 au Comité consultatif pour les étalons de mesure des rayonnements ionisants (CCEMRI) créé en 1958 (en 1969, ce Comité consultatif a institué quatre sections : Section I (Rayons x et γ , électrons), Section II (Mesure des radionucléides), Section III (Mesures neutroniques), Section IV (Étalons d'énergie α) ; cette dernière section a été dissoute en 1975, son domaine d'activité étant confié à la Section II) ;
- 7 Le Comité consultatif des unités (CCU), créé en 1964 (ce Comité consultatif a remplacé la « Commission du système d'unités » instituée par le Comité international en 1954) ;
- 8 Le Comité consultatif pour la masse et les grandeurs apparentées (CCM), créé en 1980 ;
- 9 Le Comité consultatif pour la quantité de matière (CCQM), créé en 1993 ;
- 10 Le Comité consultatif de l'acoustique, des ultrasons et des vibrations (CCAUV), créé en 1998.

Les travaux de la Conférence générale, du Comité international et des Comités consultatifs sont publiés par les soins du Bureau international dans les collections suivantes :

- *Comptes rendus des séances de la Conférence générale des poids et mesures* ;

- *Procès-verbaux des séances du Comité international des poids et mesures* ;
- *Rapports des sessions des Comités consultatifs*.

Le Bureau international publie aussi des monographies sur des sujets métrologiques particuliers et, sous le titre *Le Système international d'unités (SI)*, une brochure remise à jour périodiquement qui rassemble toutes les décisions et recommandations concernant les unités.

La collection des *Travaux et mémoires du Bureau international des poids et mesures* (22 tomes publiés de 1881 à 1966) a été arrêtée par décision du Comité international, de même que le *Recueil de travaux du Bureau international des poids et mesures* (11 volumes publiés de 1966 à 1988).

Les travaux du Bureau international font l'objet de publications dans des journaux scientifiques ; une liste en est donnée chaque année dans les *Procès-verbaux des séances du Comité international*.

Depuis 1965 la revue internationale *Metrologia*, éditée sous les auspices du Comité international des poids et mesures, publie des articles sur la métrologie scientifique, sur l'amélioration des méthodes de mesure, les travaux sur les étalons et sur les unités, ainsi que des rapports concernant les activités, les décisions et les recommandations des organes de la Convention du Mètre.

**LISTE DES MEMBRES
DU COMITÉ CONSULTATIF
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE**

au 6 avril 2000

Président

M. R. Kaarls, membre du Comité international des poids et mesures.

Secrétaire exécutif

M. R.S. Davis, Bureau international des poids et mesures [BIPM], Sèvres.

Membres

Bureau national de métrologie : Laboratoire national d'essais [BNM-LNE],
Paris.

Conseil national de recherches du Canada [NRC], Ottawa.

Danish Institute of Fundamental Metrology [DFM], Lyngby.

Fédération internationale de chimie clinique et de médecine de laboratoire
[IFCC].

Institut de métrologie D.I. Mendéléev du Gosstandart de Russie [VNIIM],
Saint-Pétersbourg.

Institut des matériaux et mesures de référence [IRMM], Commission
européenne.

Institut national de métrologie [NIM]/National Research Centre for Certified
Reference Materials [NRCCRM], Beijing.

Korea Research Institute of Standards and Science [KRISS], Taejon.

National Institute of Standards and Technology [NIST], Gaithersburg.

National Physical Laboratory [NPL]/Laboratory of the Government Chemist
[LGC], Teddington.

National Research Laboratory of Metrology [NRLM]/National Institute of
Material and Chemical Research [NIMC], Tsukuba.

Nederlands Meetinstituut : Van Swinden Laboratorium [NMI-VSL], Delft.

Organisation internationale de normalisation : Comité pour les matériaux de
référence [ISO-REMCO].

Physikalisch-Technische Bundesanstalt [PTB]/Bundesanstalt für
Materialforschung und -prüfung [BAM], Braunschweig et Berlin.

Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut [SP], Borås.

Union internationale de chimie pure et appliquée [UICPA].

Le directeur du Bureau international des poids et mesures [BIPM], Sèvres.

Observateurs

CSIRO, National Measurement Laboratory [CSIRO-NML], Lindfield.

National Physical Laboratory of India [NPLI], New Delhi.

Office central des mesures [GUM], Varsovie.

Office fédéral de métrologie [OFMET], Wabern.

Országos Mérésügyi Hivatal [OMH], Budapest.

Slovenský Metrologický Ústav [SMU], Bratislava.

**Comité consultatif
pour la quantité de matière**

Rapport de la 6^e session
(6 - 7 avril 2000)

Ordre du jour

- 1 Ouverture de la session ; approbation de l'ordre du jour ; nomination d'un rapporteur.
- 2 Compte rendu de la cinquième session.
- 3 L'arrangement de reconnaissance mutuelle et l'état d'avancement de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés dans le domaine de la métrologie en chimie.
- 4 Discussion sur l'annexe C de l'arrangement de reconnaissance mutuelle.
- 5 Rapports des groupes de travail :
 - 5.1 Analyse organique ;
 - 5.2 Analyse inorganique ;
 - 5.3 Analyse de gaz ;
 - 5.4 Analyse électrochimique (y compris le pH) ;
 - 5.5 Analyse de surface (proposition) ;
 - 5.6 Comparaisons clés.
- 6 Méthodes primaires.
- 7 Travaux accomplis à la suite de l'atelier sur les incertitudes de décembre 1999.
- 8 Métrologie en biotechnologie.
- 9 Programme du BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie.
- 10 Questions diverses.
- 11 Date de la prochaine session.

1 OUVERTURE DE LA SESSION ; APPROBATION DE L'ORDRE DU JOUR ; NOMINATION D'UN RAPPORTEUR

Le Comité consultatif pour la quantité de matière (CCQM) a tenu sa sixième session au Bureau international des poids et mesures (BIPM), à Sèvres, les 6 et 7 avril 2000.

Étaient présents : K. Carneiro (DFM), T. Catterick (LGC), P. De Bièvre (IRMM/ISO-REMCO), E.W.B. de Leer (NMI-VSL), G. Dube (PTB), R. Dybkaer (IFCC), A. Fajgelj (UICPA/AIEA), W. Hässelbarth (BAM), Euijin Hwang (KRISS), H. Jancke (BAM), R. Kaarls (président), M. Kurahashi (NIMC), J. McLaren (NRC), A. Marschal (BNM-LNE), W.E. May (NIST), B. Milman (VNIIM), M.J.T. Milton (NPL), K. Okamoto (NIMC), U. Örnemark (SP), T.J. Quinn (directeur du BIPM), W. Richter (PTB), M. Sargent (LGC), H.G. Semerjian (NIST), Hun-Young So (KRISS), C. Takahashi (NRLM), P. Taylor (IRMM), Min Zhao (NRCCRM).

Observateurs : L. Besley (CSIRO), E. Deák (OMH), H. Felber (OFMET/EMPA), H.-P. Haerri (OFMET), B. King (CSIRO/NARL), W. Kozlowski (GUM), K. Lal (NPLI), M. Máriássy (SMU).

Invités : A. Botha (CSIR), R.R. Greenberg (NIST), M.T. López Esteban (CEM), Y. Mitani (CENAM), A. Nomura (APMP), I. Papadakis (IRMM), M. Plassa (IMGC-CNR), A. Squirrell (CITAC).

Assistaient aussi à la session : P. Giacomo (directeur honoraire du BIPM) ; R.S. Davis, C. Thomas, R. Wielgosz (BIPM).

Excusés : M. Grasserbauer (IRMM), Yu. Koustikov (VNIIM), P. Woods (NPL), Yadong Yu (NRCCRM).

Absent : NIM.

Le président ouvre la session et accueille les participants. Il présente les deux nouveaux délégués : le docteur René Dybkaer, qui représente la Fédération internationale de chimie clinique et de médecine de laboratoire (IFCC) et M. Ales Fajgelj, qui représente l'Agence internationale pour l'énergie atomique (AIEA) ainsi que l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA). Il accueille aussi M. Robert Wielgosz, qui vient d'être choisi comme responsable de la section de chimie du BIPM. Il constate que le nombre de participants à cette session est toujours élevé, ainsi qu'aux réunions des groupes de travail du CCQM qui se sont tenues au début de la

même semaine, ce qui témoigne des progrès constants et de l'intérêt croissant pour les activités du CCQM.

Le président dit que les projets de résolution sur la métrologie en chimie et sur la métrologie en biotechnologie qui ont été discutés lors de la session du CCQM l'an passé ont été approuvés par la Conférence générale lors de sa réunion d'octobre 1999 en tant que Résolutions 10 et 11 respectivement. Il dit aussi qu'un projet de résolution supplémentaire présenté à la Conférence générale par le Comité international, au sujet de l'adoption du nom katal afin de désigner l'unité dérivée mole par seconde pour exprimer l'activité catalytique d'une enzyme, a aussi été adopté par la Conférence générale en tant que Résolution 12, après quelques changements mineurs.

Le directeur du BIPM, M. Quinn, accueille à son tour les participants.

M. McLaren est nommé rapporteur ; il sera assisté de MM. Davis et Wielgosz.

L'ordre du jour est adopté sans changement.

2 COMPTE RENDU DE LA CINQUIÈME SESSION

Le compte rendu de la cinquième session, tel que distribué aux délégués, est approuvé sans changement.

3 L'ARRANGEMENT DE RECONNAISSANCE MUTUELLE ET L'ÉTAT D'AVANCEMENT DE LA BASE DE DONNÉES DU BIPM SUR LES COMPARAISONS CLÉS DANS LE DOMAINE DE LA MÉTROLOGIE EN CHIMIE

Le président passe en revue les progrès récents de l'arrangement de reconnaissance mutuelle et de la base de données associée, depuis la signature de l'arrangement par les directeurs des laboratoires nationaux de métrologie en octobre 1999. Il dit que, lors de la réunion du Comité mixte des

organisations régionales de métrologie et du BIPM en mars 2000, il a été décidé que l'annexe B (la base de données du BIPM sur les comparaisons clés) contiendra les résultats de toutes les comparaisons clés des Comités consultatifs et des organisations régionales de métrologie, ainsi que ceux des comparaisons supplémentaires. Il a aussi été décidé à l'unanimité que les aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages devraient être reconnues entièrement fiables par les organisations régionales de métrologie avant de figurer à l'annexe C (la base de données sur les aptitudes des laboratoires en matière de mesures et d'étalonnages). De plus, il a été dit qu'en l'absence d'un nombre suffisant de comparaisons clés et/ou de comparaisons supplémentaires, il faudra utiliser au mieux toutes les informations pertinentes disponibles (par exemple, les comparaisons bilatérales et multilatérales, les activités liées aux mesures reconnues par des pairs etc.). La procédure de reconnaissance des aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages, en vue de leur intégration dans l'annexe C, est examinée, ceci afin de rappeler aux délégués que celles-ci doivent d'abord être reconnues par l'organisation régionale de métrologie de leur région, puis par les autres organisations régionales de métrologie, avant d'être approuvées par le Comité mixte.

Le président dit aussi que le Comité mixte a pris la décision de commencer la collecte des informations de l'annexe C relatives aux mesures de quantité de matière par celle concernant la métrologie des gaz. Celles-ci seront examinées par le Comité mixte lors de sa réunion de mars 2001, en vue de les faire figurer dans la base de données de l'annexe C en mai 2001. Les aptitudes dans les autres domaines de la métrologie en chimie devraient être examinées par le Comité mixte lors de sa réunion d'octobre 2001. D'ici là, les laboratoires devront passer par les deux étapes d'examen par les organisations régionales de métrologie avant de soumettre leurs données à l'approbation du Comité mixte l'an prochain.

Mme Claudine Thomas du BIPM présente ensuite le contenu et le format de l'annexe B. Elle montre en exemple les résultats de la série de comparaisons clés en métrologie des gaz déjà terminée, CCQM-K1 (a-g), résultats dont la présentation a été préparée en collaboration avec le Groupe de travail sur l'analyse de gaz. Elle précise que ces résultats ne figurent pas encore à l'annexe B. Sa présentation montre clairement que l'annexe permettra de présenter les résultats des comparaisons clés à la fois sous forme de tableaux et de graphiques. De plus, la base contiendra aussi une déclaration sur la manière dont la valeur de référence de la comparaison clé a été définie, une déclaration sur le degré d'équivalence entre le résultat obtenu par chaque laboratoire et la valeur de référence de la comparaison clé, et des déclarations

sur les degrés d'équivalence entre les différents laboratoires. Elle note qu'il incombe au groupe de travail de décider comment déterminer la valeur de référence de la comparaison clé et les degrés d'équivalence. Des copies papier des résultats de la comparaison CCQM-K1.a (monoxyde de carbone dans l'azote à une fraction molaire de 100 $\mu\text{mol/mol}$), destinés à figurer dans l'annexe B et donnés en exemple, sont distribuées aux délégués (document CCQM/00-8).

M. de Leer ouvre la discussion en félicitant le BIPM, au nom du Groupe de travail sur l'analyse de gaz, pour la manière dont il a efficacement collaboré avec ce groupe pour la préparation de cette présentation. M. Quinn et Mme Thomas répondent qu'ils souhaitent que l'on respecte un format analogue pour les comparaisons clés dans les autres domaines de la métrologie en chimie. Une grande partie de la discussion suivante porte sur la question de savoir s'il est toujours nécessaire de déterminer une valeur de référence pour une comparaison clé. M. De Bièvre rappelle aux délégués le document (CCQM/99-03) qu'il avait présenté en 1999, dans lequel il recommandait de donner un « domaine de référence » plutôt qu'une « valeur de référence ». Il rappelle que c'est une question de principe, par souci de cohérence avec les recommandations sur l'expression des incertitudes du *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM). Tant que ce « domaine » reste suffisamment limité par rapport à la dispersion des résultats du domaine, il remplit sa fonction du point de vue métrologique. M. Semerjian dit qu'il faut laisser au groupe de travail le soin de décider s'il est nécessaire ou pas d'identifier une valeur de référence pour une comparaison clé donnée, en accord avec le CCQM. M. May dit qu'il est d'accord avec lui, en particulier lorsque les comparaisons clés portent sur la détermination de traces dans des matrices complexes. Pour ce type de comparaisons clés, les valeurs de référence ne sont pas déterminées par gravimétrie ; de plus, le manque d'homogénéité d'un échantillon complexe peut contribuer pour beaucoup à l'incertitude sur la valeur de référence. M. Quinn pense aussi que, dans le cas de la comparaison CCQM-K1, il n'est pas nécessaire de déterminer la valeur de référence à partir des résultats parce que ces valeurs sont connues d'avance par détermination gravimétrique. De fait, les valeurs gravimétriques remplacent une valeur de référence fondée sur l'ensemble des résultats des participants. Cependant M. Quinn pense, qu'en général, il est possible et souhaitable de calculer une valeur de référence pour chaque comparaison clé, cette donnée étant essentielle pour juger de l'aptitude des laboratoires, et il mentionne l'arrangement de reconnaissance mutuelle.

La manière de déterminer la valeur de référence d'une comparaison clé fait aussi l'objet d'une discussion détaillée et approfondie. Alors que les participants divergent sur certains détails, il est généralement admis qu'il faut faire preuve de connaissances en chimie et en statistiques lors du traitement des résultats. M. Hässelbarth recommande pour sa part une approche fondée entièrement sur les statistiques, qui établisse par exemple la valeur de référence à partir de la moyenne simple ou pondérée des résultats individuels. M. de Leer demande de préciser la procédure d'approbation pour ce qui concerne l'établissement de la valeur de référence. Le président répond qu'il incombe au groupe de travail de présenter ses recommandations au CCQM. M. Quinn confirme que le CCQM a la responsabilité d'approuver ou non les recommandations du groupe de travail, mais il reconnaît qu'il serait souhaitable de disposer d'un document écrit sur la procédure en question.

4 DISCUSSION SUR L'ANNEXE C DE L'ARRANGEMENT DE RECONNAISSANCE MUTUELLE

Le président dit que le format exact pour établir les fichiers informatiques contenant les listes des aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages dans le domaine de la métrologie en chimie est encore à l'étude. Cependant, il montre un projet qui a été examiné et discuté par le Comité mixte des organisations régionales de métrologie et du BIPM lors de sa dernière réunion. Ce projet de format permet d'établir les listes pour deux types de services : les aptitudes en matière de mesures et les matériaux de référence certifiés. Dans les deux cas, les listes seraient organisées selon les types de mesurandes ou les mesurandes individuels, pour un type de matrice particulier, par exemple le cholestérol dans le sérum humain. Dans le cas des services de mesure, le tableau indiquerait aussi le domaine couvert par les aptitudes en matière de mesures et l'incertitude associée. Dans le cas des matériaux de référence certifiés, le tableau indiquerait le domaine couvert par les valeurs certifiées et les incertitudes associées. Une autre colonne du tableau permettrait au laboratoire national de métrologie de préciser comment il fournit ses mesures ; dans le cas d'un laboratoire national de métrologie qui produit des matériaux de référence certifiés, le numéro du matériau figurerait dans cette colonne. Toutes les informations décrites ci-dessus seraient

accessibles au public, mais une autre section du tableau de l'annexe C, qui ne sera pas accessible au public, contiendrait des informations complémentaires sur la traçabilité, les techniques de mesure utilisées, les liens à l'annexe B et les autres commentaires transmis par les laboratoires nationaux de métrologie.

Le projet de format pour les fichiers électroniques constituant l'annexe C soulève beaucoup de discussions. M. King demande si l'on a pensé à inclure des informations sur le système de contrôle de qualité du laboratoire national de métrologie et/ou sur son accréditation. Le président répond que ce type d'information n'est pas requis dans l'annexe C, puisque les données sont examinées par l'organisation régionale de métrologie concernée avant d'être soumises au Comité mixte. M. Carneiro confirme que l'examen par l'EUROMET de la documentation sur le système de contrôle de qualité des participants européens à l'arrangement de reconnaissance mutuelle commencera à l'automne 2000. Le président note que la nécessité de la mise en place d'un système de contrôle de qualité, voire d'une accréditation officielle, est controversée parmi les organisations régionales de métrologie et sera discutée à nouveau en octobre 2000 à la réunion du Comité mixte. M. Quinn rappelle au comité que l'arrangement de reconnaissance mutuelle permet d'établir la preuve de la qualité des services d'étalonnage et de mesurage sans accréditation officielle, comme le stipule la section 7.3b de l'arrangement. Il souligne aussi qu'il n'y a pas de relation directe entre les données figurant à l'annexe C et un programme d'accréditation particulier.

Un certain nombre de corrections mineures au projet sont proposées. M. De Bièvre recommande que la tête de colonne intitulée « Expansion factor » soit changée en « Coverage factor » par souci de cohérence avec le GUM. M. Richter, constatant que certains des services de mesure figurant à l'annexe C seront fournis par des laboratoires qui ne sont pas des laboratoires nationaux de métrologie, demande si le terme « NMI » (laboratoire national de métrologie) est bien approprié en tête de la deuxième colonne. Le président indique que, même si les aptitudes en matière de mesures dans un pays donné proviennent de plusieurs laboratoires, un seul laboratoire par pays (celui qui est officiellement mandaté par son Gouvernement) est signataire de l'arrangement de reconnaissance mutuelle. M. Semerjian estime néanmoins que le fournisseur de service doit être identifié s'il s'agit d'un laboratoire autre que le laboratoire national de métrologie. Le président, tout en acceptant de présenter ces propositions de changement au Comité international, demande et reçoit l'approbation du CCQM sur le schéma de base du format proposé. Il approuve la suggestion faite par M. Marschal de

donner aux laboratoires nationaux de métrologie des directives au sujet de ce format, quand il sera décidé, pour présenter les informations sur les aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages dans le domaine de la quantité de matière de manière cohérente dans l'annexe C.

5 RAPPORTS DES GROUPES DE TRAVAIL

5.1 Analyse organique

M. May présente un résumé des activités du Groupe de travail sur l'analyse organique en 1999/2000 et un programme d'activités à venir préparé lors de la réunion de ce groupe au début de la semaine. Avant d'exposer ce résumé, il présente certaines directives générales, approuvées par le groupe, au sujet de la participation aux études pilotes et aux comparaisons clés, et au sujet de la détermination des valeurs de référence des comparaisons clés.

Le groupe de travail a décidé que, lorsqu'une comparaison clé a été précédée par une étude pilote, seuls les résultats des laboratoires ayant effectivement participé à l'étude pilote et à la comparaison clé seront considérés pour l'établissement de la valeur de référence. Cela n'exclut pas que de nouveaux participants se joignent à la comparaison clé, ni que le degré d'équivalence de leurs résultats soit pris en compte. Cela n'implique pas, non plus, que les résultats des laboratoires qui auraient pris part à l'étude pilote et à la comparaison clé soient automatiquement inclus dans le calcul de la valeur de référence.

La comparaison clé CCQM-K5 est une comparaison sur la détermination de la fraction massique du pp'-DDE dans une matrice d'huile de poisson par spectroscopie de masse avec dilution isotopique. Chaque laboratoire a reçu deux échantillons préparés par le laboratoire pilote, le LGC, l'un correspondant à la fraction massique naturelle et l'autre à une fraction massique renforcée, le domaine couvert allant de 1 µg/g à 10 µg/g. L'échantillon de fraction massique renforcée a été préparé par adjonction gravimétrique de pp'-DDE dans du 2,2,4-triméthyl-pentane à l'huile. Dix séries de résultats ont été envoyées par les laboratoires nationaux de métrologie de neuf pays (le BAM et la PTB ont tous deux participé à la comparaison). Les moyennes simples des résultats aux deux fractions

massiques montrent une dispersion des résultats par rapport à la moyenne d'environ 2,5 %. Aucune valeur de référence de la comparaison clé n'a été déterminée. On constate des incohérences dans l'estimation de l'incertitude de type B. Les résultats d'un laboratoire semblent anormalement élevés pour les deux échantillons ; on pense que cela pourrait être lié à la pureté des matériaux utilisés pour les étalonnages. Le projet B du rapport est en préparation et sera distribué au CCQM.

La comparaison clé CCQM-K6 est une comparaison sur la détermination de la fraction massique du cholestérol dans un sérum humain congelé, par spectroscopie de masse avec dilution isotopique. Chaque laboratoire a reçu trois aliquotes séparés de chacun des deux échantillons, contenant du cholestérol à un niveau naturel situé entre 1,5 mg/g et 2,5 mg/g. Six laboratoires nationaux de métrologie ont envoyé leurs résultats, cinq d'entre eux avaient participé à l'étude pilote précédente. La moyenne simple des résultats pour chacune des deux fractions massiques montre une dispersion relative d'environ 1 %. Aucune valeur de référence de la comparaison clé n'a été déterminée. Les bilans d'incertitude sont plus cohérents que pour la comparaison CCQM-K5. Le projet B du rapport est en préparation et sera distribué au CCQM.

Les résultats de plusieurs études pilotes achevées en 1999 sont aussi résumés. L'étude CCQM-P3.2 est une seconde étude sur les performances de la spectroscopie par résonance magnétique nucléaire comme méthode relative primaire potentielle pour mesurer la concentration de composés organiques dans des mélanges liquides. Le laboratoire pilote est le BAM. L'échantillon d'essai est un mélange préparé par gravimétrie de cinq composés organiques dans du benzène-deutérium (D6). Le rapport de la quantité de matière mesurée de chaque composé à la quantité de matière totale de corps dissous est le suivant : 1,2,4,5-tétraméthylbenzène, 942,7 mmol/mol ; 4-toluène éthylique sulfonate, 18,0 mmol/mol ; cyclododécane, 10,9 mmol/mol ; octaméthylcyclotétra-siloxane, 15,8 mmol/mol ; (2,2)-paracyclophane, 12,7 mmol/mol. Des laboratoires de dix pays (qui ne sont pas tous des laboratoires nationaux de métrologie) ont participé à cette étude. La plupart des valeurs obtenues sont en accord à ± 2 % près avec les valeurs déterminées par gravimétrie.

Des études pilotes ont été effectuées pour la détermination de la fraction massique de gamma-HCH (CCQM-P10) et de pp'-DDT (CCQM-P21) par spectrométrie de masse avec dilution isotopique dans de l'huile de poisson. L'échantillon d'huile de poisson était le même que celui utilisé pour la comparaison clé CCQM-K5. Comme pour la comparaison CCQM-K5,

chaque laboratoire a reçu deux échantillons correspondant à des fractions massiques naturelle et renforcée. Les niveaux de gamma-HCH dans une huile naturelle sont très faibles (environ 20 ng/g), ce qui fait que la dispersion relative des résultats est d'environ 60 %. Le groupe de travail a recommandé que cette étude soit répétée avec un échantillon de fraction massique comprise entre 50 ng/g et 100 ng/g au minimum. L'autre étude a été plus concluante, avec un bon accord entre les laboratoires participants aux fractions massiques naturelle et renforcée de 0,3 µg/g et 4,7 µg/g, respectivement. Le groupe de travail a recommandé d'entreprendre une comparaison clé.

L'état d'avancement de plusieurs études pilotes envisagées lors de la précédente session est rapidement passé en revue.

L'étude CCQM-P8 (glucose dans le sérum humain) est en cours. Deux échantillons de sérum congelé ainsi qu'un échantillon de glucose référencé SRM 917a du NIST ont été envoyés par le laboratoire pilote, le NIST, à cinq autres laboratoires nationaux de métrologie en février 2000 ; les résultats devraient être remis avant le 31 juillet 2000. Aucune méthode particulière n'est spécifiée.

L'étude CCQM-P9 (créatinine dans le sérum) est aussi en cours. Deux matériaux lyophilisés plus un échantillon référencé SRM 914a du NIST ont été envoyés par le laboratoire pilote, le NIST, à six autres laboratoires nationaux de métrologie en février 2000 ; les résultats doivent parvenir au laboratoire pilote avant le 31 juillet 2000. Aucune méthode particulière n'est spécifiée.

L'étude CCQM-P17 (polychloro-biphényle, PCB, dans un sédiment marin) commencera en juin 2000, le NIST et le NRC exerçant en commun la fonction de laboratoire pilote. Les échantillons seront envoyés aux laboratoires participants en juin 2000, les résultats devant être remis avant le 30 novembre 2000. Quatre échantillons de type analogue de PCB (portant les numéros 28, 101, 153 et 170 de l'UICPA) ont été proposés pour être mesurés. Aucune méthode particulière n'est spécifiée.

L'étude CCQM-P18 (étain tributylrique, TBT, dans un sédiment marin) commencera quand un matériau convenant comme échantillon sera identifié et quand le laboratoire pilote, le NRC, aura terminé ses essais d'homogénéité. La valeur approximative pour la fraction massique d'étain est de 50 ng/g à 100 ng/g. Les composés de référence et les étalons internes devront être fournis dès que possible aux laboratoires, même s'il leur est demandé d'utiliser à la fois les étalons qui leur seront envoyés et les leurs.

Une nouvelle étude pilote, CCQM-P27, sur la détermination du LSD à une concentration de 1 ng/ml à 5 ng/ml dans l'urine, est proposée ; le LGC en serait le laboratoire pilote.

L'état d'avancement des comparaisons clés et des études pilotes organisées par le Groupe de travail sur l'analyse organique, qu'elles soient terminées, en cours, ou envisagées pour l'an 2000, est résumé au tableau 1 (*voir* page 38). Ce tableau mentionne aussi un certain nombre de comparaisons qui ne devraient pas débiter avant 2001.

5.2 Analyse inorganique

M. Sargent présente un résumé des activités du Groupe de travail sur l'analyse inorganique en 1999/2000 et un programme d'activités à venir préparé lors de la réunion de ce groupe au début de la semaine.

La comparaison clé CCQM-K2 est une comparaison sur la détermination de la teneur en cadmium et en plomb, pour un domaine situé entre 0,05 nmol/g et 0,1 nmol/g, dans un échantillon d'eau douce naturelle, par spectroscopie de masse avec dilution isotopique. Le laboratoire pilote est l'IRMM ; il a distribué des échantillons analogues pour la comparaison IMEP-9. Les mesures ont été achevées en décembre 1998 ; bien que les résultats envoyés par neuf laboratoires nationaux de métrologie soient en accord avec la valeur cible, il était clair qu'il y avait des incohérences dans les déclarations d'incertitudes. La plupart d'entre elles ont été résolues lors de la réunion du groupe de travail qui a eu lieu en décembre 1999, au cours de laquelle le projet B du rapport a aussi été discuté. Les valeurs de référence de la comparaison clé fondées sur les moyennes non pondérées des valeurs individuelles (après exclusion d'un résultat concernant le plomb) sont présentées dans un rapport qui sera soumis à *Metrologia* en mai 2000. Les résultats de cette comparaison clé sont approuvés par le CCQM pour être inclus dans la base de données comme éléments démonstratifs des degrés d'équivalence.

La comparaison clé CCQM-K8 est une comparaison sur la détermination de l'aluminium, du cuivre, du fer et du magnésium à une fraction massique de 1 g/kg dans des solutions d'étalonnage à un seul élément dont le solvant est un acide dilué. Les méthodes d'analyse des solutions préparées par le laboratoire pilote, l'EMPA, sont variées : elles comprennent entre autres le titrage, la coulométrie, l'analyse gravimétrique, la spectrométrie par émission optique d'un plasma par couplage inductif (ICP-OES) et la spectrométrie de masse par dilution isotopique. Douze laboratoires nationaux de métrologie y

participent. Presque tous les résultats se situent bien à $\pm 0,5$ % des valeurs de référence déterminées par gravimétrie, bien que les incertitudes varient considérablement, selon la méthode et le laboratoire. Un projet A de rapport a été examiné et approuvé par le groupe de travail en avril 2000 ; le projet B du rapport est en préparation.

L'étude CCQM-P7 est une étude en cours, dont le laboratoire pilote est le NIST. Elle est destinée à comparer diverses approches pour déterminer la pureté de substances inorganiques. Des échantillons de chlorure de sodium, de chlorure de potassium et de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) ont été envoyés à la fin du mois de septembre 1998 à treize laboratoires. À la fin de janvier 1999, on avait reçu quinze séries de résultats. Les méthodes d'analyse employées sont la coulométrie, la gravimétrie, le titrage potentiométrique et la somme des impuretés déterminées par analyse instrumentale, par exemple par spectrométrie de masse avec ionisation d'un plasma par couplage inductif (ICP-MS). Les résultats montrent que les méthodes donnent souvent des résultats différents, et que la méthode la plus appropriée pour un composé spécifique dépend de l'usage que l'on veut en faire. Aucune nouvelle mesure n'a été faite depuis, mais les résultats ont été discutés plus en détail lors d'une réunion du groupe de travail en décembre 1999. Il a été recommandé de combiner plusieurs méthodes si nécessaire pour déterminer intégralement la pureté.

L'étude CCQM-P15 est une étude pilote sur la détermination de la teneur en cadmium et en plomb à des niveaux naturels (environ 23 nmol/g et 420 nmol/g, respectivement) dans un sédiment marin. Le laboratoire pilote de cette comparaison est l'IRMM. Des échantillons du matériau ont été analysés par neuf laboratoires nationaux de métrologie. Ce même matériau a été analysé par un bien plus grand nombre de laboratoires dans le cadre de l'étude IMEP-14. La dispersion des résultats des huit laboratoires nationaux de métrologie participants est d'environ 2,5 % pour le cadmium. Après le retrait du résultat d'un laboratoire, la dispersion des résultats était similaire pour le plomb. Certaines divergences dans les estimations des incertitudes ont été notées ; on pense qu'elles proviennent en partie de l'inclusion par certains laboratoires, mais pas par d'autres, d'un terme lié à la possibilité d'une dissolution incomplète. Le projet de rapport a été examiné lors de la réunion du groupe de travail en avril 2000. Il a été recommandé que cette étude soit suivie d'une comparaison clé.

L'étude CCQM-P19 est une étude pilote concernant la caractérisation de la composition d'une solution d'acide chlorhydrique de grande pureté, dont le NIST est le laboratoire pilote. Les douze laboratoires qui y participent

détermineront la teneur d'au moins un des constituants suivants : ions d'hydrogène, chlorure, et impuretés (en particulier bromure). Cette étude est intéressante pour la détermination très exacte du pH.

M. Sargent passe ensuite brièvement en revue l'état d'avancement de plusieurs études pilotes proposées par le groupe de travail, et qui devraient débiter en l'an 2000.

L'étude CCQM-P11 est une étude sur la détermination de l'arsenic dans un matériau de poisson congelé ou de crustacés desséchés et congelés. Le laboratoire pilote, le NIST, devrait faire circuler le projet de protocole en juin 2000, et espère recevoir les résultats en décembre 2000. Les participants seront libres d'utiliser la méthode de leur choix. Cette étude est considérée comme une vérification importante du degré d'équivalence entre les laboratoires nationaux de métrologie dans la détermination d'un élément à un seul isotope dans une matrice complexe ; cette étude est importante pour la santé, l'environnement et la sécurité alimentaire.

L'étude CCQM-P12 est une étude sur la détermination du plomb (et éventuellement des rapports entre les isotopes du plomb) dans le vin. Le laboratoire pilote, l'IRMM, espère faire circuler le projet de protocole en mai 2000. L'échantillon est prêt à être envoyé, et la date limite proposée pour l'envoi des résultats est fixée à novembre 2000. Cette étude étendra la portée des précédentes études sur la spectroscopie de masse avec dilution isotopique et des comparaisons sur la détermination du plomb dans une matrice organique liquide complexe. Elle intéressera à la fois le commerce et la sécurité alimentaire. Le même matériau sera aussi utilisé pour l'étude de l'IMEP.

L'étude CCQM-P13 est une étude sur la détermination de trois éléments : calcium, cuivre et cadmium, dans un mélange alimentaire synthétique par spectrométrie de masse avec dilution isotopique. Le laboratoire pilote, le LGC, espère faire circuler le projet de protocole en mai 2000. Les échantillons seront prêts à être distribués en octobre 2000, et la date limite proposée pour l'envoi des résultats serait fixée à février ou mars 2001. Comme l'échantillon est une solution de synthèse, les participants disposeront de valeurs de référence déterminées par gravimétrie.

L'état d'avancement des comparaisons clés et des études pilotes organisées par le Groupe de travail sur l'analyse inorganique, qu'elles soient terminées, en cours, ou prévues en l'an 2000, est résumé au tableau 1. Dans ce tableau figurent aussi un certain nombre de comparaisons qui ne devraient pas débiter avant 2001.

M. Sargent présente aussi un projet de formulaire à remplir pour proposer des études pilotes et des comparaisons clés au CCQM. M. Taylor de l'IRMM a préparé ce projet en adaptant les formulaires de l'EUROMET. Les informations à apporter comprennent entre autres le titre de l'étude pilote ou de la comparaison clé, le nom du laboratoire qui la propose, la justification et la portée de la comparaison, une brève description, la date de début proposée et un échéancier. Il recommande que tous les groupes de travail du CCQM adoptent un format commun pour ce formulaire afin de faciliter la communication à propos des comparaisons à venir. Cette proposition est approuvée ; les formats proposés seront mis au point et envoyés aux présidents des groupes de travail.

5.3 Analyse de gaz

M. de Leer présente un résumé sur les activités du Groupe de travail sur l'analyse de gaz en 1999/2000 et un programme d'activités à venir préparé lors de la réunion de ce groupe au début de la semaine.

La comparaison clé CCQM-K3 est une comparaison sur la détermination de la fraction en quantité de matière de gaz d'émission des automobiles, c'est-à-dire le CO, le CO₂ et le C₃H₈ dans l'azote, à des valeurs nominales de 32 mmol/mol, 135 mmol/mol et 2,05 mmol/mol, respectivement. Les cylindres de gaz ont été préparés par gravimétrie par le laboratoire pilote, le NMI. Les cylindres ont été envoyés en juillet-août 1998, et treize laboratoires de douze pays différents avaient fourni leurs résultats en mai 1999. La plupart des laboratoires utilisent la chromatographie en phase gazeuse pour l'analyse ; deux laboratoires utilisent la spectroscopie infrarouge non-dispersive. Dans la plupart des cas, la méthode de mesure est fondée sur des mélanges étalons binaires de gaz primaires, mais un laboratoire a employé une méthode dynamique de mélange des quatre gaz composants aux fractions de quantité de matière nominales. Les résultats s'accordent aux valeurs déterminées par gravimétrie à ± 1 % près. Un projet B de rapport, remis aux délégués sous la forme du document CCQM/00-7, a été examiné et approuvé par le groupe de travail. Les résultats de cette comparaison clé sont approuvés par le CCQM pour être inclus dans la base de données comme éléments démonstratifs des degrés d'équivalence.

La comparaison clé CCQM-K4, une comparaison sur la détermination de l'éthanol dans l'air à 120 $\mu\text{mol/mol}$ a débuté en 1999. Les résultats reçus indiquent un accord satisfaisant entre les laboratoires ; la plupart des participants se trouvant à ± 1 % près de la valeur de référence définie par

gravimétrie par le laboratoire pilote (NPL). Les résultats de cette comparaison clé sont approuvés par le CCQM pour être inclus dans la base de données comme éléments démonstratifs des degrés d'équivalence.

M. de Leer ajoute que des comparaisons clés régionales de l'APMP, de l'EUROMET et du SIM sur les gaz d'émission des automobiles et sur l'éthanol dans l'air seront effectuées en 2000.

La comparaison clé CCQM-K7 est une comparaison sur la détermination du benzène, du toluène et du xylène, à des fractions molaires inférieures à 50 nmol/mol, dans l'air. Les participants ont rencontré certains problèmes techniques pendant la comparaison mais, d'après le groupe de travail, ces problèmes n'étaient pas suffisamment graves pour invalider la comparaison. Le laboratoire pilote, le NIST, prépare le projet A du rapport.

M. de Leer présente aussi d'autres activités prévues en l'an 2000. Une étude, CCQM-P24, destinée à valider des méthodes dynamiques pour la préparation de mélanges de gaz primaires devrait être effectuée ; le BNM-LNE en est le laboratoire pilote (document CCQM/00-1). Les délégués au CCQM sont priés de faire savoir s'ils sont intéressés à participer à cette étude. Les propositions de changement au projet proposé sont bienvenues ; elles doivent être adressées à l'auteur de ce projet (A. Marschal, BNM-LNE) avant le 31 décembre 2000. Un atelier sur les mesures de la qualité de l'air, en particulier de l'ozone, organisé en commun par le NIST et le NPL, est aussi prévu.

L'état d'avancement de toutes les comparaisons clés et études pilotes organisées par le Groupe de travail sur l'analyse de gaz, achevées, en cours ou prévues en l'an 2000, est résumé au tableau 1. Dans ce tableau figurent aussi un certain nombre de comparaisons qui ne devraient pas débiter avant 2001. Parmi celles-ci figurent des comparaisons clés sur la détermination du dioxyde de carbone et du méthane à des niveaux ambiants dans l'air, CCQM-K14, sur la détermination du fluorure de soufre (SF_6) et des chlorofluorocarbures aux niveaux d'émission dans l'air, CCQM-K15, et sur la détermination de mélanges de gaz naturels comprenant des alcanes à quatre atomes de carbone ou plus, CCQM-K16.

Le président remercie M. de Leer pour avoir accepté, à l'improviste, d'assurer l'intérim de la présidence du Groupe de travail sur l'analyse de gaz juste après le départ de M. Alink. Au nom du CCQM, M. Semerjian félicite le groupe de travail pour avoir été le premier à offrir des résultats prêts à être entrés dans l'annexe B de l'arrangement de reconnaissance mutuelle, c'est-à-dire dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés. Le CCQM

désigne M. de Leer comme président du Groupe de travail sur l'analyse de gaz.

5.4 Analyse électrochimique (y compris le pH)

M. Richter commence son rapport sur les activités du Groupe de travail sur le pH en proposant que le CCQM approuve l'extension des activités de ce groupe. L'objectif global de cette extension consisterait à établir le degré d'équivalence des étalons nationaux de mesure pour les mesures de pH, la conductivité électrolytique et la coulométrie. M. de Leer appuie cette proposition, mais demande si d'autres domaines de l'électrochimie, par exemple, les électrodes sélectives à ions, ne pourraient pas aussi y figurer. M. May déconseille de restreindre les comparaisons clés à une technique particulière. Le CCQM approuve l'élargissement proposé des activités du Groupe de travail sur le pH.

M. Richter présente ensuite les résultats de la comparaison clé CCQM-K9 qui porte sur la détermination du pH dans deux mélanges tampons de phosphate. La première partie était consacrée à la mesure du pH d'une solution tampon de $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{KH}_2\text{PO}_4$ à une molalité de 0,025 mol/kg. La seconde portait sur la mesure du pH d'une solution tampon de phosphate de composition inconnue. Le laboratoire pilote de cette comparaison est la PTB et dix laboratoires y ont participé. Le calcul de la valeur de référence de la comparaison clé pour la solution tampon de pH inconnu a été compliqué du fait de deux résultats semble-t-il aberrants. L'un d'entre eux a été éliminé après qu'une erreur de calcul ait été découverte. L'autre laboratoire a été admis à retirer ses résultats s'il le désire, car il semble que l'échantillon pourrait avoir été endommagé pendant le transport. Les comparaisons à venir de mesures de pH devraient porter sur des systèmes tampons de phtalate, de borate et de tétraxalate.

Le retrait de certains résultats d'une comparaison clé fait l'objet d'une discussion générale. Le CCQM confirme qu'il convient de suivre strictement les recommandations données dans le document de « Directives sur les comparaisons clés du CIPM ».

La proposition d'effectuer une comparaison pilote, CCQM-P22, de dispositifs de mesures primaires de la conductivité électrolytique afin de compléter la comparaison 381 de l'EUROMET est approuvée. Le DFM en est le laboratoire pilote.

L'état d'avancement de toutes les comparaisons clés et études pilotes du Groupe de travail sur l'analyse électrochimique, terminées, en cours ou

prévues en l'an 2000, est résumé au tableau 1. Figurent aussi dans ce tableau un certain nombre de comparaisons qui ne devraient pas débiter avant 2001.

5.5 Analyse de surface (proposition)

Le président attire l'attention des délégués sur une proposition du NPL (document CCQM/00-4) d'établir au sein du CCQM un groupe de travail *ad hoc* chargé de mener une étude pilote montrant les avantages d'étendre le programme de comparaisons entre les laboratoires nationaux de métrologie effectuant des mesures d'analyse de surface. Il invite M. Milton à présenter cette proposition.

M. Milton introduit ce sujet en soulignant que de nombreuses industries de pointe, en particulier dans le domaine de la nanotechnologie, dépendent de mesures exactes et traçables d'analyse de surface, et que ces mesures sont faites à l'aide d'un grand nombre de méthodes instrumentales modernes. On exprime de façon courante la quantité de matière d'une surface de diverses manières, allant de la quantité de matière surfacique, exprimée en mol/m², à l'épaisseur d'une couche superficielle. Bien qu'il y ait eu des comparaisons de mesures d'analyse de surface, en particulier sous l'égide du VAMAS, aucune d'entre elles n'a eu pour but d'établir les degrés d'équivalence entre les laboratoires ni d'étudier si les résultats étaient traçables au SI.

L'étude pilote proposée comprendrait des mesures de couches minces de dioxyde de silicium au moyen de diverses techniques d'analyse de surface disponibles dans certains laboratoires nationaux de métrologie, par exemple spectroscopie de photoélectrons X (XPS), spectroscopie de photoélectrons X avec résolution angulaire (ARXPS), spectroscopie en rétrodiffusion de Rutherford (RBS), et au moyen de microscopes à transmission d'électrons (TEM). Les objectifs sont de clarifier la traçabilité de ce type de mesures, d'établir le degré d'équivalence des étalons nationaux de mesure et de sensibiliser davantage les utilisateurs à la nécessité de la traçabilité. Le laboratoire pilote, le NPL, commencera à discuter avec les autres laboratoires nationaux de métrologie et préparera des lots de dioxyde de silicium dont l'homogénéité sera vérifiée avant distribution.

Au nom de leur laboratoire, MM. Hässelbarth (BAM), Okamoto (NIMC) et So (KRISS) se disent intéressés à participer à cette étude pilote, dont le NPL prendra l'initiative. M. Wielgosz souligne l'importance de mesurer avec exactitude l'oxydation de surface du silicium, pour la détermination de la constante d'Avogadro.

Le président dit que, puisqu'un certain nombre de laboratoires nationaux de métrologie sont intéressés à participer à cette étude, il convient de créer un groupe de travail *ad hoc* (sur l'analyse de surfaces). Le NPL accepte la présidence de ce groupe et devra présenter un rapport au CCQM lors de sa prochaine session.

5.6 Comparaisons clés

M. Semerjian présente une mise à jour des études relatives aux comparaisons clés et études pilotes du CCQM, résumée dans le tableau 1 du présent rapport (voir page 38). Les comparaisons clés CCQM-K2, CCQM-K3 et CCQM-K4 sont toutes approuvées par le CCQM pour ce qui concerne l'équivalence et leurs résultats seront inclus dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés.

Le président rappelle aux délégués que la procédure normale pour annoncer les comparaisons clés régionales au Comité consultatif consiste à passer par l'intermédiaire du groupe de travail approprié du Comité consultatif en question. Il faut aussi procéder de la même manière pour informer le Comité consultatif des comparaisons supplémentaires régionales. M. Quinn précise qu'une organisation régionale de métrologie n'a pas besoin de l'autorisation d'un Comité consultatif pour mettre en œuvre une comparaison clé régionale qui corresponde à une comparaison clé d'un Comité consultatif déjà décidée. Cependant, toute nouvelle comparaison clé est décidée par le Comité consultatif, en particulier suite à une proposition d'une organisation régionale de métrologie.

À cette occasion, M. Semerjian présente une étude au sujet des données proposées pour figurer dans l'annexe C. Il dit que le Comité mixte des organisations régionales de métrologie et du BIPM a recommandé que chaque Comité consultatif dresse une liste des services offerts pour chaque unité du SI, afin d'établir une infrastructure uniforme et cohérente pour l'entrée des données dans l'annexe C. Il propose ensuite une liste des services pour les mesures de quantité de matière, distribuée aux délégués comme document CCQM/00-9. Cette liste n'est pas supposée être exhaustive, mais elle illustre plutôt une proposition d'approche pour établir la liste des services de mesure figurant à l'annexe C. Elle est cohérente avec le projet pour l'annexe C. Les services de mesure sont classés par type de matrice (par exemple : produits chimiques de grande pureté, solutions inorganiques, gaz, eaux, tissus et fluides biologiques, combustibles etc.) puis par mesurande ou par type de mesurande.

Les alternatives possibles au projet font l'objet d'une vaste discussion. Certains délégués préfèrent un système plus simple avec un nombre restreint de catégories, mais couvrant un domaine plus large (par exemple des matériaux purs, des mélanges étalons, des matériaux de référence). M. Marschal et M. Hässelbarth suggèrent tous deux d'étudier le système de classification employé dans la base de données COMAR sur les matériaux de référence. Cette base de données est actuellement en cours de révision, ce qui conduit à suggérer que le CCQM travaille en coordination avec l'ISO-REMCO en vue d'un système commun qui puisse être utilisé à la fois pour l'annexe C et pour la base de données COMAR. M. Fajgelj suggère que la liste du CCQM soit soumise pour discussion à l'ISO-REMCO lors de sa prochaine réunion, les 16 et 17 mai 2000. Parlant au nom de l'ISO-REMCO, M. De Bièvre indique que l'ISO-REMCO travaille aussi sur cette question et qu'il conviendrait de suivre une procédure commune. Il plaide en faveur d'une harmonisation des procédures. M. Fajgelj invite, au nom de l'UICPA, le CCQM à participer au groupe de travail de l'UICPA sur l'harmonisation.

6 MÉTHODES PRIMAIRES

Le président invite les délégués à faire part de leurs commentaires au sujet du symposium sur les méthodes primaires qui a eu lieu dans la semaine, symposium au cours duquel un certain nombre de techniques ont été présentées, par exemple la spectrométrie d'émission d'atomes d'un plasma par couplage inductif (ICP-AES) ou la méthode instrumentale d'analyse par activation neutronique (INAA).

M. Quinn dit qu'un argument convainquant a été avancé pour faire de la méthode instrumentale d'analyse par activation neutronique une méthode primaire, sous certaines conditions. Il note aussi la diminution rapide des moyens financiers mis à la disposition des rares services dans le monde qui réalisent des analyses radionucléaires de la plus haute qualité métrologique. Il suggère que le CCQM fasse une déclaration officielle pour demander un soutien au financement de ces équipements. Certains délégués sont réticents à faire une déclaration officielle en faveur d'une méthode particulière. Après discussion, il s'avère que tous les membres du CCQM ne sont pas favorables à désigner de manière formelle une méthode particulière comme méthode

primaire. Ils reconnaissent toutefois qu'il existe de nombreuses méthodes pouvant être considérées comme méthodes primaires. Le CCQM recommande que ceux qui proposent les méthodes analytiques nucléaires comme méthode primaire publient leurs résultats afin de montrer que ces techniques sont potentiellement de la plus haute qualité métrologique.

Le CCQM décide d'organiser un deuxième symposium sur les méthodes primaires, intitulé « How far does the light shine? ». Cette phrase décrit bien le défi lancé au CCQM, lorsqu'il lui est demandé d'identifier, de concevoir et de mettre en œuvre un nombre limité de comparaisons clés afin de vérifier l'équivalence des mesures entre les laboratoires nationaux de métrologie dans tous les domaines de la chimie.

Le président demande ensuite de suggérer des thèmes pour de futurs symposiums sur les méthodes primaires. M. Marschal propose le thème « Méthodes primaires – Comment les transférer ? » M. Papadakis suggère le thème « Mécanismes de dissémination ».

7 TRAVAUX ACCOMPLIS À LA SUITE DE L'ATELIER SUR LES INCERTITUDES DE DÉCEMBRE 1999

Le président invite M. S. Ellison du LGC à commenter le rapport du groupe de travail *ad hoc*, formé de M. S. Ellison et de M. K. Eberhardt du NIST, et de Mme C. Thomas du BIPM. Ce groupe a été créé en décembre 1999 pour étudier certaines questions posées pendant l'atelier du CCQM sur les incertitudes. En particulier, il a été demandé au groupe de travail de formuler des recommandations sur la détermination de la valeur de référence des comparaisons clés, sur les incertitudes associées, et sur les incertitudes associées aux déclarations d'équivalence. Le groupe de travail a mis au point des recommandations relatives à trois cas de figure qui peuvent se présenter lors de la déclaration des incertitudes par les participants à une comparaison clé : des incertitudes visiblement sous-estimées, des incertitudes apparemment réalistes, et des incertitudes apparemment sur-estimées. Les recommandations de ce groupe sont présentées dans le document CCQM/00-6. M. Ellison termine sa présentation en demandant l'avis du CCQM sur les travaux à venir.

M. Milton suggère d'ajouter au rapport des références à des publications utiles et pertinentes. M. Quinn dit que l'expérience du CCQM à ce jour laisse à penser qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser un traitement statistique plus sophistiqué que ceux déjà mis en œuvre. M. May suggère que le CCQM aurait besoin d'un avis sur le traitement statistique des résultats pour savoir comment prendre en compte l'incertitude sur la valeur de référence d'une comparaison clé due à un manque d'homogénéité de l'échantillon. C'est particulièrement important dans le cas d'une comparaison clé portant sur la détermination d'éléments en traces dans un échantillon à matrice complexe. M. De Bièvre mentionne cette difficulté pour justifier sa recommandation de définir un « domaine » de référence plutôt qu'une « valeur » de référence pour ce type de comparaisons clés. M. Hässelbarth n'est pas entièrement d'accord avec lui : la valeur de référence d'une comparaison clé lui semble de toute évidence nécessaire pour calculer les degrés d'équivalence. Il est de l'avis de M. May : il serait utile de pouvoir examiner de manière objective les résultats d'une comparaison clé d'un échantillon complexe pour déterminer quelle part de l'incertitude totale de la valeur de référence provient des composantes des incertitudes déclarées par chaque participant, afin d'estimer les biais résiduels. En réponse à ce problème, M. May suggère de tirer des comparaisons clés et des études pilotes déjà achevées, des résultats sur l'homogénéité d'un ou plusieurs échantillons complexes utilisés, afin de stimuler les discussions ultérieures.

En conclusion, M. Ellison demande aux délégués de lui fournir des exemples des méthodes autres que celles mentionnées dans le document CCQM/00-6 ou déjà utilisées pour déterminer l'incertitude sur la valeur de référence des comparaisons clés du CCQM terminées à ce jour.

Le président remercie M. Ellison pour sa contribution importante au travail du CCQM, en particulier au sujet des incertitudes de mesure.

8 MÉTROLOGIE EN BIOTECHNOLOGIE

M. Sargent ouvre la discussion sur la métrologie en biotechnologie par une brève présentation, fondée sur le document CCQM/00-3, des types de mesures biologiques et des questions liées aux progrès de la métrologie dans ce domaine qui pourraient relever de la responsabilité du CCQM. Pour les

besoins de la discussion, la biotechnologie a été subdivisée en quatre domaines : la biologie cellulaire ; la biochimie ; la chimie des protéines ; et la biologie moléculaire. Une méthode de mesure spécialisée est appliquée à chacun de ces domaines, par exemple l'amplification de la réaction en chaîne des polymérase de l'ADN, en plus d'une utilisation plus générale d'un vaste domaine de mesures physico-chimiques communes, par exemple la résonance magnétique nucléaire, la spectroscopie de fluorescence, la spectroscopie de masse, la chromatographie en phase liquide, et l'électrophorèse. Compte tenu de l'étendue des mesures des systèmes biologiques, il serait possible que le CCQM ne joue un rôle actif que dans un nombre limité de domaines bien choisis. Dans la première étape de ce processus de sélection, M. Sargent propose une étude d'un an sous l'égide d'un groupe de travail *ad hoc* formé de délégués intéressés du CCQM et d'autres groupes impliqués. Il souligne que l'on ne peut justifier d'entreprendre un programme international de métrologie dans ce domaine que s'il apporte des améliorations sur la fiabilité et la comparabilité des mesures de routine.

L'introduction de M. Sargent est suivie des présentations de Mme H. Parkes du LGC et de M. D. Reeder du NIST. L'exposé de Mme Parkes « Metrology issues in analytical molecular biology » met l'accent sur l'analyse de l'ADN. Elle dit que les techniques de mesure de l'acide nucléique sont encore immatures mais qu'elles évoluent rapidement, et que les questions d'exactitude sont aussi significatives pour l'analyse qualitative que pour l'analyse quantitative de l'ADN. Elle note aussi que l'infrastructure de mesure est actuellement limitée, et qu'il est nécessaire de disposer d'une infrastructure métrologique, de matériaux de référence et de schémas d'assurance de qualité. M. Reeder examine les activités du NIST destinées à assurer un niveau élevé dans les études de l'ADN, y compris le marquage de l'ADN pour des besoins légaux. Ces activités incluent la production d'un certain nombre de matériaux de référence étalons pour le profil de l'ADN, la participation à un groupe de travail technique sur les méthodes d'analyse de l'ADN, et le soutien à des programmes d'accréditation et de certification des laboratoires d'étude de l'ADN. Il dit aussi que le NIST a coordonné des comparaisons internationales sur la quantification de l'ADN, à des niveaux compris entre 0,5 ng/l et 5 ng/l, et qu'il participe activement aux progrès d'un système de mesure par spectrométrie de masse par temps de vol avec ionisation des échantillons par lasers en impulsion. Ce système promet d'offrir une résolution dix à cent fois meilleure que celle des systèmes d'électrophorèse capillaires. Il décrit les appareillages de mesure dans ce domaine et reconnaît que la plupart des instruments sont conçus pour les

mesures de fluorescence, si bien qu'il existe un besoin immédiat d'étalons de transfert pour la fluorescence.

Ces présentations stimulent discussion et questions. M. Wielgosz s'enquiert auprès des intervenants de la protection par brevet des méthodes d'amplification et de mesure de l'ADN, et de l'impact que cela pourrait avoir sur les progrès de la métrologie dans ce domaine, étant donné qu'un seul fabricant contrôle 80 % du marché. Mme Parkes reconnaît que la protection par brevet rend certains types de mesures plus onéreux. M. Reeder répond qu'il a récemment été invité à rendre visite aux principaux fabricants d'instruments pour discuter des questions de traçabilité et d'étalonnage, y compris des matériaux de référence du NIST. M. Richter demande si le domaine de la biotechnologie n'est pas susceptible d'évoluer moins rapidement dans un proche avenir. M. Catterick note que l'établissement de bases de données légales sur l'ADN laisse à penser que la méthodologie s'est d'une certaine manière figée, M. Reeder est d'accord avec lui. La discussion se termine par un accord sur la création d'un groupe de travail *ad hoc*, comme le propose le LGC, où seraient représentés l'IFCC, le LGC et le NIST. MM. De Bièvre, de Leer et So aimeraient aussi y participer. Il est suggéré que ce groupe soit présidé par Mme Parkes.

9 PROGRAMME DU BIPM DANS LE DOMAINE DE LA MÉTROLOGIE EN CHIMIE

M. Quinn présente brièvement le programme de travail à venir du BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie, et en particulier de la métrologie des gaz. Ce programme sera mis en œuvre en consultation avec un groupe d'experts dans le domaine de la métrologie des gaz. M. Wielgosz dirigera la section de chimie du BIPM à partir de mai 2000.

10 QUESTIONS DIVERSES

MM. Nomura, de Leer, Botha et May présentent respectivement de brefs rapports d'activité de l'APMP, de l'EUROMET, de SADC MET et du SIM.

Le président attire l'attention des délégués sur deux documents, CCQM/00-2 et 5, qui ont été envoyés aux participants avant la réunion mais qui n'ont pas été discutés en session. Il encourage les participants à faire part de leurs commentaires aux auteurs.

Comme c'est la dernière fois que M. McLaren assure la charge de rapporteur du CCQM, le président le remercie particulièrement pour le travail qu'il a assuré à l'occasion des cinq précédentes sessions du CCQM. Le président est heureux de noter que M. McLaren continuera à participer au CCQM. Il remercie aussi M. Davis pour le travail considérable qu'il a fourni en tant que secrétaire exécutif du CCQM depuis son origine. Cette charge sera désormais assurée par M. Wielgosz, nouvellement nommé à la tête de la section de chimie du BIPM.

Il remercie les participants pour leur contribution au succès de la présente session et déclare la session close.

11 DATE DE LA PROCHAINE SESSION

La prochaine session du CCQM est provisoirement fixée à la semaine du 4 au 6 avril 2001.

J. McLaren, rapporteur
mai 2000
révisé août 2000

Tableau 1. Liste des comparaisons et études du CCQM

(classement par domaine)

Description	Identificateur	Laboratoire pilote	Date de début	État d'avancement (04/2000)
Santé				
Marqueurs servant au diagnostic clinique				
Cholestérol dans le sérum	CCQM-P6	NIST	1998	terminé en 1999
Cholestérol dans le sérum	CCQM-K6	NIST	1999	projet B remis au CCQM
Glucose dans le sérum	CCQM-P8	NIST	1999	en cours ; future comparaison clé
Glucose dans le sérum	CCQM-K11	NIST	2000	
Créatinine dans le sérum	CCQM-P9	NIST	1999	en cours ; future comparaison clé
Créatinine dans le sérum	CCQM-K12	NIST	2000	
Principaux éléments électrolytiques (Na, K, Ca) dans le sérum ou dans l'urine				
Éléments en traces				
(Pb, Se) dans le sérum	CCQM-P14	NIST/LGC	1999	abandonné, voir suite
Calcium dans le sérum	CCQM-P14	IRMM/SP	2001	
Stéroïdes anabolites dans l'urine				
Hormones dans le sérum				
Alimentation				
Arsenic dans le poisson				
ou les crustacés	CCQM-P11	NIST	2000	échantillons prêts
Plomb dans le vin	CCQM-P12	IRMM	2000	id.
Cadmium dans le riz	CCQM-P29	IRMM/ NIMC	2001	
Métaux dans un mélange synthétique d'aliments	CCQM-P13	LGC	2001	essais préliminaires
Antibiotiques dans la viande				
Hormones de croissance dans la viande				
Vitamines et minéraux				
Organismes génétiquement modifiés				

Résidus de pesticides

pp'-DDE dans l'iso-octane	CCQM-P2	LGC	1997	terminé
pp'-DDE dans l'huile de maïs	CCQM-P4	LGC	1998	id.
pp'-DDE dans l'huile de poisson	CCQM-K5	LGC	1999	projet B remis au CCQM
gamma-hexachlorocyclohexane dans l'huile de poisson	CCQM-P10	LGC	1999	répété, voir suite
gamma-hexachlorocyclohexane dans l'huile de poisson	CCQM-P10.2	LGC	2000	
pp'-DDT dans l'huile de poisson	CCQM-P21	LGC	1999	achevé en 2000 ; fu- ture comparaison clé
pp'-DDT dans l'huile de poisson	CCQM-K21	LGC	2000	

Eau potable

Produits organiques (liste de l'EPA)

Éléments en traces

Éléments microbiologiques

Environnement**Eau**

Eaux usées (liste de l'EPA)

Cadmium et plomb dans l'eau naturelle	CCQM-K2	IRMM	1998	approuvé pour l'équivalence
--	---------	------	------	--------------------------------

Polluants atmosphériques

CO ₂ et CH ₄ , niveaux ambiants	CCQM-K14	NMi	2001	
SF ₆ et CFC, concentration à l'émission	CCQM-K15	NIST/NPL	2001	
Ozone, niveaux ambiants	CCQM-P28	NIST/NPL	2001	

Sources d'émission de CO, CO₂, THC, NO_x, SO₂, ..., composés organiques volatiles

Composés organiques

volatiles dans l'air	CCQM-K22	NIMC	2002	
----------------------	----------	------	------	--

Mélanges de gaz étalons primaires

CO dans l'azote	CCQM-K1.a	NMi	1998	annexe B
-----------------	-----------	-----	------	----------

CO ₂ dans l'azote	CCQM-K1.b	NMi	1998	id.
------------------------------	-----------	-----	------	-----

NO dans l'azote	CCQM-K1.c	NMi	1998	id.
-----------------	-----------	-----	------	-----

SO ₂ dans l'azote	CCQM-K1.d	NMi	1998	id.
------------------------------	-----------	-----	------	-----

Gaz naturels	CCQM-K1.e,f,g	NMi	1998	id.
--------------	---------------	-----	------	-----

Gaz naturels - bis	CCQM-K23	NMi	2003	
--------------------	----------	-----	------	--

Gaz naturels (à plus de 4 atomes de carbone)	CCQM-K16	BAM/NMi	2001	
--	----------	---------	------	--

CO, CO ₂ , propane dans l'azote	CCQM-K3	NMi	1998	annexe B
--	---------	-----	------	----------

CO dans l'azote (100 µmol/mol) par gravimétrie	CCQM-P23	NMi	2000	
--	----------	-----	------	--

Benzène, toluène, xylène dans l'azote ou dans l'air	CCQM-K7	NIST	1999	projet A de rapport
---	---------	------	------	---------------------

Benzène, toluène, xylène dans l'air (à faible concentration, 10 à 30 nmol/mol)	CCQM-K10	NIST/ NPL	2000	
--	----------	--------------	------	--

Méthodes de mélange dynamique	CCQM-P24	BNM-LNE	2000	
-------------------------------	----------	---------	------	--

NO, NO ₂ dans l'air	CCQM-P?	NIST	2002	
--------------------------------	---------	------	------	--

Polluants dangereux de l'air

Polluants dans le sol, les sédiments et les cendres

Plomb et cadmium dans les sédiments	CCQM-P15	IRMM	1999	projet de rapport ; future comparaison clé
-------------------------------------	----------	------	------	--

Plomb et cadmium dans les sédiments	CCQM-K13	IRMM	2000	échantillons prêts
-------------------------------------	----------	------	------	--------------------

Éléments en solution de synthèse	CCQM-P16	NMi	1999	abandonné
----------------------------------	----------	-----	------	-----------

PCB dans les sédiments	CCQM-P17	NRC/NIST	2000	échantillons prêts
------------------------	----------	----------	------	--------------------

Étain tributylrique
dans les sédiments CCQM-P18 LGC/NRC 2000 travaux préliminaires
Métaux dans les déchets miniers solides

Métaux dans les tissus biologiques

Métaux toxiques dans les plastiques PET recyclés

Matériaux de haute technologie

Semiconducteurs

Ultratracés de métaux dans des semiconducteurs de grande pureté (GaAs)

Alliages métalliques

Plomb dans des alliages d'aluminium

Éléments en traces dans l'acier

ou le fer CCQM-P25 NIMC/NIST 2001

Polymères et plastiques

Éléments ou molécules de lessivages

Traces de métaux

Catalyseurs

Platine et rhodium dans les catalyseurs d'échappements automobiles

Marchandises et produits divers

Émission industrielle de SO₂ voir CCQM-K1.d à la rubrique *Environnement*

Humidité dans des combustibles fossiles

Soufre dans des combustibles CCQM-P26 IRMM/NIST 2000

Métaux dans des huiles lubrifiantes

Gaz naturels voir CCQM-K1.e,f,g à la rubrique *Environnement*

Saccharose

Ca, Si, Al, S, Ti, Na, Mg dans les ciments

Composition des minerais

Éléments de terres rares

Métaux précieux

Vérification d'origine, falsification

Teneur en alcool
Éthanol dans l'eau

Aspects légaux

Abus de stupéfiants

LSD dans l'urine CCQM-P27 LGC 2000

Résidus d'explosifs

Éthanol dans l'air CCQM-K4 NPL 1999 annexe B

Profil d'ADN

Produits pharmaceutiques

Biotechnologies

Diagnostic d'ADN

Applications analytiques générales

Pureté de matériaux tels que les métaux, sels, produits organiques etc.

KCl, NaCl, K ₂ Cr ₂ O ₇	CCQM-P7	NIST	1998	travaux futurs
Acide chlorhydrique	CCQM-P19	NIST	1999	échantillons prêts
Acétanilide, acide benzoïque et naphthalène	CCQM-P5	NIST	1998	terminé en 1999
Pureté de composés	CCQM-P20	NARL/NIST	1999	en cours
Étude par résonance magnétique nucléaire	CCQM-P3	BAM	1998	terminé en 1999
Étude par résonance magnétique nucléaire	CCQM-P3.2	BAM	1999	terminé en 2000

Solutions d'étalonnage

Éléments en traces dans l'eau

(plomb)	CCQM-P1	NIST	1997	terminé en 1998
Solutions étalons élémen- taires (Al, Cu, Fe, Mg)	CCQM-K8	EMPA/ BNM-LNE	1999	projet A de rapport
Solutions étalons élémen- taires (Al, Cu, Fe, Mg)	CCQM-P30	EMPA/ BNM-LNE	1999	terminé en 2000
Anions en solutions étalons	CCQM-P32	EMPA	2001	
Solutions étalons organiques (PCB, polluants dangereux de l'air, pesticides)	CCQM-P31	NIST	2000	

Étalons de pH

pH 7.0 (phosphate)	CCQM-K9	PTB	1999	projet A de rapport
pH 4.1 (phtalate)	CCQM-K17	PTB	2001	
pH 10.1 (carbonate)	CCQM-K18	SMU	2002	
pH 9.2 (borate)	CCQM-K19			
pH 1.7 (tétroxalate)	CCQM-K20			
Conductivité électrolytique	CCQM-P22	DFM	2000	comparaison EUROMET 381

Étalons isotopiques

ANNEXE Q 1.**Documents de travail présentés à la 6^e session du CCQM**

Ces documents de travail peuvent être obtenus dans leur langue originale sur demande adressée au BIPM.

Document
CCQM/

- 00-1 BNM-LNE (France). — Validation of dynamic methods for primary gas mixture (PGM) preparation, A. Marschal, 3 p.
- 00-2 BNM-LNE (France), NPL (Royaume-Uni). — Frequently-asked questions about primary methods of measurement in chemical analysis, M. Milton, A. Marschal, 4 p.
- 00-3 LGC (Royaume-Uni). — Discussion paper on biometrology, 5 p.
- 00-4 NPL (Royaume-Uni). — Traceability of amount of substance at surfaces – Surface analysis, M.P Seah, 5 p.
- 00-5 IFCC. — The term “chemon” instead of “amount of substance” allows a succinct systematic terminology and harmonized translational equivalents, R. Dybkaer, 14 p.
- 00-6 LGC (Royaume-Uni). — Uncertainty for equivalence statements, S. Ellison, 7 p.
- 00-7 NMi-VSL (Pays-Bas). — CCQM-K3 “automotives”, A.M.H. van der Veen, 32 p.
- 00-8 CIPM. — Key comparison CCQM-K1.a, 3 p.
- 00-9 NIST (États-Unis). — CCQM list of services, H.G. Semerjian, 3 p.

LISTE DES SIGLES UTILISÉS DANS LE PRÉSENT VOLUME

1 Sigles des laboratoires, commissions et conférences

AIEA	Agence internationale de l'énergie atomique
APMP	Asia/Pacific Metrology Programme
BAM	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Allemagne)
BIPM	Bureau international des poids et mesures
BNM	Bureau national de métrologie, Paris (France)
BNM-LNE	Bureau national de métrologie : Laboratoire national d'essais, Paris (France)
CCQM	Comité consultatif pour la quantité de matière
CEM	Centro Español de Metrologia, Madrid (Espagne)
CENAM	Centro Nacional de Metrologia, Mexico (Mexique)
CGPM	Conférence générale des poids et mesures
CIPM	Comité international des poids et mesures
CITAC	Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry
CSIR-NML	Council for Scientific and Industrial Research, National Metrology Laboratory, Pretoria (Afrique du Sud)
CSIRO-NML	Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, National Measurement Laboratory, Lindfield (Australie)
DFM	Danish Institute of Fundamental Metrology, Lyngby (Danemark)
EMPA	Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, Dübendorf, St Gall et Thun (Suisse)
EUROMET	European Collaboration in Measurement Standards
GUM	Office central des mesures/Główny Urząd Miar, Varsovie (Pologne)
IFCC	Fédération internationale de chimie clinique et médecine de laboratoire/International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine
IMEP	International Measurement Evaluation Programme
IMGC-CNR	Istituto di Metrologia G. Colonnetti, Consiglio Nazionale delle Ricerche, Turin (Italie)

IRMM	Institut des matériaux et mesures de référence, Commission européenne/ Institute for Reference Materials and Measurements, European Commission
ISO	Organisation internationale de normalisation
ISO-REMCO	Organisation internationale de normalisation : Comité pour les matériaux de référence
KRISS	Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon (Rép. de Corée)
LGC	Laboratory of the Government Chemist, Teddington (Royaume-Uni)
LNE	Laboratoire national d'essais, Paris (France), voir BNM
NARL	National Analytical Reference Laboratory, Canberra et Pymble (Australie)
NIM	Institut national de métrologie, Beijing (Chine)
NIMC	National Institute of Material and Chemical Research, Tsukuba (Japon)
NIST	National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg (États-Unis)
NMi-VSL	Nederlands Meetinstituut : Van Swinden Laboratorium, Delft (Pays-Bas)
NPL	National Physical Laboratory, Teddington (Royaume- Uni)
NPLI	National Physical Laboratory of India, New Delhi (Inde)
NRC	Conseil national de recherches du Canada, Ottawa (Canada)
NRCCRM	National Research Centre for Certified Reference Materials, Beijing (Chine)
NRLM	National Research Laboratory of Metrology, Tsukuba (Japon)
OFMET	Office fédéral de métrologie, Wabern (Suisse)
OMH	Országos Mérésügyi Hivatal, Budapest (Hongrie)
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig et Berlin (Allemagne)
SADCMET	SADC Cooperation in Measurement Traceability
SIM	Sistema Interamericano de Metrologia
SMU	Slovenský Metrologický Ústav, Bratislava (Slovaquie)
SP	Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut, Borås (Suède)
UICPA	Union internationale de chimie pure et appliquée

VAMAS	Versailles Project on Advanced Materials and Standards
VNIIM	Institut de métrologie D.I. Mendéléev du Gosstandart de Russie, Saint-Pétersbourg (Féd. de Russie)
VSL	Van Swinden Laboratorium, Delft (Pays-Bas), <i>voir</i> NMI

2 Sigles des termes scientifiques

ADN	Acide désoxyribonucléique
ARXPS	Spectroscopie de photoélectrons X avec résolution angulaire / Angle Resolved X-ray Photoelectron Spectroscopy
CFC	Chlorofluorocarbures
GUM	Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure
ICP-AES	Spectrométrie d'émission d'atomes d'un plasma par couplage inductif / Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry
ICP-MS	Spectrométrie de masse avec ionisation d'un plasma par couplage inductif / Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry
ICP-OES	Spectrométrie par émission optique d'un plasma par couplage inductif / Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry
INAA	Méthode instrumentale d'analyse par activation neutronique / Instrumental Neutron Activation Analysis
OGM	Organisme génétiquement modifié
PCB	Polychloro-byphényle / Polychlorinated Biphenyl
PET	Polyéthylène tétraphtalate
RBS	Spectroscopie en rétrodiffusion de Rutherford / Rutherford Backscattering Spectrometry
SI	Système international d'unités
SRM	Matériau de référence étalon / Standard Reference Material
TBT	Étain tributylque/Tributyltin
TEM	Microscope à transmission d'électrons / Transmission Electron Microscopy
THC	Hydrocarbures totales / Total Hydrocarbon
XPS	Spectroscopie de photoélectrons X / X-ray Photoelectron Spectroscopy