

BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES



COMITÉ CONSULTATIF  
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE

Rapport de la 3<sup>e</sup> session  
Report of the 3rd Meeting

1997

Organisation intergouvernementale de la Convention du Mètre

**COMITÉ CONSULTATIF  
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE**

**SESSION DE 1997  
MEETING IN 1997**

---



BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES



COMITÉ CONSULTATIF  
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE

Rapport de la 3<sup>e</sup> session  
Report of the 3rd Meeting

1997

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

---

ISSN 1025-0034  
ISBN 92-822-2152-0

---

---

LISTE DES SIGLES UTILISÉS DANS LE PRÉSENT VOLUME  
LIST OF ACRONYMS USED IN THE PRESENT VOLUME

---

**1. Sigles des laboratoires, commissions et conférences**  
**Acronyms for laboratories, committees and conferences**

BAM	Bundesanstalt für Materialforschung and -prüfung, Berlin (Allemagne)
*BCMN/CBNM	Bureau central de mesures nucléaires/Central Bureau for Nuclear Measurements, Geel (Belgique), voir IMMR/IRMM
BIPM	Bureau international des poids et mesures
BNM	Bureau national de métrologie, Paris (France)
BNM-LNE	Bureau national de métrologie : Laboratoire national d'essais, Orsay et Paris (France)
*CBNM	voir IMMR/IRMM
CCQM	Comité consultatif pour la quantité de matière
CIPM	Comité international des poids et mesures
CITAC	Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry
CSIRO-NML	Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, National Measurement Laboratory, Lindfield (Australie)
DFM	Danish Institute of Fundamental Metrology, Lyngby (Danemark)
EUROMET	European Collaboration in Measurement Standards
GUM	(ex PKNM) Główny Urząd Miar/Central Office of Measures, Varsovie (Pologne)
IMEP	International Measurement Evaluation Program
IMMR/IRMM	(ex BCMN/CBNM) Institut des matériaux et mesures de référence/Institute for Reference Materials and Measurements, Geel (Belgique)
IRMM	voir IMMR
ISO/REMCO	Organisation internationale de normalisation, Comité pour les matériaux de référence/International Organization for Standardization, Committee on reference materials
ISO/TC 158	Organisation internationale de normalisation, Comité technique sur l'analyse des gaz/International Organization for Standardization, Technical committee on gas analysis
IUPAC	voir UICPA
KRISS	(ex KSRI) Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon (Rép. de Corée)

---

\* Les laboratoires ou organisations marqués d'un astérisque soit n'existent plus, soit figurent sous un autre nom.

\* Organizations marked with an asterisk either no longer exist or operate under a different acronym.

---

*KSRI	Korea Standards Research Institute, Taejon (Rép. de Corée), <i>voir</i> KRISS
LGC	Laboratory of the Government Chemist, Teddington (Royaume- Uni)
LNE	Laboratoire national d'essais, Orsay et Paris (France), <i>voir</i> BNM
*NBS	National Bureau of Standards, Gaithersburg (É.-U. d'Amérique), <i>voir</i> NIST
NIM	Institut national de métrologie/National Institute of Metrology, Beijing (Rép. pop. de Chine)
NIMC	National Institute of Material and Chemical Research, Tsukuba (Japon)
NIST	(ex NBS) National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg (É.-U. d'Amérique)
NMi	(ex VSL) Nederlands Meetinstituut, 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/National Research Council of Canada, Ottawa (Canada)
NRCCRM	National Research Centre for Certified Reference Materials, Beijing (Rép. pop. de Chine)
NRLM	National Research Laboratory of Metrology, Tsukuba (Japon)
NSC	National Standards Commission, North Ryde (Australie)
OIML	Organisation internationale de métrologie légale
OMH	Országos Mérésügyi Hivatal, Budapest (Hongrie)
*PKNM	Polski Komitet Normalizacji, Miary i Jakości, Varsovie (Pologne), <i>voir</i> GUM
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig et Berlin (Allemagne)
SP	(ex Statens Provningsanstalt) Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut/Swedish National Testing and Research Institute, Borås (Suède)
UICPA/IUPAC	Union internationale de chimie pure et appliquée/International Union of Pure and Applied Chemistry
VNIIM	Institut de métrologie D.I. Mendéléev/D.I. Mendelejev Institute for Metrology, Saint-Petersbourg (Féd. de Russie)
*VSL	Van Swinden Laboratorium, Delft (Pays-Bas), <i>voir</i> NMi

## 2. Sigles des termes scientifiques

### Acronyms for scientific terms

CRM	Matériaux de référence certifiés/Certified Reference Materials
DSC	Analyse calorimétrique à compensation de puissance/Differential Scanning Calorimetry
IDMS	Spectrométrie de masse avec dilution isotopique/Isotope Dilution Mass Spectrometry
SI	Système international d'unités/International System of Units
SRM	Matériaux de référence étalons/Standard Reference Materials

---

## 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 m<sup>2</sup>) 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 les décisions importantes concernant la dotation, l'organisation et le développement du Bureau international.

Le Comité international est composé de 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 ou 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 tra-

---

\* Au 31 décembre 1997, quarante-huit États sont membres de cette Convention: Afrique du Sud, Allemagne, Amérique (É.-U. d'), Argentine (Rép. d'), Australie, Autriche, Belgique, Brésil, Bulgarie, Cameroun, Canada, Chili, Chine (Rép. pop. de), Corée (Rép. de), Corée (Rép. pop. dém. de), Danemark, Dominicaine (Rép.), Égypte, Espagne, Finlande, France, Hongrie, Inde, Indonésie, Iran, Irlande, Israël, Italie, Japon, Mexique, Norvège, Nouvelle-Zélande, Pakistan, Pays-Bas, Pologne, Portugal, Roumanie, Royaume-Uni, Russie (Féd. de), Singapour, Slovaque (Rép.), Suède, Suisse, Tchèque (Rép.), Thaïlande, Turquie, Uruguay, Venezuela.

vau 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 en accord avec le Comité international, qui envoient des délégués de leur choix (critères pour être membre des comités consultatifs (*BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1996, 64, 6)). Ils comportent aussi des membres nominativement désignés par le Comité international, et un représentant du Bureau international. Ces comités sont actuellement au nombre de neuf :

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  $\gamma$ , électrons), Section II (Mesure des radionucléides), Section III (Mesures neutroniques), Section IV (Étalons d'énergie  $\alpha$ ) ; 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.

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 ;*
- *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 d'une publication 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.

---

**Comité international des poids et mesures**

*Secrétaire*  
W. R. BLEVIN

*Président*  
J. KOVALEVSKY

---

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

---

*Président*

R. KAARLS, membre du Comité international des poids et mesures,  
Nederlands Meetinstituut, Delft.

*Membres*

BUREAU NATIONAL DE MÉTROLOGIE, Paris : Laboratoire national d'essais  
[BNM-LNE].

CONSEIL NATIONAL DE RECHERCHES DU CANADA [NRC] : Institute for  
Environmental Chemistry, Ottawa.

INSTITUT DE MÉTROLOGIE D. I. MENDÉLÉEV [VNIIM], Saint-Pétersbourg.

INSTITUT DES MATÉRIAUX ET MESURES DE RÉFÉRENCE [IMMR], Geel.

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 [NMI], Delft.

PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT [PTB], Braunschweig et Berlin.

SVERIGES PROVNINGS- OCH FORSKNING SINSTITUT [SP], Borås.

UNION INTERNATIONALE DE CHIMIE PURE ET APPLIQUÉE [UICPA].

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

---



ORDRE DU JOUR  
de la 3<sup>e</sup> session

---

1. Ouverture de la session et accueil des participants.
  2. Rapports des groupes de travail
    - 2.1 Comparaisons clés;
    - 2.2 Spectrométrie de masse avec dilution isotopique;
    - 2.3 Coulométrie;
    - 2.4 Gravimétrie
      - 2.4.1 Analyse gravimétrique,
      - 2.4.2 Analyse statique et dynamique de mélanges de gaz;
    - 2.5 Titrage;
    - 2.6 Détermination de l'abaissement du point de congélation;
    - 2.7 Comparaison internationale sur la mesure de composés organiques.
  3. Étude II interlaboratoires du CIPM sur l'analyse de gaz.
  4. Comparaison internationale de mesures de la teneur en plomb dans l'eau : résultats définitifs.
  5. Activités à venir : propositions des groupes de travail
    - 5.1 Analyse organique;
    - 5.2 Analyse inorganique;
    - 5.3 Analyse de gaz.
  6. Le pH, un nouveau sujet soumis à discussion au CCQM.
  7. La traçabilité, poursuite de la discussion.
  8. Document d'orientation pour la période 1996-2000 : discussion du deuxième projet.
  9. Activités au BIPM.
  10. Questions diverses.
  11. Date de la prochaine session.
-

---

**RAPPORT**  
**DU**  
**COMITÉ CONSULTATIF POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE**  
**(3<sup>e</sup> session — 1997)**  
**AU**  
**COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES**  
par J. McLAREN, rapporteur

---

Le Comité consultatif pour la quantité de matière (CCQM) a tenu sa troisième session au Bureau international des poids et mesures (BIPM), à Sèvres. Quatre séances ont eu lieu, les 20 et 21 février 1997.

Étaient présents :

Le président :

R. KAARLS, membre du CIPM.

Les délégués des laboratoires et organismes membres :

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

Conseil national de recherches du Canada [NRC], Ottawa (J. W. McLAREN).

Institut de métrologie D. I. Mendéléév [VNIIM], Saint-Petersbourg (L. KONOPELKO, I. NEKHLUDOV, I. KOUSTIKOV).

Institut des matériaux et mesures de référence [IMMR], Geel (P. DE BIÈVRE, P. TAYLOR, M. GRASSERBAUER).

Korea Research Institute of Standards and Science [KRISS], Taejon (Hun Young So).

Laboratory of the Government Chemist [LGC], Teddington (B. KING, M. SARGENT).

National Institute of Material and Chemical Research [NIMC], Tsukuba (M. KURAHASHI).

---

National Institute of Standards and Technology [NIST], Gaithersburg  
(H. G. SEMERJIAN, R. L. WATTERS Jr).

National Physical Laboratory [NPL], Teddington (M. J. T. MILTON).

National Research Centre for Certified Reference Materials  
[NRCCRM], Beijing (PAN Xiu-Rong, ZHAO Min).

Nederlands Meetinstituut [NMI], Delft (A. ALINK, E. DE LEER).

Physikalisch-Technische Bundesanstalt [PTB], Braunschweig  
(W. RICHTER).

Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut [SP], Borås (M. MÅNSSON).

Le directeur du Bureau international des poids et mesures [BIPM]  
(T. J. QUINN).

Invités :

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung [BAM], Berlin  
(W. HÄSSELBARTH).

CSIRO, National Measurement Laboratory [CSIRO], Lindfield  
(B. D. INGLIS).

Danish Institute of Fundamental Metrology [DFM], Brønshøj  
(H. B. KRISTENSEN).

National Physical Laboratory of India [NPLI], New Delhi (K. LAL).

Országos Mérésügyi Hivatal [OMH], Budapest (E. DEÁK).

Organisation internationale de normalisation, Comité pour les  
matériaux de référence [ISO/REMCO] (P. DE BIÈVRE).

Assistaient aussi à la session :

W. R. BLEVIN (membre du CIPM) ; P. GIACOMO (directeur honoraire  
du BIPM) ; R. S. DAVIS, D. LE COZ (BIPM).

Absent :

Institut national de métrologie [NIM], Beijing.

Excusés :

National Research Laboratory of Metrology [NRLM], Tsukuba.

Union internationale de chimie pure et appliquée [UICPA].

## 1. Ouverture de la session et accueil des participants

Le président ouvre la session et accueille les participants. Il invite ensuite le directeur du BIPM, M. Quinn, à faire quelques remarques préliminaires.

M. Quinn souhaite la bienvenue aux participants. Il résume ensuite un exposé qu'il a présenté au début de la semaine à la réunion des directeurs de laboratoires nationaux de métrologie qui a eu lieu au BIPM et à laquelle ont participé les directeurs de trente-sept laboratoires nationaux. Un point important de cet exposé est que, même s'il existe déjà, dans une large mesure, une équivalence internationale des étalons nationaux de mesure entre les laboratoires nationaux de métrologie des pays industrialisés, il devient maintenant nécessaire de mettre en place un système mieux structuré et plus robuste pour rendre compte de l'équivalence. Depuis des années, il est rendu compte de l'équivalence entre les laboratoires nationaux de métrologie au moyen d'une multitude de comparaisons internationales, mais il s'agit souvent de comparaisons *ad hoc* dont les résultats ne sont pas facilement accessibles. Les accords internationaux sur l'équivalence des certificats d'étalonnage et d'essais exigent qu'il y ait un accord similaire au plus haut niveau métrologique. Comme cela est indiqué dans la Convention du Mètre, cette responsabilité incombe au Comité international des poids et mesures (CIPM), en liaison d'abord avec les laboratoires nationaux de métrologie et, maintenant aussi avec les organisations régionales de métrologie. L'équivalence internationale devra être fondée sur les résultats des comparaisons clés. Il incombe aux comités consultatifs de choisir les comparaisons clés qui permettront de vérifier les principales techniques relevant de leur domaine respectif. Quelque soixante-quinze laboratoires participent aux activités des comités consultatifs; à ce jour, une cinquantaine de comparaisons clés ont été identifiées.

Lors de la discussion sur l'exposé de M. Quinn il est convenu que, alors que les comités consultatifs doivent limiter les comparaisons clés aux activités métrologiques relevant du plus haut niveau d'exactitude, ces comparaisons doivent aussi s'appliquer aux activités de laboratoire.

Avant de passer à un autre sujet, le président attire l'attention des participants sur un rapport sur les activités du CCQM (CCQM/97-16) depuis sa première session en 1995, rapport qu'il a rédigé conjointement avec le directeur du BIPM et qui a été distribué juste avant la réunion.

M. McLaren est nommé rapporteur; il est assisté de M. Davis.

L'ordre du jour est adopté.

## **2. Rapports des groupes de travail**

### **2.1 Comparaisons clés**

M. Semerjian résume les principaux points de son rapport intitulé « Global measurement comparability and traceability » (CCQM/97-21). Il note que le CCQM, comme tous les autres comités consultatifs, doit mettre

au point une méthode pour identifier et définir quelles sont les comparaisons clés prioritaires. Ce qui motive cette recherche d'équivalence des mesures chimiques au moyen de leur traçabilité au Système international d'unités (SI) ce sont l'équité des échanges commerciaux, la reconnaissance mutuelle des mesures relatives à l'environnement et la nécessité d'une cohérence avec les autres données scientifiques sur le plan international. Choisir au mieux les comparaisons clés, c'est répondre aux besoins au plus haut niveau d'exactitude métrologique et aussi à des questions essentielles posées par les échanges commerciaux. Les comités consultatifs doivent donc organiser des comparaisons internationales pour deux raisons : afin de vérifier à l'aide de méthodes primaires les réalisations les plus exactes des unités SI dans les laboratoires nationaux de métrologie et afin d'établir l'équivalence des mesures effectuées dans différents pays, ou régions, pour les besoins pratiques du commerce international. M. Semerjian observe qu'à ce jour toutes les comparaisons internationales organisées par le CCQM répondaient au premier critère, mais il faut satisfaire au second critère, en s'intéressant à différents domaines d'application tels que la qualité de l'environnement, la santé, l'alimentation et l'agriculture, ou les matériaux de pointe.

Au cours de la discussion qui s'ensuit, il est reconnu qu'il est de la plus haute importance pour le CCQM de définir les critères qui serviront à établir la liste de comparaisons clés, et de former des groupes de travail en fonction du domaine d'application (comme par exemple l'analyse inorganique, l'analyse organique, l'analyse des gaz) plutôt qu'en fonction de la méthode employée, comme c'est le cas actuellement. M. Richter suggère, faisant référence à son rapport (CCQM/97-8), qu'il serait préférable, pour les mesures chimiques, de parler d'« équivalence de la traçabilité au plus haut niveau » plutôt que d'« équivalence des étalons de mesure », car les étalons pour la métrologie en chimie ne sont pas définis de manière suffisamment précise. Il propose que les comparaisons clés du CCQM soient organisées en fonction de trois types « d'étalons » : des matériaux de référence primaires (comme, par exemple, des corps purs ou des mélanges primaires) ; des systèmes de mesures primaires (comme par exemple des systèmes de mesure du débit de gaz pour la préparation dynamique de mélanges) ; des mesures primaires de référence (par exemple en chimie clinique). M. Marschal soumet à discussion un tableau dans lequel les comparaisons clés sont classées en fonction d'« objectifs permanents » (comme, par exemple, les mélanges de gaz, les solutions d'étalonnage pour l'analyse de corps simples ou moléculaires, ou les matrices des matériaux de référence certifiés), et sont clairement liées à des domaines d'application spécifiques ou à des méthodes particulières. M. So recommande que le CIPM (et ses comités consultatifs), l'OIML et l'ISO se mettent d'accord pour éviter une duplication inutile des efforts. M. Davis fait remarquer que l'ISO/REMCO a été invité à nommer un représentant à cette réunion ; ce représentant est M. De Bièvre. Par ailleurs, d'autres participants au CCQM collaborent aux activités de groupes régionaux sur la comparabilité des

mesures chimiques et la traçabilité au SI.

La discussion sur les comparaisons clés se termine par la formation d'un groupe de travail *ad hoc* composé de MM. De Bièvre, de Leer, King, Marschal et Semerjian, groupe qui présente ultérieurement la proposition suivante :

- 1) Trois groupes de travail seront formés en vue de coordonner les comparaisons internationales approuvées par le CCQM :

Analyse organique	Président : Bernard King (LGC) Co-président : Wolfgang Richter (PTB)
Analyse inorganique	Président : Robert Watters (NIST) Co-président : Alain Marschal (BNM-LNE)
Analyse de gaz	Président : Anton Alink (NMI) Co-président : Martin Milton (NPL).

Les présidents solliciteront la participation d'autres laboratoires suivant les besoins.

- 2) Les activités présentes du CCQM dans le domaine des comparaisons internationales seront intégrées aux activités de ces groupes de travail.
- 3) Le CCQM définira quelles sont les priorités pour choisir les domaines possibles d'application des comparaisons clés, et il précisera si ces comparaisons doivent être répétées périodiquement ou non.
- 4) Les groupes de travail établiront une liste de comparaisons clés que le CCQM devra mettre en oeuvre pour établir les fondements métrologiques des mesures chimiques et rendre compte de l'équivalence entre les laboratoires nationaux de métrologie et de la cohérence avec le SI.
- 5) Les groupes de travail choisiront les comparaisons clés en fonction des critères suivants :
  - a) leur domaine d'application doit avoir un impact important sur le commerce international et les domaines limitrophes ;
  - b) les méthodes de mesure doivent contribuer à la traçabilité au plus haut niveau des mesures chimiques et à l'établissement des incertitudes de mesure (méthodes primaires ou robustes) ;
  - c) les substances à analyser doivent être choisies pour leur importance intrinsèque, tout en étant représentatives d'une classe étendue ;
  - d) il faut considérer le cas des corps purs, des mélanges étalons et des matrices naturelles ;
  - e) les activités présentes ou passées doivent être reconnues ;
  - f) les comparaisons internationales doivent être propres à une méthode particulière ou indépendantes de toute méthode et dans ce cas fondées sur les performances. (Les groupes de travail devraient orienter leurs

activités vers des comparaisons qui ne soient pas liées à une méthode spécifique.)

## 2.2 Spectrométrie de masse avec dilution isotopique

Le président ouvre la discussion sur le document intitulé « Basic equations and uncertainties in isotope dilution mass spectrometry... » (CCQM/97-11). Les participants sont dans l'ensemble d'avis que ce document, bien qu'ayant son utilité intrinsèque, soit incorporé (peut-être l'introduction) à un protocole de portée plus générale qui donnerait aussi des directives sur les applications pratiques de la spectrométrie de masse avec dilution isotopique (IDMS). M. Richter demande si cette méthode présente vraiment les caractéristiques d'une méthode primaire, puisque la mesure est finalement liée à une pesée exacte d'une certaine masse d'un corps pur constituée d'un mélange naturel d'isotopes. La discussion qui s'ensuit aboutit à la décision d'ajouter une note explicative afin de rendre plus explicite la définition d'une méthode primaire.

Un texte préliminaire est proposé par M. Quinn. Le Comité décide que ce texte devra être de nouveau discuté lors de la prochaine session afin d'en étudier soigneusement les conséquences. Toutefois, le texte rédigé par M. Quinn semble indiquer que la spectrométrie de masse avec dilution isotopique peut être considérée comme une méthode primaire.

Le président demande que les commentaires sur le document CCQM/97-11 soient adressés à M. De Bièvre avant le 1<sup>er</sup> mai 1997.

## 2.3 Coulométrie

Le président invite Mme Pan à commenter la dernière version du rapport du Groupe de travail sur la coulométrie (CCQM/97-2, modifié). Mme Pan résume les changements qui ont été apportés à ce document depuis la précédente version; ces changements figurent aussi dans le document CCQM/97-23. M. King dit que ce document est complémentaire à la partie sur le titrage en coulométrie de son rapport (CCQM/97-5) relatif au titrage. M. Kurahashi signale que c'est l'Université scientifique de Tokyo et non l'Université de Tokyo qui a fourni les résultats cités dans le tableau sur les puretés stoechiométriques déterminées au moyen de la coulométrie à courant constant. En tout cas, il préférerait que le tableau utilise les données du NIMC. M. De Bièvre suggère de réorganiser le texte de façon à distinguer plus clairement d'une part la description générique de la méthode et d'autre part les détails empiriques. Il mentionne qu'un travail éditorial est nécessaire pour rendre la terminologie de ce rapport cohérente avec la nomenclature de l'UICPA. M. Davis suggère que ce document serait amélioré par l'adjonction de références clés.

Le président demande que tous les changements suggérés soient transmis à Mme Pan avant le 1<sup>er</sup> mai 1997.

## **2.4 Gravimétrie**

### **2.4.1 Analyse gravimétrique**

M. Watters est invité à présenter la dernière version du rapport préparé par le Groupe de travail sur l'analyse gravimétrique (CCQM/97-20). Il fait remarquer que les suggestions de M. De Bièvre ont été prises en compte dans ce document, et qu'un article (*Analyst*, 1995, 20, 2025) donnant un exemple sur la détermination du sulfate par gravimétrie pourrait y être annexé. M. Sargent suggère que le mot « gravimétrie » figurant dans le titre soit remplacé par l'expression « analyse gravimétrique » ; M. Watters est d'accord. M. King ayant suggéré que le document pourrait aussi traiter des domaines d'application et des travaux à venir éventuels, le président répond que ces questions sont maintenant confiées aux nouveaux groupes de travail.

### **2.4.2 Analyse statique et dynamique de mélanges de gaz**

M. Alink est invité à résumer les travaux en cours du Groupe de travail sur les mélanges de gaz, en vue de préparer un document méthodologique général. Il mentionne un recouvrement entre certaines discussions de ce groupe de travail et celles de l'ISO/TC 158, auquel il participe également, et recommande d'attendre la réunion de l'ISO/TC 158 au printemps 1997 avant de rédiger le rapport au CCQM, date à laquelle les documents préliminaires du comité ISO seront disponibles. Il suggère de préparer ce nouveau document CCQM pour le 1<sup>er</sup> novembre 1997. M. Richter se demande s'il est nécessaire d'attendre cette date, mais M. Milton approuve la suggestion de M. Alink, considérant que M. Alink coordonne les activités des deux comités. Il est décidé que le groupe de travail sera élargi à de nouveaux laboratoires : le BAM, le BNM-LNE, le NIST, le NMi, le NPL, la PTB et le VNIIM.

## **2.5 Titrage**

M. King présente le dernier rapport du Groupe de travail relatif au titrage en tant que méthode primaire (CCQM/97-5). Ce rapport comprend des sections consacrées aux principes de cette technique, des exemples et des applications. En conclusion, le titrage comporte un vaste domaine d'applications et peut présenter les caractéristiques d'une méthode primaire, mais il faudra poursuivre les recherches avant d'établir des chaînes de traçabilité rigoureuses jusqu'aux corps purs. Une des possibilités pour établir cette traçabilité est d'utiliser de l'argent pur comme matériau de référence primaire pour toutes les formes de titrage ; une autre possibilité, proposée par M. Marschal dans le document CCQM/97-9, serait

d'utiliser plusieurs matériaux de référence primaires (par exemple, le fer, le bichromate de potassium, le carbonate de calcium) pour raccourcir les chaînes de raccordement. M. King estime que l'incertitude-type relative composée du titrage pour les travaux de laboratoire courants peut être aussi faible que  $2 \times 10^{-3}$ , voire même  $2 \times 10^{-5}$ . Il conclut par quelques suggestions quant aux travaux à venir (CCQM/97-6).

Dans la discussion qui s'ensuit, certaines limites du titrage sont mentionnées. M. Watters note que cette méthode ne convient pas à l'analyse de traces. M. Milton signale qu'il n'existe pas de description mathématique pour le lien entre le point final observé d'un titrage et le point d'équivalence. M. Watters recommande de limiter les applications métrologiques aux domaines où la définition du point final est simple et claire. En réponse à une question de M. Davis, MM. King et Richter sont d'avis qu'il n'y a pas de différence fondamentale entre les titrages coulométriques et les autres types de titrage.

Le président demande de faire parvenir tout commentaire ultérieur sur le document CCQM/97-5 à M. King avant le 1<sup>er</sup> mai 1997.

## **2.6 Détermination de l'abaissement du point de congélation**

Mme Zhao présente la dernière version du rapport du Groupe de travail sur l'abaissement du point de congélation pour la détermination de la pureté de substances organiques (CCQM/97-3), et remarque qu'elle n'a reçu que peu de commentaires des autres membres du CCQM. Dans la discussion qui s'ensuit, M. So demande combien de laboratoires nationaux de métrologie utilisent la technique mentionnée dans ce document. Mme Månsson précise que cette technique a été mise au point avant l'existence de méthodes plus modernes fondées sur la calorimétrie à balayage différentiel (DSC), et très peu de laboratoires possèdent les équipements nécessaires pour effectuer les mesures selon la méthode du NRCCRM. Selon elle, un des avantages de cette méthode de calorimétrie à balayage différentiel, méthode qui est utilisée dans son laboratoire, est la possibilité de traiter des échantillons de taille relativement petite. M. King se demande s'il convient de décrire les deux méthodes dans un seul et même document du CCQM. Mme Månsson accepte de préparer une nouvelle version du document (CCQM/96-19) qu'elle avait soumis à la deuxième session du CCQM, pour la quatrième session en 1998. Les participants sont conviés à envoyer leurs éventuels commentaires sur le document CCQM/97-3 à Mme Zhao avant le 1<sup>er</sup> juin 1997.

## **2.7 Comparaison internationale sur la mesure de composés organiques**

M. King présente les résultats préliminaires de la première comparaison internationale du CCQM sur l'analyse chimique de composés organiques (CCQM/97-17). Cette étude porte sur la mesure, au moyen de la

spectrométrie de masse avec dilution isotopique, de la concentration du pp'-DDE (un métabolite du DDT) en solution dans du 2,2,4-triméthylpentane, à deux concentrations choisies dans le domaine allant de 0,05 µg/g à 5 µg/g. Les participants ont reçu des solutions préparées par gravimétrie à partir d'une solution de pp'-DDE marqué au <sup>13</sup>C qui a été achetée par le LGC à Cambridge Isotopes, et dont la pureté chimique et isotopique a été vérifiée par le LGC.

Six des dix laboratoires participants ont déterminé la concentration de pp'-DDE dans la solution la plus diluée à 1 % près de la valeur de référence (0,0860 µg/g); les dix laboratoires ont déterminé la concentration dans la solution la plus concentrée à 1 % près de la valeur de référence (3,940 µg/g). M. King note des incohérences évidentes dans les méthodes employées pour l'estimation de l'incertitude. M. Watters suggère de demander aux laboratoires une description détaillée des calculs d'incertitude pour la suite des travaux. M. Richter note qu'il conviendrait de discuter dans le document CCQM/97-17 de l'incertitude sur la valeur cible en même temps que des résultats.

Il est décidé que les laboratoires participants seront identifiés dans le rapport final, comme cela a été fait dans le rapport sur la comparaison de la teneur en plomb dans l'eau.

La date limite est fixée au 1<sup>er</sup> mai 1997 pour la collecte d'informations complémentaires auprès des participants à la comparaison organisée par M. King et ses collègues du LGC, ainsi que pour la soumission à M. King des commentaires sur le document CCQM/97-17 par les membres du CCQM.

### **3. Étude II interlaboratoires du CIPM sur l'analyse de gaz**

M. Alink présente un complément au rapport préliminaire préparé pour la deuxième session du CCQM en 1996 sur l'étude II interlaboratoires du CIPM sur l'analyse de gaz (CCQM/97-25). Il note qu'il avait été envisagé en février 1996 que le rapport final serait présenté au mois de novembre 1996, mais cette prévision s'est avérée trop optimiste. Les derniers résultats pour les mélanges du groupe C (NO dans l'azote) ont été reçus en juillet 1996. Les mélanges du groupe D (SO<sub>2</sub> dans l'azote) ont été envoyés en décembre 1995. Les résultats ont été reçus au cours de l'année 1996; deux participants n'ont pas encore présenté leurs résultats. Les mélanges du groupe E (gaz naturels) ont été envoyés aux participants en août 1996; quelques résultats ont été reçus juste avant la présente session, et certains laboratoires ne sont pas encore en mesure de produire les leurs. M. Alink demande instamment aux participants de soumettre les résultats manquants avant le 1<sup>er</sup> avril 1997, de manière à pouvoir les incorporer dans le rapport final, prévu pour novembre 1997.

M. Alink dit que les résultats reçus à ce jour indiquent, en général, un accord entre les participants à 1 % près des valeurs de référence, mais il y a des incohérences manifestes dans les déclarations d'incertitudes ; ces incohérences doivent être élucidées avant de préparer le rapport final.

M. De Bièvre présente brièvement les résultats de mesures directes par spectrométrie de masse, effectuées avec le comparateur de quantité de matière « Avogadro II », d'isotopes de xénon dans des mélanges préparés par gravimétrie au NMI ; l'accord sur les rapports entre les principaux isotopes du xénon est meilleur que 0,1 %. Ainsi l'exactitude du mode opératoire utilisé à Geel pour la mesure de gaz dans le cadre du projet d'Avogadro est confirmée par l'utilisation de mélanges synthétiques d'isotopes de gaz. D'un autre côté, M. De Bièvre déclare qu'un mode opératoire indépendant pour la mesure de gaz confirme l'exactitude des mélanges de gaz préparés.

#### **4. Comparaison internationale de mesures de la teneur en plomb dans l'eau : résultats définitifs**

M. Watters présente, sous forme de graphiques, les résultats de l'étude du CCQM sur la détermination de la teneur en plomb dans l'eau au moyen de la spectrométrie de masse avec dilution isotopique (CCQM/97-22). Ceux-ci montrent que les onze laboratoires participants obtiennent tous des résultats à 1 % près de la valeur de référence déterminée par gravimétrie (approximativement 0,05  $\mu\text{mol/g}$ ). Les participants à cette comparaison ont reçu à la fois un additif de plomb enrichi isotopiquement et un échantillon de plomb contenant un mélange naturel pur pour l'étalonnage de l'additif. Un protocole expérimental très détaillé a été fourni. Une fois encore, on a noté des incohérences dans les estimations des incertitudes.

M. Taylor présente des détails complémentaires sur le travail effectué à l'IMMR pour cette comparaison. L'analyse effectuée selon un mode opératoire unidirectionnel par spectrométrie de masse avec dilution isotopique, en utilisant le matériau de référence étalon 991 du NIST comme additif, a donné un résultat de 0,049 95  $\mu\text{mol/g}$  ( $U_c = 0,000 58 \mu\text{mol/g}$ ,  $k = 2$ ), en accord avec celui de 0,050 15  $\mu\text{mol/g}$  ( $U_c = 0,000 60 \mu\text{mol/g}$ ,  $k = 2$ ) obtenu avec le protocole et les matériaux fournis par le NIST.

M. Marschal demande à M. Watters d'expliquer pourquoi il a inclus les résultats relatifs à la détermination de la concentration de la solution additive. M. Watters répond qu'il a voulu illustrer le fait que, bien que les résultats des analyses de l'additif obtenus par trois laboratoires ne se situent pas à 1 % près de la valeur de référence, les résultats soumis par les mêmes laboratoires pour la solution échantillon sont dans cette limite. Selon lui, cela montre qu'une erreur systématique (par exemple une discrimination de masse) manifestée dans les résultats d'analyse de l'additif s'annule en grande partie dans l'analyse finale quand on suit le protocole du NIST.

M. Watters indique que le rapport final sur cette comparaison sera soumis à *Metrologia* pour publication.

## **5. Activités à venir : propositions des groupes de travail**

### **5.1 Analyse organique**

M. King, président du nouveau Groupe de travail sur l'analyse organique, présente quelques idées préliminaires sur les activités futures. Celles-ci comprennent la composition du groupe de travail, l'achèvement de la première comparaison internationale, la préparation d'une liste de comparaisons clés, la mise en oeuvre d'autres comparaisons internationales, et l'étude de la préparation et de la caractérisation de corps purs servant d'étalons. M. Quinn est favorable à l'idée de mener en parallèle des activités de laboratoire et l'établissement d'un programme d'activités futures; il souligne aussi que la composition de tous les groupes de travail doit être clairement définie. M. Semerjian pense qu'à plus long terme ce sera au CCQM (plutôt qu'à ses groupes de travail) de fixer les priorités pour les comparaisons clés.

La proposition de M. King d'effectuer une deuxième comparaison internationale sur la détermination du pp'-DDE par spectrométrie de masse avec dilution isotopique (par exemple, à des concentrations plus faibles et dans une matrice d'huile) soulève des réactions partagées. M. Watters mentionne les réserves du NIST quant à l'intérêt pratique limité de la détermination du DDE, étant donné que le DDT n'est plus employé aux États-Unis d'Amérique depuis de nombreuses années. M. de Leer suggère que les efforts consacrés à la mise en oeuvre d'une méthode pour la détermination du pp'-DDE dans l'huile pourraient ne pas être justifiés au NMi. Au contraire, M. Richter est favorable à un élargissement des travaux sur le pp'-DDE afin de confirmer l'expérience acquise dans cette première étude.

### **5.2 Analyse inorganique**

M. Watters suggère deux approches possibles pour les comparaisons clés dans le domaine de l'analyse inorganique. La première consisterait à mettre à profit l'expérience acquise lors de la comparaison de la teneur en plomb dans l'eau du CCQM en l'étendant à la détermination de la teneur en plomb par spectrométrie de masse avec dilution isotopique sur une matrice plus complexe comme les tissus de crustacés. La seconde ferait appel à des méthodes primaires telles que le titrage ou l'analyse gravimétrique pour l'analyse de solutions d'étalonnage. M. de Leer suggère que la prochaine étude par spectrométrie de masse avec dilution isotopique

pourrait être plus audacieuse, par exemple en incluant des éléments sensibles aux interférences de substances polyatomiques. M. Grasserbauer rappelle au CCQM que le groupe de travail ne peut ignorer les éléments monoisotopiques (auxquels la spectrométrie de masse avec dilution isotopique ne s'applique pas). M. de Leer fait une remarque similaire au sujet des anions inorganiques. M. De Bièvre mentionne la possible disponibilité de matériaux convenables (comme par exemple de l'eau douce ou du sérum) pour des études du CCQM auprès de l'International Measurement Evaluation Program (IMEP).

### 5.3 Analyse de gaz

M. Alink présente le document qu'il a soumis au sujet d'une étude éventuelle sur des mélanges de gaz (CCQM/97-24)\*, étude fondée sur les résultats d'une étude auprès de participants potentiels (BAM, BNM-LNE, KRIS, NIST, NMi, NPL, NRCCRM, NRLM, OMH, PTB et VNIIM). Cette étude comprendrait l'analyse de quatre nouveaux groupes de mélanges de gaz : le groupe F, gaz d'échappement (CO, CO<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>) ; le groupe G, benzène, toluène, mélanges de xylènes ; le groupe H, mélanges d'hydrocarbures (HC) à composants multiples à faibles concentrations (au niveau de 10<sup>-9</sup>) ; et le groupe I, éthanol dans de l'azote ou dans l'air. M. Alink indique que le NMi est volontaire pour organiser cette étude, avec l'aide du NPL pour les gaz du groupe H. (Le NPL possède un mélange d'hydrocarbures préparé par gravimétrie, déjà utilisé dans certaines comparaisons européennes.)

M. Sargent demande des éclaircissements sur la stratégie globale du CCQM, et note que les études sur l'analyse de gaz concernent exclusivement les mélanges étalons alors qu'il a été proposé d'inclure des échantillons plus complexes dans les recherches portant sur les études sur les analyses inorganiques et organiques. Le soin est laissé au groupe de travail sur l'analyse de gaz nouvellement formé d'établir des priorités en envoyant ses commentaires à M. Alink avant le 1<sup>er</sup> avril 1997. La première comparaison dans ce domaine est fixée à l'automne 1997.

## 6. Le pH, un nouveau sujet soumis à discussion au CCQM

M. Kristensen résume brièvement un problème qui se pose actuellement dans la mesure du pH lorsqu'on utilise deux échelles légèrement différentes, une échelle « à un seul point » et une échelle « à points multiples ». On constate une différence en pH de  $20 \times 10^{-3}$  entre des mesures faites

---

\* Il a été fait référence à cette étude sous le nom d'« étude III ». Cependant, cette même dénomination a été déjà utilisée pour la comparaison de la teneur en plomb dans l'eau.

avec l'une ou l'autre échelle, ce qui n'est pas négligeable si l'on se réfère à l'incertitude de mesure de l'ordre de  $3 \times 10^{-3}$ . L'UICPA s'occupe actuellement de trouver une solution à ce problème. Une comparaison est en cours dans le cadre d'EUROMET visant à rendre compte de l'équivalence des échelles à points multiples en Europe, comparaison à laquelle participent le DFM, le GUM, l'OMH et la PTB. Une comparaison visant à rendre compte de l'équivalence entre ces laboratoires européens et le NIST est à l'étude. En conclusion, il est décidé de porter cette question à l'ordre du jour du CCQM lors de sa session de 1998, quand les résultats des délibérations de la prochaine réunion de l'UICPA seront disponibles. Le président attire l'attention sur le document soumis par M. Milton (CCQM/97-1) sur le pH, mais il ne fait pas l'objet d'une discussion.

## 7. La traçabilité, poursuite de la discussion

M. King résume son rapport (CCQM/97-4) relatif à l'atelier commun CITAC/Eurachem sur la traçabilité et la comparabilité des mesures de quantité de matière, atelier qui s'est tenu à Noordwijkerhout, Pays-Bas, du 4 au 6 septembre 1996. Il a réuni une soixantaine de délégués de vingt-sept pays, dont des métrologistes, des représentants d'organismes d'accréditation et des analystes chimistes. Il est clair que beaucoup de progrès ont été réalisés au cours des dernières années, et que les points d'accord tout comme les points de désaccord sont mieux identifiés.

Le président invite M. Milton à commenter les documents qu'il a soumis : « The mole - Proposed steps towards a framework for traceable measurements » (CCQM/97-7) et « A standard of the same quantity - The role of purity analysis in primary methods » (CCQM/97-19). Une des principales recommandations du premier document est la nécessité de reconnaître le rôle joué par un étalon primaire de quantité de matière pure, même si cet étalon n'est pas disséminé habituellement sous la forme d'un objet physique. La principale conclusion du deuxième document est qu'une méthode d'analyse fondée sur la pureté de matériaux composants (dans certaines limites) ne s'oppose pas nécessairement à une méthode définie comme primaire. M. Milton pense que ces questions ont déjà été débattues au début de la réunion. M. Quinn remercie M. Milton et les autres membres qui ont soumis ces documents très utiles.

Le président invite M. De Bièvre à introduire les trois documents qu'il a soumis au CCQM sur le thème de la traçabilité : « SI traceability of amount of substance measurements... » (CCQM/97-12), « Identifying and counting: Epistemological perspectives on quantitative chemical measurement. Part 1... » (CCQM/97-14) et « Protocols for traceability in chemical analysis. Part 1: Definitions and terminology » (CCQM/97-18).

M. De Bièvre dit que le premier de ces documents a été publié dans *Metrologia* (1997, **34**, 67-75), que le deuxième est l'ébauche d'un texte qui sera soumis à *Metrologia*, et que le troisième va paraître dans *Accreditation and Quality Assurance* (1997, **2**, 168-179). Il invite les participants du CCQM à présenter leurs commentaires sur ces deux derniers documents.

M. Hässelbarth informe ses collègues qu'un premier projet de rapport CITAC sur les modes opératoires en traçabilité est en préparation. Il demande la permission de soumettre ce projet au CCQM au cours de l'année prochaine pour étude et commentaires.

M. De Bièvre présente brièvement les résultats d'IMEP-6, une comparaison internationale sur l'analyse des éléments d'un échantillon d'eau naturelle enrichie en additifs. Les conclusions générales sont que l'exactitude peut être grandement améliorée, que les laboratoires qui s'auto-proclament « expérimentés » en général n'obtiennent pas de meilleurs résultats que ceux qui se disent « moins expérimentés », et que de nombreux laboratoires sous-estiment sérieusement l'incertitude sur leurs résultats.

#### **8. Document d'orientation pour la période 1996-2000 : discussion du deuxième projet**

Le président présente le deuxième projet du document d'orientation du CCQM (CCQM/97-15) qu'il a préparé en commun avec M. Quinn. M. King suggère une petite modification au point 1.1 de la section 1 (objectifs) afin d'indiquer que la démonstration de l'exactitude des méthodes primaires sera graduellement étendue non seulement à des composés plus complexes, mais aussi à des matrices plus complexes, ainsi qu'à des concentrations plus faibles (c'est-à-dire plus proches du seuil de détection). M. Semerjian demande de faire figurer l'abaissement du point de congélation et la calorimétrie à balayage différentiel comme deux méthodes primaires séparées au point 5.5 de la section 5 (actions en cours). Il est décidé de remplacer le texte actuel de la section 6 (Propositions d'actions à moyen terme) par la définition de la mission des nouveaux groupes de travail (*voir* Section 2.1 du présent rapport).

#### **9. Activités au BIPM**

Le président ouvre la discussion sur un éventuel travail de laboratoire dans le domaine de la métrologie en chimie au BIPM et demande à M. Davis de résumer un rapport qu'il a préparé en commun avec M. Quinn (CCQM/97-13). M. Davis souligne les avantages et les inconvénients d'entreprendre une activité dans deux domaines : la coulométrie et la spectrométrie de masse avec dilution isotopique. Les principaux avantages

qu'il y aurait à entreprendre un travail en coulométrie seraient le coût relativement bas des équipements et l'expérience qui existe déjà au BIPM dans des domaines liés directement ou indirectement à la coulométrie; le principal inconvénient serait que cette activité pourrait être ressentie comme quelque peu surannée, du moins aux yeux des chercheurs universitaires. Les principaux avantages qu'il y aurait à entreprendre un travail en spectrométrie de masse avec dilution isotopique seraient une plus grande flexibilité (comme par exemple la possibilité d'appliquer cette méthode à des niveaux élevés de quantité de matière aussi bien qu'à des traces) et l'importance des recherches en cours dans ce domaine; les principaux inconvénients seraient le coût relativement élevé des investissements, le manque d'expérience dans ce domaine au BIPM, et les limites imposées par le nombre restreint de personnes que le BIPM pourra affecter à ces activités.

Dans la discussion qui s'ensuit, les avis sont nettement partagés quant au meilleur choix. Les fermes partisans d'un programme de travail en spectrométrie de masse au BIPM (MM. Kaarls, De Bièvre, de Leer et Richter) pensent qu'une telle installation pourrait être utilisée pour la réalisation et la conservation d'étalons, pour des étalonnages pour des pays qui n'ont pas de laboratoires nationaux de métrologie, et pour une recherche complémentaire à celle menée dans les laboratoires nationaux de métrologie déjà équipés pour ce travail. Parmi ceux qui préféreraient voir le BIPM se consacrer à la coulométrie, M. Watters cite l'importance de cette méthode pour déterminer la pureté de matériaux utilisés pour les étalonnages, et se demande si ce domaine doit vraiment être considéré comme suranné, du point de vue métrologique. D'autres (MM. King, Milton, Semerjian) pensent que l'activité en spectrométrie de masse sera tellement réduite au BIPM qu'il lui sera difficile de jouer un rôle « unique », le risque étant de simplement dupliquer un travail déjà fait par de nombreux groupes actifs dans le domaine de la spectrométrie de masse dans les laboratoires nationaux de métrologie. Il est décidé de laisser cette question en suspens et de faire d'autres propositions plus détaillées.

M. Marschal est invité à présenter le document CCQM/97-10, dans lequel il exprime son opinion sur les travaux à venir au BIPM.

Au nom de M. Grasserbauer, qui ne peut assister à la fin de cette réunion, M. De Bièvre dit que l'IMMR est prêt à aider le BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie, en particulier dans le domaine de la spectrométrie de masse et des mesures de quantité de matière susceptibles de mener à de meilleures mesures de la constante d'Avogadro.

## 10. Questions diverses

M. De Bièvre poursuit en annonçant que l'IMMR va accroître son programme d'activités dans le domaine des matériaux isotopiques de référence et des matériaux additifs de référence pour l'Europe (et d'autres

régions du globe), car il y a maintenant un besoin bien établi en ce domaine. L'assemblée accueille très favorablement cette annonce.

Le président invite M. Marschal à introduire le document qu'il a soumis pour discussion sur le titrage (CCQM/97-9) (voir Section 2.5 du rapport). M. King rappelle des commentaires précédents favorables à ce document, et recommande les propositions qui y figurent au Groupe de travail sur l'analyse inorganique. M. de Leer indique que les concepts qui y sont présentés pourraient aussi être utiles pour l'analyse organique au moyen du titrage.

### **11. Date de la prochaine session**

Il est décidé que la prochaine session du CCQM aura lieu dans la semaine du 16 février (probablement les 19 et 20 février) 1998.

Le président remercie les présents pour leur participation et leurs contributions, et le personnel du BIPM pour sa coopération. Il déclare la session close.

février 1997  
revu septembre 1997

---

## ANNEXE Q 1

---

### Documents de travail présentés à la 3<sup>e</sup> session du CCQM

---

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

Document  
CCQM/

- 97-1 NPL (Royaume-Uni). — pH - Another Base Unit for the SI?, by M. J. T. Milton, M. E. Peover, D. H. Nettleton, P. G. Quincey and P. T. Woods, 4 p.
- 97-2 NRCCRM (Rép. pop. de Chine). — CCQM working document on coulometry (final draft), 13 p.
- 97-3 NRCCRM (Rép. pop. de Chine). — CCQM working document on determination of freezing point depression (final draft), 9 p.
- 97-4 LGC (Royaume-Uni). — Traceability and comparability of « Amount of Substance » measurements: report of a joint CITAC Eurachem workshop held at Noordwijkerhout, the Netherlands, 4-6 September 1996, by B. King, *Accreditation and Quality Assurance*, 1997, 2, 47-51.
- 97-5 LGC (Royaume-Uni). — Review of the Potential of Titrimetry as a Primary Method, by B. King (draft), 19 p.
- 97-6 LGC (Royaume-Uni). — Suggestions for a CCQM Work Programme on Titrimetry, by B. King, 1 p.
- 97-7 NPL (Royaume-Uni). — The Mole - Proposed Steps Towards a Framework for Traceable Measurements, by M. J. T. Milton, P. G. Quincey and P. T. Woods, 8 p.
- 97-8 PTB (Allemagne). — Proposal for CCQM key comparisons, by W. Richter, 2 p.
- 97-9 BNM-LNE (France). — Traçabilité des solutions métalliques titrées. Proposition d'un schéma de raccordement, par C. Dalarun et A. Marschal, 15 p.
- 97-10 BNM-LNE (France). — Activités de laboratoire du BIPM pour la Quantité de Matière - contribution à la définition de la stratégie et des orientations, par A. Marschal, 3 p.

Document  
CCQM/

- 97-11 IMMR (Belgique). — Basic equations and uncertainties in isotope-dilution mass spectrometry for traceability to SI of values obtained by that primary method, by P. De Bièvre and H. S. Peiser, 12 p.
- 97-12 IMMR (Belgique). — Traceability to the SI of amount-of-substance measurements: from ignoring to realizing, a chemist's view, by P. De Bièvre and P. D. P. Taylor, *Metrologia*, 1997, **34**, 67-75.
- 97-13 BIPM. — Some possibilities for experimental facilities at the BIPM for metrology in chemistry, by T. J. Quinn and R. S. Davis, 2 p.
- 97-14 IMMR (Belgique), NSC (Australie). — Identifying and Counting: epistemological perspectives on quantitative chemical measurement. Part 1. Knowing and communicating amounts of substance, by P. De Bièvre and G. Price, 21 p.
- 97-15 CCQM strategy document, by R. Kaarls and T. J. Quinn, 3 p.
- 97-16 Review of activities since the first meeting in 1995, by R. Kaarls and T. J. Quinn, 3 p.
- 97-17 LGC (Royaume-Uni). — International Comparison on the Determination of Organic Compounds. Interim (Summary) Report, by K. S. Webb and D. Carter, 11 p.
- 97-18 IMMR (Belgique), NMi (Pays-Bas), NIST (É.-U. d'Amérique). — Protocols for traceability in chemical analysis. Part I: Definitions and terminology, by P. De Bièvre, R. Kaarls, H. S. Peiser, S. D. Rasberry and W. P. Reed, *Accreditation and Quality Assurance*, 1997, **2**, 168-179.
- 97-19 NPL (Royaume-Uni). — A Standard of the Same Quantity - The Role of Purity Analysis in Primary Methods, by M. J. T. Milton, P. G. Quincey and P. T. Woods, 3 p.
- 97-20 NIST (É.-U. d'Amérique). — Gravimetry as a Primary Method of Measurement, by C. M. Beck II and R. L. Watters Jr., 10 p.
- 97-21 NIST (É.-U. d'Amérique). — Global Measurement Comparability and Traceability, by H. G. Sermerjian, 18 p.
- 97-22 NIST (É.-U. d'Amérique). — Results from the Third CCQM Study on the Determination of Lead in Water Using Isotope Dilution Mass Spectrometry, by R. L. Watters Jr., 8 p.
- 97-23 Report of Working group on coulometry, by Pan Xiu Rong, 1 p.
- 97-24 Survey for additional studies on gas mixtures (note on progress February 1997), 4 p.

Document  
CCQM/

97-25 NMI-VSL (Pays-Bas). — Intercomparison of gravimetric techniques for the preparation of primary standard gas mixtures. Supplement to Interim report 1996, by A. Alink, 18 p.

---



**COMITÉ CONSULTATIF  
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE**

**MEETING IN 1997**

---

**Note on the use of the English text**

To make its reports and those of its various Comités Consultatifs more widely accessible, the Comité International des Poids et Mesures has decided to publish an English version of these reports. Readers should note that the official record is always that of the French text. This must be used when an authoritative reference is required or when there is doubt about the interpretation of the text.

**Note sur l'utilisation du texte anglais**

Afin de faciliter l'accès à ses rapports et à ceux des divers Comités consultatifs, le Comité international des poids et mesures a décidé de publier une version en anglais de ces 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.



---

## THE BIPM

### AND THE CONVENTION DU MÈTRE

---

The Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) was set up by the Convention du Mètre signed in Paris on 20 May 1875 by seventeen States during the final session of the diplomatic Conference of the Metre. This Convention was amended in 1921.

The BIPM has its headquarters near Paris, in the grounds (43 520 m<sup>2</sup>) of the Pavillon de Breteuil (Parc de Saint-Cloud) placed at its disposal by the French Government; its upkeep is financed jointly by the Member States of the Convention du Mètre\*.

The task of the BIPM is to ensure world-wide unification of physical measurements; its function is thus to:

- establish the fundamental standards and scales for the measurement of the principal physical quantities and maintain the international prototypes;
- carry out comparisons of national and international standards;
- ensure the coordination of corresponding measuring techniques;
- carry out and coordinate measurements of the fundamental physical constants relevant to these activities.

The BIPM operates under the exclusive supervision of the Comité International des Poids et Mesures (CIPM) which itself comes under the authority of the Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM) and reports to it on the work accomplished by the BIPM.

Delegates from all Member States of the Convention du Mètre attend the Conférence Générale which, at present, meets every four years. The function of these meeting is to:

- discuss and initiate the arrangements required to ensure the propagation and improvement of the International System of Units (SI), which is the modern form of the metric system;
- confirm the results of new fundamental metrological determinations and various scientific resolutions of international scope;
- take all major decisions concerning the finance, organization and development of the BIPM.

The Comité International has eighteen members each from a different State: at present, it meets every year. The officers of this committee present an Annual Report on the administrative and financial position of the BIPM to the Governments of the Member States of the Convention du Mètre. The principal task of the CIPM is to ensure world-wide uniformity in units of measurement. It does this by direct action or by submitting proposals to the CGPM.

The activities of the BIPM, which in the beginning were limited to measurements of length and mass, and to metrological studies in relation to these quantities, have been extended to standards of measurement of electricity (1927), photometry and radiometry (1937), ionizing radiation (1960) and to time scales (1988). To this end the original laboratories, built in 1876-1878, were enlarged in 1929; new buildings were constructed in 1963-1964 for the ionizing radiation laboratories and in 1984 for the laser work. In 1988 a new building for a library and offices was opened.

Some forty-five physicists or technicians work in the BIPM laboratories. They mainly conduct metrological research, international comparisons of realizations of units and calibrations of standards. An annual report, published in the *Procès-Verbaux des Séances du Comité International des Poids et Mesures*, gives details of the work in progress.

---

\* As of 31 December 1997, forty-eight States were members of this Convention: Argentina (Rep. of), Australia, Austria, Belgium, Brazil, Bulgaria, Cameroon, Canada, Chile, China (People's Rep. of), Czech Republic, Denmark, Dominican Republic, Egypt, Finland, France, Germany, Hungary, India, Indonesia, Iran, Ireland, Israel, Italy, Japan, Korea (Dem. People's Rep. of), Korea (Rep. of), Mexico, Netherlands, New Zealand, Norway, Pakistan, Poland, Portugal, Romania, Russian Federation, Singapore, Slovak Republic, South Africa, Spain, Sweden, Switzerland, Thailand, Turkey, United Kingdom, United States of America, Uruguay, Venezuela.

Following the extension of the work entrusted to the BIPM in 1927, the CIPM has set up bodies, known as *Comités Consultatifs*, whose function is to provide it with information on matters that it refers to them for study and advice. These *Comités Consultatifs*, which may form temporary or permanent working groups to study special topics, are responsible for coordinating the international work carried out in their respective fields and for proposing recommendations to the CIPM concerning units.

The *Comités Consultatifs* have common regulations (*BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures*, 1963, 31, 97). They meet at irregular intervals. The chairman of each *Comité Consultatif* is designated by the CIPM and is normally a member of the CIPM. The members of the *Comités Consultatifs* are metrology laboratories and specialized institutes, agreed by the CIPM, which send delegates of their choice (criteria for membership of *Comités Consultatifs* (*BIPM Proc.-Verb. Com. Int. Poids et Mesures*, 1996, 64, 124)). In addition, there are individual members appointed by the CIPM, and a representative of the BIPM. At present, there are nine such committees:

1. The *Comité Consultatif d'Électricité et Magnétisme* (CCEM), new name given in 1997 to the *Comité Consultatif d'Électricité* set up in 1927;
2. The *Comité Consultatif de Photométrie et Radiométrie* (CCPR), new name given in 1971 to the *Comité Consultatif de Photométrie* (CCP) set up in 1933 (between 1930 and 1933 the CCE dealt with matters concerning photometry);
3. The *Comité Consultatif de Thermométrie* (CCT), set up in 1937;
4. The *Comité Consultatif des Longueurs* (CCL), new name given in 1997 to the *Comité Consultatif pour la Définition du Mètre* (CCDM), set up in 1952;
5. The *Comité Consultatif du Temps et des Fréquences* (CCTF), new name given in 1997 to the *Comité Consultatif pour la Définition de la Seconde* (CCDS), set up in 1956;
6. The *Comité Consultatif des Rayonnements Ionisants* (CCRI), new name given in 1997 to the *Comité Consultatif pour les Étalons de Mesure des Rayonnements Ionisants* (CCEMRI), set up in 1958 (in 1969 this committee established four sections: Section I (Measurement of  $x$  and  $\gamma$  rays, electrons), Section II (Measurement of radionuclides), Section III (Neutron measurements), Section IV ( $\alpha$ -energy standards); in 1975 this last section was dissolved and Section II was made responsible for its field of activity);
7. The *Comité Consultatif des Unités* (CCU), set up in 1964 (this committee replaced the "Commission for the System of Units" set up by the CIPM in 1954);
8. The *Comité Consultatif pour la Masse et les grandeurs apparentées* (CCM), set up in 1980;
9. The *Comité Consultatif pour la Quantité de Matière* (CCQM), set up in 1993.

The proceedings of the *Conférence Générale*, the *Comité International* and the *Comités Consultatifs* are published by the BIPM in the following series:

- *Comptes Rendus des Séances de la Conférence Générale des Poids et Mesures*;
- *Procès-Verbaux des Séances du Comité International des Poids et Mesures*;
- *Sessions des Comités Consultatifs*.

The Bureau International also publishes monographs on special metrological subjects and, under the title *Le Système International d'Unités (SI)*, a brochure, periodically up-dated, in which are collected all the decisions and recommendations concerning units.

The collection of the *Travaux et Mémoires du Bureau International des Poids et Mesures* (22 volumes published between 1881 and 1966) and the *Recueil de Travaux du Bureau International des Poids et Mesures* (11 volumes published between 1966 and 1988) ceased by a decision of the CIPM.

The scientific work of the BIPM is published in the open scientific literature and an annual list of publications appears in the *Procès-Verbaux* of the CIPM.

Since 1965 *Metrologia*, an international journal published under the auspices of the CIPM, has printed articles dealing with scientific metrology, improvements in methods of measurement, work on standards and units, as well as reports concerning the activities, decisions and recommendations of the various bodies created under the Convention du Mètre.

---

**Comité International des Poids et Mesures**

*Secretary*

W. R. BLEVIN

*President*

J. KOVALEVSKY

---

MEMBERS

OF THE

COMITÉ CONSULTATIF

POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE

---

*President*

R. KAARLS, Member of the Comité International des Poids et Mesures,  
Nederlands Meetinstituut, Delft.

*Members*

BUREAU NATIONAL DE MÉTROLOGIE: Laboratoire National d'Essais [BNM-LNE], Paris.

D. I. MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY [VNIIM], St. Petersburg.

INSTITUTE FOR REFERENCE MATERIALS AND MEASUREMENTS [IRMM], Geel.

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY [IUPAC].

KOREA RESEARCH INSTITUTE OF STANDARDS AND SCIENCE [KRISS], Taejon.

NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY [NIM]/NATIONAL RESEARCH CENTRE FOR  
CERTIFIED REFERENCE MATERIALS [NRCCRM], Beijing.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY [NIST], Gaithersburg.

---

NATIONAL PHYSICAL LABORATORY [NPL]/LABORATORY OF THE GOVERNMENT  
CHEMIST [LGC], Teddington.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL OF CANADA [NRC]: Institute for Environmental  
Chemistry, Ottawa.

NATIONAL RESEARCH LABORATORY OF METROLOGY [NRLM]/NATIONAL  
INSTITUTE OF MATERIAL AND CHEMICAL RESEARCH [NIMC], Tsukuba.

NEDERLANDS MEETINSTITUUT [NMI], Delft.

PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT [PTB], Braunschweig and Berlin.

SWEDISH NATIONAL TESTING AND RESEARCH INSTITUTE [SP], Borås.

The Director of the Bureau International des Poids et Mesures [BIPM],  
Sèvres.

---



AGENDA  
for the 3rd Meeting

---

1. Opening of the meeting and welcome.
  2. Reports of working groups
    - 2.1 Key comparisons;
    - 2.2 Isotope dilution mass spectrometry;
    - 2.3 Coulometry;
    - 2.4 Gravimetry
      - 2.4.1 Gravimetric analysis;
      - 2.4.2 Static and dynamic analysis of gas mixtures;
    - 2.5 Titrimetry;
    - 2.6 Determination of freezing point depression;
    - 2.7 International comparison on the measurement of organic compounds.
  3. CIPM interlaboratory study II on gas analysis.
  4. International comparison of lead in water: final results.
  5. Working group proposals for future activities
    - 5.1 Organic analysis;
    - 5.2 Inorganic analysis;
    - 5.3 Gas analysis.
  6. pH, a new subject for discussion by the CCQM.
  7. Traceability, further discussion.
  8. Strategy document for the period 1996-2000: discussion of second draft.
  9. BIPM activities.
  10. Other business.
  11. Date of next meeting.
-

---

REPORT  
OF THE  
COMITÉ CONSULTATIF POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE  
(3rd Meeting — 1997)  
TO THE  
COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES  
by J. McLAREN, Rapporteur

---

The Comité Consultatif pour la Quantité de Matière (CCQM) held its third meeting at the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), at Sèvres. Four sessions took place, on 20 and 21 February 1997.

**Present:**

**The President:**

R. KAARLS, member of the CIPM.

**Delegates from member laboratories and organizations:**

Bureau National de Métrologie, Paris: Laboratoire National d'Essais [BNM-LNE] (A. MARSCHAL).

D. I. Mendeleev Institute for Metrology [VNIIM], St. Petersburg (L. KONOPELKO, I. NEKHLUDOV, I. KOUSTIKOV).

Institute for Reference Materials and Measurements [IRMM], Geel (P. DE BIÈVRE, P. TAYLOR, M. GRASSERBAUER).

Korea Research Institute of Standards and Science [KRISS], Taejon (Hun Young So).

Laboratory of the Government Chemist [LGC], Teddington (B. KING, M. SARGENT).

National Institute of Material and Chemical Research [NIMC], Tsukuba (M. KURAHASHI).

National Institute of Standards and Technology [NIST], Gaithersburg (H. G. SEMERJIAN, R. L. WATTERS Jr).

National Physical Laboratory [NPL], Teddington (M. J. T. MILTON).

---

National Research Centre for Certified Reference Materials [NRCCRM], Beijing (PAN Xiu-Rong, ZHAO Min).

National Research Council of Canada [NRC], Ottawa (J. W. McLAREN).

Nederlands Meetinstituut [NMI], Delft (A. ALINK, E. DE LEER).

Physikalisch-Technische Bundesanstalt [PTB], Braunschweig (W. RICHTER).

Swedish National Testing and Research Institute [SP], Borås (M. MÅNSSON).

The Director of the Bureau International des Poids et Mesures [BIPM] (T. J. QUINN).

Invited:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung [BAM], Berlin (W. HÄSSELBARTH).

CSIRO, National Measurement Laboratory [CSIRO], Lindfield (B. D. INGLIS).

Danish Institute of Fundamental Metrology [DFM], Brønshøj (H. B. KRISTENSEN).

International Organization for Standardization, Committee on Reference Materials [ISO/REMCO] (P. DE BIÈVRE).

National Physical Laboratory of India [NPLI], New Delhi (K. LAL).

Országos Mérésügyi Hivatal [OMH], Budapest (E. DEÁK).

Also present:

W. R. BLEVIN (Member of the CIPM); P. GIACOMO (Director Emeritus of the BIPM); R. S. DAVIS, D. LE COZ (BIPM).

Absent:

National Institute of Metrology [NIM], Beijing.

Sent regrets:

International Union of Pure and Applied Chemistry [IUPAC].

National Research Laboratory of Metrology [NRLM], Tsukuba.

## 1. Opening of the meeting and welcome

The President opens the meeting and welcomes the participants. He then invites the Director of the BIPM, Dr Quinn, to make a few introductory remarks.

Dr Quinn welcomes the participants. He then summarizes a presentation made earlier in the week at a meeting of directors of thirty-seven

national metrology institutes held at the BIPM. A major point is that, although international equivalence of national measurement standards to a large extent already exists among the national metrology institutes of the industrialized nations, a more structured and robust system with full documentation now needs to be put in place. Equivalence among national metrology institutes has been documented over the years through a multitude of international comparisons, but the comparisons were often made on an *ad hoc* basis and the results were not easily accessible. International agreements on mutual equivalence of calibration and testing certificates require corresponding agreement at the top metrological level. As specified in the Convention du Mètre, this is the task of the Comité International des Poids et Mesures (CIPM), working originally with the national metrology institutes, and now also with the regional metrology organizations. International equivalence will be based on the results of key comparisons. It is the responsibility of the Consultative Committees to choose the key comparisons which test the principal techniques in the field. Some seventy-five institutes participate in Consultative Committee activities; to date, fifty key comparisons have been identified.

In discussing Dr Quinn's presentation, it is agreed that, while the Consultative Committees should limit key comparisons to top-level "metrological" activities, these key comparisons must be relevant to working-level activities.

Before proceeding to other business, the President draws the attention of participants to a review of CCQM activities (CCQM/97-16) since the first meeting in 1995, prepared by himself and the Director, and distributed just prior to the meeting.

Dr McLaren is appointed Rapporteur, to be assisted by Dr Davis.

The agenda is adopted.

## **2. Reports of the working groups**

### **2.1 Key comparisons**

Dr Semerjian summarizes the major points of his submission "Global measurement comparability and traceability" (CCQM/97-21). He notes that the CCQM, like all the Consultative Committees, must define a process for identification and prioritization of the key comparisons that need to be carried out. The driving forces behind the search for equivalence of chemical measurements through traceability to the SI are equity in trade, mutual acceptance of data for environmental assessment and the need for coherence with other world-wide scientific data. Choices considered optimum for key comparisons may therefore respond to demands for highest metrological practice, or to demands that are directly relevant to important issues of trade. International comparisons may thus

be carried out by the Consultative Committees for two purposes: to test the most accurate realizations of the SI units among the national metrology institutes using primary methods; to establish equivalence of measurements carried in different countries, or regions, for the practical purposes of international trade. Dr Semerjian observes that, to date, all CCQM international comparisons have addressed the first purpose, and that we need to address the second by focusing on such application areas as environmental quality, health, food and agriculture, and advanced materials.

In the ensuing discussion, there is general agreement that it is of the utmost importance that the CCQM establish the criteria by which it will generate its list of key comparisons, and that consideration should be given to the formation of working groups organized by area of application (e.g., inorganic analysis, organic analysis, gas analysis) rather than by method, as is currently the case. Dr Richter suggests, in reference to his submission (CCQM/97-8), that for chemical measurements it may be better to speak of “equivalence of traceability at the top level” rather than “equivalence of measurement standards”, given that measurement standards for chemical measurements are insufficiently defined. He proposes that CCQM key comparisons be organized around three types of “standard”: primary reference materials (e.g., pure substances, primary mixtures); primary measurement devices (e.g., gas flow measuring devices for dynamic mixture preparation); primary reference measurements (e.g., in clinical chemistry). Dr Marschal presents for discussion a table in which key comparisons are classified by “permanent objective” (e.g., gas mixtures, calibration solutions for elemental or molecular analysis, matrix CRM’s) and are clearly linked to particular fields of application and/or particular methods. Dr So recommends that the CIPM (and its Consultative Committees), the OIML and the ISO agree to avoid unnecessary duplication of effort. Dr Davis notes that the ISO/REMCO was invited to send a representative to the meeting and that Prof. De Bièvre attends the meeting in this capacity. In addition, others at the meeting are involved in regional working groups concerned with comparability of chemical measurements and traceability to the SI.

The discussion on key comparisons culminates with the formation of an *ad hoc* working group comprising Prof. De Bièvre, Dr de Leer, Dr King, Dr Marschal and Dr Semerjian, which later presents the following proposal.

- 1) Three working groups (WGs) will be formed to carry out the international comparisons agreed by the CCQM:

Organic analysis	Chairman: Bernard King (LGC) Co-Chairman: Wolfgang Richter (PTB)
Inorganic analysis	Chairman: Robert Watters (NIST) Co-Chairman: Alain Marschal (BNM-LNE)

Gas analysis

Chairman: Anton Alink (NMI)

Co-Chairman: Martin Milton (NPL).

The chairmen will solicit participation from other laboratories as appropriate.

- 2) Current CCQM activity on international comparisons will be integrated into the work of these groups.
- 3) The CCQM will specify priorities for the selection of potential areas of application for key comparisons, and will decide whether comparisons need be repeated periodically.
- 4) The working groups will develop a list of key comparisons to be carried out by the CCQM, the basis of choice being that they advance the metrological basis of chemical measurements, and demonstrate equivalence among national metrology institutes and traceability to the SI.
- 5) The working groups will select key comparisons using criteria based on:
  - a) application areas that have large impact on international trade and cross-boundary issues;
  - b) measurement methodologies that contribute to traceability at the highest level in chemical measurements and the establishment of measurement uncertainty (primary or robust methods);
  - c) selection of analytes that are both individually important and representative of a broad class;
  - d) consideration of pure materials, calibrant mixtures and real matrices;
  - e) recognition of existing or past activities;
  - f) organization of method-specific as well as method-independent (performance-based) international comparisons. (The working groups should aim their activities towards method-independent comparisons.)

## 2.2 Isotope dilution with mass spectrometry

The President invites discussion of the submission on "Basic equations and uncertainties in isotope dilution mass spectrometry..." (CCQM/97-11). It is generally agreed that this document, while useful in its own right, should become part (perhaps the introduction) of a more extensive protocol which would also give guidance on the practical application of isotope dilution mass spectrometry (IDMS). Dr Richter raises the question of whether IDMS truly fulfils the requirements of a primary method, given that, ultimately, the measurement is tied to the accurate weighing of a quantity of a pure substance of natural isotopic abundance. The ensuing discussion leads to the consideration of an explanatory note which would amplify the definition of a primary method.

A preliminary text is suggested by Dr Quinn. The Committee decides that consideration of this text should be deferred to the next meeting

in order carefully to consider the consequences. However, the sense of Dr Quinn's text implies that IDMS may be considered a primary method.

The President asks that any further comments on document CCQM/97-11 be directed to Prof. De Bièvre by 1 May 1997.

### **2.3 Coulometry**

The President invites Prof. Pan to comment on the latest draft of the report of the working group on coulometry (CCQM/97-2 revised). Prof. Pan summarizes the changes that have been made in the latest draft; these are also reported in CCQM/97-23. Dr King comments on the complementary nature of this document to the section of his submission on titrimetry (CCQM/97-5) pertaining to coulometric titrations. Dr Kurahashi notes that it was the Scientific University of Tokyo and not Tokyo University that provided the data cited in the table of stoichiometric purities determined by constant-current coulometry. In any case, he would prefer instead that the table use data from the NIMC. Prof. De Bièvre suggests a re-organization to separate the generic description of the technique more clearly from the empirical details, and notes the need for further editorial work to make the terminology consistent with the IUPAC nomenclature. Dr Davis suggests that the document would be improved by inclusion of key references.

The President asks that all suggested revisions be submitted to Prof. Pan by 1 May 1997.

### **2.4 Gravimetry**

#### **2.4.1 Gravimetric analysis**

Dr Watters is invited to introduce the latest version of the paper prepared by the working group on gravimetric analysis (CCQM/97-20). He notes that suggestions from Prof. De Bièvre have been incorporated in this version, and that it was intended that a published paper (*Analyst*, 1995, **120**, 2025), which gives an example of the gravimetric determination of sulfate, be attached to this document. Dr Sargent suggests that the word "gravimetry" in the title be changed to "gravimetric analysis" and Dr Watters agrees. To a suggestion by Dr King that the document should also include discussion of areas of application and possible future work, the President responds that this will now be the responsibility of the newly formed working groups.

#### **2.4.2 Static and dynamic analysis of gas mixtures**

Dr Alink is invited to summarize the progress of the working group on gas mixtures towards drafting a document on general methodology. He explains the overlap of some of the discussions of the working group with those of ISO/TC 158, in which he also participates, and recommends a delay in the preparation of the CCQM paper until after the spring

1997 meeting of ISO/TC 158, at which time draft reports from the ISO committee will be available. He suggests 1 November 1997 as the target date for a new CCQM document. Dr Richter expresses some reservations about the need for this delay, but Dr Milton supports the idea, arguing that Dr Alink is coordinating the activities of both committees. It is agreed to expand the working group to include the BAM, BNM-LNE, NIST, NMi, NPL, PTB and the VNIIM.

## 2.5 Titrimetry

Dr King presents the latest report of the working group on titrimetry as a primary method (CCQM/97-5). This report includes sections on the principles of the technique, examples and applications. It is concluded that titrimetry has wide ranging applications and the potential to be a primary method, but that further work will be required to establish rigorous traceability chains to pure substances. One possibility for the latter is the use of pure silver as the primary reference material for all forms of titrimetry; another, proposed by Dr Marschal in his submission CCQM/97-9, would make use of several primary reference materials (e.g., iron, potassium dichromate, calcium carbonate) to shorten the traceability chains. Dr King estimates that the relative combined standard uncertainty of titrations at the working level can be as small as  $2 \times 10^{-3}$ , and perhaps as small as  $2 \times 10^{-5}$ . He concludes with some suggestions for future work (CCQM/97-6).

In subsequent discussion, some of the limitations of titrimetry are mentioned. Dr Watters notes that the technique is not suitable for trace analysis. Dr Milton comments on the absence of a mathematical description of the link between the observed end point of a titration and the equivalence point. Dr Watters recommends that metrological applications be limited to areas where end point definition is straightforward. In response to a question from Dr Davis, Dr King and Dr Richter advise that there is no fundamental difference between coulometric titrations and other types of titration.

The President asks that any further comments on document CCQM/97-5 be directed to Dr King by 1 May 1997.

## 2.6 Determination of freezing-point depression

Prof. Zhao introduces the latest draft of the report of the working group on freezing-point depression for the determination of the purity of organic substances (CCQM/97-3), noting that there has been little input from other members of the CCQM. In subsequent discussion, Dr So asks how many national metrology institutes are using the technique described in the paper. Dr Månsson suggests that the technique was developed before more modern methods based on differential scanning calorimetry (DSC) were available, so very few laboratories have the equipment required to

make measurements by the NRCCRM method. She cites as an advantage of the DSC technique used in her laboratory the ability to use relatively small sample sizes. Dr King asks whether the two methods ought to be described in a single CCQM document. Dr Månsson agrees to prepare a revised draft of her submission to last year's meeting (CCQM/96-19) in time for next year's meeting. Participants are asked to submit any further comments on document CCQM/97-3 to Prof. Zhao by 1 June 1997.

## **2.7 International comparison on the measurement of organic compounds**

Dr King presents preliminary results from the first CCQM international comparison on the determination of organic compounds (CCQM/97-17). This exercise involved the determination of pp'-DDE (a metabolite of DDT) by isotope dilution mass spectrometry at two concentrations within the range 0.05 µg/g and 5 µg/g in solution in 2,2,4-trimethylpentane. Participants were provided with a solution of <sup>13</sup>C-labelled pp'-DDE purchased by the LGC from Cambridge Isotopes, and checked by the LGC for chemical and isotopic purity. Solutions were prepared gravimetrically.

Six of the ten participating laboratories determined the concentration of pp'-DDE in the more dilute solution to within 1 % of the reference value (0.0860 µg/g); all ten determined the concentration in the more concentrated solution to within 1 % of the reference value (3.940 µg/g). Dr King notes that there were obvious inconsistencies in the methods used for the estimation of uncertainty. Dr Watters suggests that a detailed description of uncertainty calculations should be requested from the laboratories in the follow-up activity. Dr Richter notes that the uncertainty in the target value should be included in the discussion of the results in CCQM/97-17.

It is decided that participating laboratories will be identified in the final report as in the report on lead in water.

A deadline of 1 May 1997 is set for the collection of additional information from participants in the comparison by Dr King and colleagues at the LGC, and for submission to Dr King of comments by CCQM members on document CCQM/97-17.

## **3. CIPM interlaboratory study II on gas analysis**

Dr Alink introduces a supplement to the interim report made at the 1996 CCQM meeting on the CIPM study II on the analysis of gas mixtures (CCQM/97-25). He notes that at the February 1996 meeting it was anticipated that the final report would be submitted in November 1996, but this turned out to be too optimistic. The last results for the Group C mixtures (NO in nitrogen) were received in July 1996. The Group D mixtures (SO<sub>2</sub> in nitrogen) were shipped in December 1995. Results were

received throughout 1996; two participants have yet to submit their results. The Group E mixtures (natural gases) were sent to participants in August 1996; few results were received until just prior to the current meeting, and some laboratories have yet to report. Dr Alink urges participants to submit any remaining results before 1 April 1997, in order that they may be incorporated in the final report, scheduled for November 1997.

Dr Alink reports that the results received to date indicate that, in general, participants agree to within 1 % of the reference values, but that there are obvious inconsistencies in uncertainty statements; these inconsistencies need to be resolved before preparation of the final report.

Prof. De Bièvre briefly reports the results of direct mass spectrometric measurements, using the "Avogadro II amount comparator", of xenon isotopes in mixtures prepared gravimetrically at the NMi; agreement for ratios involving the major isotopes of xenon is better than 0.1 %. Thus synthetic mixtures of gas isotopes confirm the accuracy of the gas measurement procedures used in Geel for the Avogadro project. Conversely, Prof. De Bièvre asserts that an independent gas measurement procedure confirms the accuracy of the prepared gas mixtures.

#### **4. International comparison of lead in water: final results**

Dr Watters introduces graphs of the results of the CCQM study on the determination of lead in water by isotope dilution mass spectrometry (CCQM/97-22). These show that the eleven participating laboratories all achieved results within 1 % of the gravimetrically determined reference value (approximately 0.05  $\mu\text{mol/g}$ ). Participants in this exercise received both an isotopically-enriched lead spike and a sample of pure natural abundance lead for spike calibration. A very detailed experimental protocol was also provided. Once again, inconsistencies in uncertainty estimates are noted.

Additional details about the work done at the IRMM for this exercise are presented by Dr Taylor. He shows that analysis by a "one way" IDMS procedure, using NIST SRM 991 as the spike, gave a result of 0.049 95  $\mu\text{mol/g}$  ( $U_c = 0.000 58 \mu\text{mol/g}$ ,  $k = 2$ ) in agreement with the result 0.050 15  $\mu\text{mol/g}$  ( $U_c = 0.000 60 \mu\text{mol/g}$ ,  $k = 2$ ) obtained using the protocol and materials supplied by the NIST.

Dr Marschal asks Dr Watters to explain the justification for including the results for the determination of the concentration of the spike solution. Dr Watters notes that these were included to demonstrate that, although the spike assay results obtained by three laboratories did not agree to within 1 % of the reference value, the results submitted by these laboratories for the sample solution were within this limit. He suggests that this demonstrates that a systematic error (e.g., mass discrimination) which is

manifested in the results for the spike assay largely cancels in the final analysis when the NIST protocol is followed.

Dr Watters indicates that the final report on this comparison will be submitted to *Metrologia* for publication.

## 5. Working group proposals for future activities

### 5.1 Organic analysis

Dr King, chairman of the newly formed working group on organic analysis, presents some preliminary ideas for future activities. These include establishment of the membership of the working group, completion of the first international comparison, preparation of a list of key comparisons, initiation of further international comparisons, and study of the preparation and characterization of pure substances as calibrants. Dr Quinn supports the idea that laboratory and planning activities should operate in parallel, and stresses that membership of all working groups must be clearly defined. Dr Semerjian states that, in the longer term, it is the CCQM (rather than the working groups) which must set the priorities for the key comparisons.

A proposal by Dr King to conduct a second international comparison on the determination of pp'-DDE by IDMS (e.g., at lower concentrations and in an oil matrix) draws a mixed reaction. Dr Watters mentions NIST reservations related to the limited practical relevance of DDE determinations, given that DDT use in the U.S.A. was discontinued many years ago; Dr de Leer suggests that the effort to set up a method for the determination of pp'-DDE in oil could not be justified at the NMI. Dr Richter, on the other hand, supports extension of the work on pp'-DDE in order to build on experience gained in the first exercise.

### 5.2 Inorganic analysis

Dr Watters suggests two possible approaches for the development of key comparisons in inorganic analysis. The first would build on the experience gained in the CCQM comparison for lead in water through extension to the IDMS determination of lead in a more complex matrix such as a shellfish tissue. The second would involve the use of primary methods such as titrimetry and gravimetric analysis for the analysis of calibration solutions. Dr de Leer suggests that the next IDMS exercise should present more of a challenge, e.g., by inclusion of elements subject to polyatomic interference. Prof. Grasserbauer reminds the CCQM that monoisotopic elements (to which IDMS is not applicable) cannot be ignored by the working group. Dr de Leer makes a similar comment about inorganic anions. Prof. De Bièvre mentions the possible availability of suitable materials (e.g., fresh

water, serum) for CCQM exercises through the auspices of the International Measurement Evaluation Program (IMEP).

### 5.3 Gas analysis

Dr Alink introduces his submission on a possible study of gas mixtures (CCQM/97-24)\*, based on the results of a survey of potential participants (BAM, BNM-LNE, KRISS, NIST, NMi, NPL, NRCCRM, NRLM, OMH, PTB and VNIIM). The study would involve the analysis of four new groups of gas mixtures: group F, automotive gases (CO, CO<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>); group G, benzene, toluene, xylene mixtures; group H, multicomponent hydrocarbon (HC) mixtures at low concentrations (10<sup>-9</sup> level); and group I, ethanol in nitrogen or air. Dr Alink indicates that the NMi is willing to organize this study, supported by the NPL for the group H gases. (The NPL has a gravimetrically prepared HC mixture, already used in some European comparisons).

Dr Sargent asks for clarification of the overall CCQM strategy, noting that the gas analysis studies concentrate exclusively on calibrant mixtures whereas some more complex samples have been proposed for inclusion in the inorganic and organic analysis studies. It is left to the newly formed working group on gas analysis to establish priorities by sending comments to Dr Alink by 1 April 1997. A target date of autumn 1997 is set for the first international comparison of the new study.

### 6. pH, a new subject for discussion by the CCQM

Dr Kristensen briefly summarizes a current problem in pH measurements which arises from the use of two slightly different scales, a "single point" scale and a "multiple point" scale. There is a discrepancy in pH of about  $20 \times 10^{-3}$  between measurements made with the two scales, which is significant relative to the measurement uncertainty of about  $3 \times 10^{-3}$ . Resolution of this discrepancy is currently being addressed by the IUPAC. A EUROMET comparison intended to demonstrate European equivalence on the multiple point scale, involving the DFM, the GUM, the OMH and the PTB, is currently under way. A future exercise to demonstrate European equivalence with the NIST is under consideration. It is concluded that the CCQM should revisit this topic at its 1998 meeting, when the results of deliberations at the next IUPAC meeting will be available. The President draws attention to the submission of Dr Milton (CCQM/97-1) on pH, but there is no further discussion.

---

\* This was referred to as "Study III". However the same term has already been ascribed to the comparison of lead in water.

## 7. Traceability, further discussion

Dr King summarizes his written report (CCQM/97-4) on the joint CITAC/Eurachem workshop on traceability and comparability of amount of substance measurements, held at Noordwijkerhout, the Netherlands, 4-6 September 1996. The meeting involved sixty delegates from twenty-seven countries, including a good mix of metrologists, representatives of accreditation bodies and analytical chemists. It was clear that a good deal of progress had been made in recent years and that areas of general agreement, as well as areas of divergent opinions, are more clearly delineated.

The President invites Dr Milton to comment on his submissions: "The mole - Proposed steps towards a framework for traceable measurements" (CCQM/97-7) and "A standard of the same quantity - The role of purity analysis in primary methods" (CCQM/97-19). A principal recommendation of the first submission is that the role of a primary standard of amount of pure substance should be recognized, even if it is not disseminated widely in the form of a physical artefact. The main conclusion of the second is that analyses based on the purity of component materials (within limits) need not be in conflict with the definition of a primary method. Dr Milton suggests that these topics have been adequately discussed earlier in the meeting. Dr Quinn thanks Dr Milton and others for submitting these very useful documents.

The President invites Prof. De Bièvre to introduce his three submissions on the subject of traceability: "SI traceability of amount of substance measurements..." (CCQM/97-12), "Identifying and counting: Epistemological perspectives on quantitative chemical measurement. Part 1..." (CCQM/97-14) and "Protocols for traceability in chemical analysis. Part 1: Definitions and terminology" (CCQM/97-18). Prof. De Bièvre reports that the first of these has now been published in *Metrologia* (1997, **34**, 67-75), that the second is a draft version of a paper intended for publication in *Metrologia*, and that the third will soon appear in *Accreditation and Quality Assurance* (1997, **2**, 168-179). He invites comments from CCQM members on the latter two documents.

Dr Hässelbarth reports that a first draft of a CITAC paper on traceability procedures is in preparation. He asks for permission to submit this draft to the CCQM during the coming year for consideration and comments.

Prof. De Bièvre makes a brief presentation of the results of IMEP-6, an international comparison on the elemental analysis of a spiked natural water sample. The general conclusions are that there is much room for improvement in the accuracy of this work, that self-proclaimed "experienced" laboratories do not, as a whole, perform better than "less experienced" laboratories, and that many laboratories seriously underestimate the uncertainties of their results.

## **8. Strategy document for the period 1996-2000: discussion of second draft**

The President introduces the second draft of the CCQM strategy document (CCQM/97-15) which he and Dr Quinn had prepared for discussion. Dr King suggests a slight revision to Item 1.1 in Section 1 (Objectives) to indicate that demonstrations of the accuracy of primary methods will gradually be extended not only to more complex compounds, but also to more complex matrices and lower concentrations (i.e., nearer to detection limits). Dr Semerjian questions the listing of freezing-point depression and differential scanning calorimetry as two separate primary methods in Item 5.5 of Section 5 (Actions already taken). It is agreed that Section 6 (Proposed actions for the medium term) be replaced in its entirety by the terms of reference for the newly formed working groups (see Section 2.1 of these minutes).

## **9. BIPM activities**

The President initiates discussion of a possible programme in metrology in chemistry at the BIPM by asking Dr Davis to summarize a report which he had himself prepared in collaboration with Dr Quinn (CCQM/97-13). Dr Davis outlines the advantages and disadvantages of working in two areas, coulometry and isotope dilution mass spectrometry (IDMS). The main advantages of developing a programme in coulometry would be the relatively low equipment costs and the expertise already existing at the BIPM in areas directly or indirectly related to coulometry; the main disadvantage is the perception that this is a mature field, at least in the eyes of academic researchers. The main advantages of developing a programme using IDMS would be its greater versatility (e.g., applicability at major and trace levels) and the high level of current research activity in the field; the main disadvantages are the relatively high capital costs, the lack of current expertise in this field at BIPM, and the limitations imposed by the need to operate with a small number of staff.

In the ensuing discussion, there is a clear divergence of opinion about which is the better course. Firm supporters of the proposal to establish an IDMS capability at the BIPM (Dr Kaarls, Prof. De Bièvre, Dr de Leer, Dr Richter) feel that such a facility could be used for the realization and maintenance of standards, for calibrations required by countries having no national metrology institute, and for research which would complement that going on in national metrology institutes already equipped for IDMS. Among those who prefer that emphasis at the BIPM be put on coulometry, Dr Watters cites its importance in determining the purity of materials used for calibration standards and questions the view that, at the metrological level, this is a mature field. Others (Dr King, Dr Milton, Dr Semerjian) are of the opinion that IDMS activity at the BIPM will be so small that the

BIPM will have difficulty in developing a unique role, with the risk that it may merely duplicate work done by the larger IDMS groups in several national metrology institutes. It is decided to set this issue aside until a more detailed proposal can be prepared.

Dr Marschal is asked to present document CCQM/97-10, which gives his thoughts on future activities of the BIPM.

On behalf of Prof. Grasserbauer, who was unable to attend the final part of the meeting, Prof. De Bièvre states that the IRMM is prepared to support the BIPM in matters of metrology in chemistry, especially with respect to IDMS and amount-of-substance measurements likely to lead to improved measurements of the Avogadro constant.

### **10. Other business**

Prof. De Bièvre goes on to announce that the IRMM will enlarge its programme of activity in isotopic reference materials and spike reference materials for Europe (and beyond) since this is now a widely recognized need. The meeting acknowledges this announcement very favourably.

The President invites Dr Marschal to introduce his discussion paper on titrimetry (CCQM/97-9) (see Section 2.5 of these minutes). Dr King repeats earlier favourable comments on this submission, and recommends the proposals made in it to the working group for inorganic analysis. Dr de Leer indicates that the concepts presented in it may also be useful for organic analysis by titrimetry.

### **11. Date of next meeting**

It is agreed that the next meeting of the CCQM will take place during the week of 16 February (probably on 19-20 February) 1998.

The President thanks the participants for their participation and contributions, and the BIPM staff for their co-operation. He closes the meeting.

February 1997  
revised September 1997

---

**APPENDIX Q 1**

---

**Working documents  
submitted to the CCQM at its 3rd meeting**

(see the list of documents on page Q 17)

---



---

TABLE DES MATIÈRES  
TABLE OF CONTENTS

---

COMITÉ CONSULTATIF  
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE

3<sup>e</sup> session (1997)  
3rd Meeting (1997)

---

	Pages
Liste des sigles utilisés dans le présent volume .....	V
List of acronyms used in the present volume .....	V
Le BIPM et la Convention du Mètre .....	VII
Liste des membres du Comité consultatif pour la quantité de matière .....	IX
Ordre du jour .....	XII
<b>Rapport au Comité international des poids et mesures, par J. McLaren .....</b>	<b>Q 1</b>
1. Ouverture de la session et accueil des participants .....	Q 2
2. Rapports des groupes de travail .....	Q 3
2.1 Comparaisons clés .....	Q 3
2.2 Spectrométrie de masse avec dilution isotopique .....	Q 6
2.3 Coulométrie .....	Q 6
2.4 Gravimétrie .....	Q 7
2.4.1 Analyse gravimétrique .....	Q 7
2.4.2 Analyse statique et dynamique de mélanges de gaz .....	Q 7
2.5 Titrage .....	Q 7
2.6 Détermination de l'abaissement du point de congélation .....	Q 8
2.7 Comparaison internationale sur la mesure de composés organiques .....	Q 8
3. Étude II interlaboratoires du CIPM sur l'analyse de gaz .....	Q 9

---

4. Comparaison internationale de mesures de la teneur en plomb dans l'eau : résultats définitifs .....	Q 10
5. Activités à venir : propositions des groupes de travail .....	Q 11
5.1 Analyse organique .....	Q 11
5.2 Analyse inorganique .....	Q 11
5.3 Analyse de gaz .....	Q 12
6. Le pH, un nouveau sujet soumis à discussion au CCQM .....	Q 12
7. La traçabilité, poursuite de la discussion .....	Q 13
8. Document d'orientation pour la période 1996-2000 : discussion du deuxième projet .....	Q 14
9. Activités au BIPM .....	Q 14
10. Questions diverses .....	Q 15
11. Date de la prochaine session .....	Q 16

**Annexe**

Q 1. Documents de travail présentés à la 3 <sup>e</sup> session du CCQM .....	Q 17
---	------

**English text of the report**

<b>Note on the use of the English text.</b> Note sur l'utilisation du texte anglais .....	Q 21
The BIPM and the Convention du Mètre .....	Q 23
Members of the Comité Consultatif pour la Quantité de Matière .....	Q 25
Agenda .....	Q 28

<b>Report to the Comité International des Poids et Mesures, by J. McLaren</b> .....	Q 29
---	------

1. Opening of the meeting and welcome .....	Q 30
2. Reports of the working groups .....	Q 31
2.1 Key comparisons .....	Q 31
2.2 Isotope dilution with mass spectrometry .....	Q 33
2.3 Coulometry .....	Q 34
2.4 Gravimetry .....	Q 34
2.4.1 Gravimetric analysis .....	Q 34
2.4.2 Static and dynamic analysis of gas mixtures .....	Q 34
2.5 Titrimetry .....	Q 35
2.6 Determination of freezing-point depression .....	Q 35
2.7 International comparison on the measurement of organic compounds .....	Q 36
3. CIPM interlaboratory study II on gas analysis .....	Q 36
4. International comparison of lead in water: final results .....	Q 37

5. Working group proposals for future activities .....	Q 38
5.1 Organic analysis .....	Q 38
5.2 Inorganic analysis .....	Q 38
5.3 Gas analysis .....	Q 39
6. pH, a new subject for discussion by the CCQM .....	Q 39
7. Traceability, further discussion .....	Q 40
8. Strategy document for the period 1996-2000: discussion of second draft .....	Q 41
9. BIPM activities .....	Q 41
10. Other business .....	Q 42
11. Date of next meeting .....	Q 42

**Appendix**

Q 1. Working documents submitted to the CCQM at its 3rd meeting (see page Q 17) ..	Q 43
--	------

---

STEDI

1, BOULEVARD NEY, 75018 PARIS

---

Dépôt légal : Imprimeur, 1997, n° 5511  
ISBN 92-822-2152-0  
ISSN 1025-0034

ACHEVÉ D'IMPRIMER : DÉCEMBRE 1997

Imprimé en France