

Bureau international des poids et mesures

**Comité consultatif
pour la quantité de matière :
métrologie en chimie
(CCQM)**

8^e session (avril 2002)

Note sur l'utilisation du texte anglais (*voir* page 47)

Afin de mieux faire connaître ses travaux, le Comité international des poids et mesures publie une version en anglais de ses rapports.

Le lecteur doit cependant noter que le rapport officiel est toujours celui qui est rédigé en français. C'est le texte français qui fait autorité si une référence est nécessaire ou s'il y a doute sur l'interprétation.

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

Conception graphique :
Monika Jost

Imprimé par : Stedi, Paris
1, boulevard Ney
F-75018 Paris
France

ISSN 1025-0034
ISBN 92-822-2196-2

TABLE DES MATIÈRES

Photographie des participants à la 8^e session du Comité consultatif pour la quantité de matière : métrologie en chimie **2**

États membres de la Convention du Mètre et associés à la Conférence générale **7**

Le BIPM et la Convention du Mètre **9**

Liste des membres du Comité consultatif pour la quantité de matière : métrologie en chimie **13**

Rapport au Comité international des poids et mesures, par M.J.T. Milton **15**

Ordre du jour **16**

- 1 Ouverture de la session ; approbation de l'ordre du jour ; nomination d'un rapporteur **19**
- 2 Compte rendu de la septième session **20**
- 3 Rapports des groupes de travail **20**
 - 3.1 Analyse de surface **20**
 - 3.2 Analyse organique **22**
 - 3.3 Analyse inorganique **24**
 - 3.4 Analyse de gaz **26**
 - 3.5 Analyse électrochimique **28**
 - 3.6 Bioanalyse **29**
 - 3.7 Comparaisons clés **30**
- 4 Mise à jour de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés **30**
 - 4.1 Mise à jour des déclarations de CMCs en chimie **31**
 - 4.2 Critères d'acceptation des matériaux de référence certifiés dans les déclarations de CMCs **32**
 - 4.3 Portée des résultats des comparaisons clés **33**
 - 4.4 Liaison des comparaisons clés des organisations régionales de métrologie aux comparaisons clés du CCQM **33**
 - 4.5 Publication des rapports **33**
 - 4.6 Publicité pour la base de données du BIPM sur les comparaisons clés **33**

5	Participation des laboratoires nationaux de métrologie et des autres laboratoires aux études pilotes et aux comparaisons clés	34
6	Importance de l'examen par les pairs et de l'accréditation	34
7	Couverture des coûts induits par les comparaisons bilatérales subséquentes aux comparaisons clés	35
8	Critères pour la désignation des laboratoires responsables des déclarations de CMCs en chimie	35
9	Traçabilité en médecine de laboratoire	36
10	Le programme du BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie	36
	10.1 Le protocole d'accord entre le CIPM et l'Organisation météorologique mondiale	36
	10.2 Activités récentes dans la section de chimie	36
	10.3 Activités à venir	37
11	Conclusions de l'atelier sur la traçabilité	38
12	Questions diverses ; date de la prochaine session	38
Annexe Q 1. Documents de travail présentés à la 8^e session du CCQM		39
Liste des sigles utilisés dans le présent volume		41

**ÉTATS MEMBRES DE LA CONVENTION DU MÈTRE
ET ASSOCIÉS À LA CONFÉRENCE GÉNÉRALE**

au 18 avril 2002

États membres de la Convention du Mètre

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

Associés à la Conférence générale

Cuba	Lettonie
Équateur	Lituanie
Hong Kong, Chine	Malte

LE BIPM ET LA CONVENTION DU MÈTRE

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

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

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

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

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

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

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

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

Limitées à l'origine aux mesures de longueur et de masse et aux études métrologiques en relation avec ces grandeurs, les activités du Bureau international ont été étendues aux étalons de mesure électriques (1927), photométriques et radiométriques (1937), des rayonnements ionisants (1960), aux échelles de temps (1988) et à la chimie (2000). 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, en 1988 pour la bibliothèque et des bureaux, et en 2001 a été inauguré un bâtiment pour l'atelier, des bureaux et des salles de réunion.

Environ quarante-cinq physiciens et techniciens travaillent dans les laboratoires du Bureau international. Ils y font principalement des recherches métrologiques, des comparaisons internationales des réalisations des unités et des vérifications d'étalons. Ces travaux font l'objet d'un rapport annuel détaillé qui est publié dans le *Rapport du directeur sur l'activité et la gestion du Bureau international des poids et mesures*.

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

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

représentant du Bureau international (Critères pour être membre des Comités consultatifs, *BIPM Proc.-verb. Com. int. poids et mesures*, 1996, **64**, 6). Ces Comités sont actuellement au nombre de dix :

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

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

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

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

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

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

Les travaux du Bureau international font l'objet de publications dans des journaux scientifiques ; une liste en est donnée chaque année dans le *Rapport du directeur sur l'activité et la gestion du Bureau international des poids et mesures*.

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

**LISTE DES MEMBRES
DU COMITÉ CONSULTATIF
POUR LA QUANTITÉ DE MATIÈRE :
métrologie en chimie**

au 18 avril 2002

Président

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

Secrétaire exécutif

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

Membres

Agence internationale de l'énergie atomique [AIEA].

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

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

Danish Institute of Fundamental Metrology [DFM], Lyngby.

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

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

Institut des matériaux et mesures de référence [IRMM].

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

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

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

National Measurement Laboratory CSIRO [NML CSIRO], Lindfield/
National Analytical Reference Laboratory – Australian Government
Analytical Laboratories [NARL-AGAL], Pymble.

National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced
Industrial Science and Technology [NMIJ/AIST], Tsukuba.

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

NMi Van Swinden Laboratorium, Nederlands Meetinstituut [NMi VSL], Delft.

Office fédéral de métrologie et d'accréditation [METAS], Wabern/Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research [EMPA], Saint-Gall.

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

Physikalisch-Technische Bundesanstalt [PTB], Braunschweig/Bundesanstalt für Material-forschung und –prüfung [BAM], Berlin.

Slovak Institute of Metrology/Slovenský Metrologický Ústav [SMU], Bratislava.

Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut [SP], Borås.

Union internationale de chimie pure et appliquée [UICPA].

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

Observateurs

Centro Español de Metrología [CEM], Madrid.

Centro Nacional de Metrología [CENAM], Mexico.

CSIR – National Measurement Laboratory [CSIR-NML], Pretoria.

Istituto di Metrologia G. Colonnetti, Consiglio Nazionale delle Ricerche [IMGC-CNR], Turin.

National Metrology Institute of Turkey/Ulusal Metroloji Enstitüsü [UME], Gebze-Kocaeli.

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

Office central des mesures/Główny Urząd Miar [GUM], Varsovie.

Országos Mérésügyi Hivatal [OMH], Budapest.

Standards, Productivity and Innovation Board [SPRING], Singapour.

**Comité consultatif
pour la quantité de matière :
métrologie en chimie**

Rapport de la 8^e session

(18–19 avril 2002)

Ordre du jour

- 1 Ouverture de la session ; approbation de l'ordre du jour ; nomination d'un rapporteur.
- 2 Compte rendu de la septième session.
- 3 Rapports des groupes de travail :
 - 3.1 Analyse de surface ;
 - 3.2 Analyse organique ;
 - 3.3 Analyse inorganique ;
 - 3.4 Analyse de gaz ;
 - 3.5 Analyse électrochimique ;
 - 3.6 Bioanalyse ;
 - 3.7 Comparaisons clés.
- 4 Mise à jour de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés :
 - 4.1 Mise à jour des déclarations de CMCs en chimie ;
 - 4.2 Critères d'acceptation des matériaux de référence certifiés dans les déclarations de CMCs ;
 - 4.3 Portée des résultats des comparaisons clés ;
 - 4.4 Liaison des comparaisons clés des organisations régionales de métrologie aux comparaisons clés du CCQM ;
 - 4.5 Publication des rapports ;
 - 4.6 Publicité pour la base de données du BIPM sur les comparaisons clés.
- 5 Participation des laboratoires nationaux de métrologie et des autres laboratoires aux études pilotes et aux comparaisons clés.
- 6 Importance de l'examen par les pairs et de l'accréditation.
- 7 Couverture des coûts induits par les comparaisons bilatérales subséquentes aux comparaisons clés.
- 8 Critères pour la désignation des laboratoires responsables des déclarations de CMCs en chimie.
- 9 Traçabilité en médecine de laboratoire.

- 10 Le programme du BIPM dans le domaine de la métrologie en chimie :
 - 10.1 Le protocole d'accord entre le CIPM et l'Organisation météorologique mondiale ;
 - 10.2 Activités récentes dans la section de chimie ;
 - 10.3 Activités à venir.
- 11 Conclusions de l'atelier sur la traçabilité.
- 12 Questions diverses ; date de la prochaine session.

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

Le Comité consultatif pour la quantité de matière : métrologie en chimie (CCQM) a tenu sa huitième session au Bureau international des poids et mesures (BIPM), à Sèvres, les 18 et 19 avril 2002.

Étaient présents : L. Besley (NML CSIRO), T. Catterick (LGC), P. Charlet (BNM-LNE), P. De Bièvre (IRMM/ISO-REMCO), E.W.B. de Leer (NMI VSL), R. Dybkaer (IFCC), H. Ent (NMI VSL), A. Fajgelj (AIEA), G.L. Gilliland (NIST), B. Güttler (PTB), H.-P. Haerri (METAS), S. Hart (NARL-AGAL), W. Hässelbarth (BAM), R. Kaarls (Président du CCQM), M. Kurahashi (NNIJ/AIST), Y. Kustikov (VNIIM), Yunqiao Li (NIM), L. Mackay (NARL-AGAL), B. Magnusson (SP), A. Marschal (BNM-LNE), W.E. May (NIST), J. McLaren (NRC), B. Milman (VNIIM), M.J.T. Milton (NPL), K. Okamoto (NMIJ/AIST), H. Parkes (LGC), J.C. Petersen (DFM), T.J. Quinn (directeur du BIPM), W. Richter (PTB), M. Sargent (LGC), M. Seah (NPL), H.G. Semerjian (NIST), Hun-Young So (KRISS), R. Sturgeon (NRC), P. Taylor (IRMM/IUPAC), Jianping Wang (NRCCRM), M. Weber (EMPA), P. Woods (NPL), Fangdi Wu (NRCCRM), Yadong Yu (NRCCRM), A. Zschunke (BAM).

Observateurs: I. Akdag (UME), M. del Rocio Arvizu-Torres (CENAM), E. Castro Galván (CENAM), E. Deák (OMH), W. Kozłowski (GUM), K. Lal (NPLI), Sihai Li (SPRING Singapore), M.T. López Esteban (CEM), W. Louw (CSIR-NML), M. Máriássy (SMU), Y. Mitani (CENAM), M. Sega (IMGC-CNR).

Invités : V.M.L. Ponçano (IPT), A. Squirrell (CITAC), M.C. Walsh (SL).

Assistaient aussi à la session : P. Giacomo (directeur honoraire du BIPM) ; A.J. Wallard (sous-directeur du BIPM) ; M. Esler, J. Viallon, C. Thomas, R. Wielgosz (BIPM).

Excusé : M. Grasserbauer (IRMM).

Absent : NIM.

M. Quinn souhaite la bienvenue au BIPM aux participants du CCQM. Il souligne que c'est la première réunion au BIPM dont les documents de travail sont disponibles sous forme électronique.

L'ordre du jour est approuvé sans changement.

Le président exprime ses remerciements à M. Milton pour avoir préparé le rapport de la septième session. Il propose que M. Milton soit nommé rapporteur de cette session, avec l'aide de M. Wielgosz. Cette proposition est acceptée.

2 COMPTE RENDU DE LA SEPTIÈME SESSION

Le compte rendu de la septième session est approuvé.

3 RAPPORTS DES GROUPES DE TRAVAIL

3.1 Analyse de surface

M. Seah présente son rapport sur les activités du Groupe de travail sur l'analyse de surface (CCQM/02-10). Une étude pilote (CCQM-P38) a été approuvée lors de la septième session du CCQM. Trente-quatre groupes appartenant à vingt-sept laboratoires de treize pays différents y participent. Onze techniques différentes devraient être utilisées, certaines d'entre elles très précises (comme l'ellipsométrie), et d'autres assurant la traçabilité au Système international d'unités (SI) (comme la microscopie électronique). Pour un grand nombre de méthodes, la traçabilité est assurée en mesurant la maille du réseau du silicium au moyen d'un microscope électronique en transmission. Les autres méthodes peuvent assurer la traçabilité par comparaison à la méthode du microscope électronique en transmission. L'organisation de cette étude pilote sous les auspices du CCQM est une occasion unique de coordonner cette activité au niveau international.

Préparer des échantillons convenables, non-contaminés, pour l'étude pilote est un problème sérieux. Le NPL a mis au point des méthodes de nettoyage qui ne laissent que 0,13 nm de matière carbonée à la surface. Les échantillons seront envoyés dans des conteneurs en matière plastique fluorée, de formes

choisies de manière à convenir aux différentes chambres de mesure. Le NPL a mesuré l'uniformité des échantillons par ellipsométrie et a choisi des surfaces uniformes à 1 % près. Les mesures par ellipsométrie ont été validées par spectroscopie de photoélectrons X, les écarts n'excédant pas 0,13 nm (ce qui correspond environ au tiers d'une couche atomique).

L'exactitude de cette étude devrait être au moins supérieure d'un facteur vingt à l'état de l'art actuel, décrit dans deux publications récentes. L'étude pilote devrait fournir des résultats permettant d'améliorer la traçabilité des méthodes employées. Certains participants ont déjà demandé à garder les échantillons pour assurer la traçabilité de leurs mesures à l'avenir. Il est proposé d'organiser une comparaison clé quand l'étude pilote sera terminée.

Le travail proposé par le groupe intéresse un grand nombre de domaines de l'industrie et en particulier les applications émergentes en nanotechnologie. Un inventaire des équipements des laboratoires nationaux de métrologie utilisés pour l'analyse de micro et nano-surface a été préparé.

Les missions préliminaires du Groupe de travail sur l'analyse de surface sont les suivantes :

- mettre au point des études pilotes et effectuer des comparaisons clés d'étalons nationaux de mesure pour l'analyse de surface et pour la micro-et nano-analyse ;
- aider à identifier et à établir des activités inter-laboratoires pour améliorer la traçabilité de l'analyse de surface et de la micro et nano-analyse ;
- établir et mettre à jour un programme de travail pour approbation par le CCQM ;
- discuter et examiner le domaine d'activités du groupe de travail et établir la liaison avec d'autres groupes de travail liés à la nanotechnologie.

Les laboratoires nationaux de métrologie pris individuellement n'ont souvent pas les moyens d'assurer la traçabilité des mesures d'analyse de surface ; il est donc nécessaire de coordonner ces activités. Des propositions de travaux futurs sont présentées dans le document CCQM/02-10. Mentionnons des mesures de distribution de dopant dans le silicium, d'éléments légers dans les métaux, de la composition de revêtements durs, et de couches superficielles des polymères.

M. Semerjian est satisfait de ce rapport et souligne qu'il est important que le groupe mette l'accent sur les mesures absolues, pour lesquelles la traçabilité est nécessaire. M. Besley dit que le NML CSIRO participe à cette étude pour étayer ses aptitudes à mesurer la couche d'oxyde sur les artefacts en silicium utilisés dans le projet sur la constante d'Avogadro.

Le président approuve la proposition d'effectuer une comparaison clé, mais souligne qu'en principe seuls les laboratoires nationaux de métrologie et les laboratoires désignés pourront y participer. Il présente tous ses vœux de succès au groupe pour l'étude pilote et suggère de présenter cette proposition de comparaison clé à la prochaine session du CCQM.

3.2 Analyse organique

M. May présente son rapport sur les activités du Groupe de travail sur l'analyse organique, qui s'est réuni deux fois depuis la précédente session du CCQM.

Les résultats de deux comparaisons clés (CCQM-K5 et -K6) ont été publiés dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés.

Les résultats de la comparaison clé CCQM-K21 (pp'-DDT dans de l'huile de poisson) sont présentés sous forme de projet B de rapport. La valeur de référence de la comparaison clé est fondée sur la moyenne des résultats, son incertitude est donnée par l'écart-type de la moyenne. Le CCQM décide, qu'après circulation et approbation du rapport final par les présidents des groupes de travail, les résultats de la comparaison seront publiés dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés. La comparaison clé CCQM-K21 est la dernière d'une série de comparaisons clés ayant servi de cadre pour vérifier les aptitudes des laboratoires participants à mesurer des pesticides chlorés dans des échantillons de lipides dans le domaine compris entre 70 ng/g et 6000 ng/g. Le groupe de travail n'envisage pas d'organiser d'autres comparaisons clés de pesticides chlorés dans des matrices lipides.

Trois comparaisons de mesures de marqueurs servant au diagnostic sont présentées sous forme de projet A : CCQM-K11, -K12 et une comparaison subséquente à la comparaison CCQM-K6. Ces comparaisons clés et les études pilotes préliminaires peuvent servir à évaluer les aptitudes de mesure des laboratoires nationaux de métrologie participants pour d'autres substances organiques bien définies à analyser dans le sérum.

Trois laboratoires ont participé à la comparaison CCQM-K11 (glucose dans le sérum) et ont obtenu un bon niveau d'équivalence pour un échantillon typique de niveau naturel, mais un niveau d'équivalence moins bon pour un échantillon renforcé. Il est proposé que ces derniers résultats soient publiés dans le rapport de la comparaison, mais pas dans la base de données sur les comparaisons clés et ne servent pas à établir des degrés d'équivalence.

Les résultats de la comparaison clé CCQM-K12 (créatinine dans le sérum) sont présentés. Elle a été précédée d'une étude pilote (CCQM-P8) et est

fondée sur des échantillons utilisés pour la comparaison IMEP-17. (Le KRISS a proposé de retirer ses résultats relatifs au matériau 1, puisqu'ils ont déjà été divulgués comme résultats de l'étude IMEP-17. Le groupe de travail pense aussi que ce n'est pas nécessaire.)

Une proposition est faite de lier les résultats de la comparaison subséquente à CCQM-K6 à la comparaison principale, à laquelle avaient participé le NARL, le NIST et le VNIIM.

Les résultats provisoires de la comparaison CCQM-K25 (polychlorobiphényle, PCB, dans les sédiments) sont présentés. Cinq congénères de PCB présents dans l'échantillon ont été mesurés par spectrométrie de masse avec dilution isotopique par chromatographie en phase gazeuse (IDGC/MS). Les neuf participants ont été capables de présenter des résultats pour quatre des congénères, mais deux participants n'ont pas été capables de présenter des résultats pour le PCB 28. Le groupe de travail recommande, lorsque les laboratoires ont présenté des résultats faussés par des co-éluants, de ne pas les utiliser pour les déclarations d'équivalence publiées dans la base de données, même s'ils figurent dans le rapport final de la comparaison clé. Le groupe de travail poursuivra la discussion pour s'assurer que les incertitudes ont été estimées de manière comparable.

Les résultats des études pilotes suivantes sont présentés :

- CCQM-P18 (étain tributylque dans les sédiments).
- CCQM-P20.a (chlorure d'étain tributylque) au moyen d'échantillons fournis par le LGC.
- CCQM-P20.b (o-xylène) organisée par le NIST. Cette étude comprendra aussi des participants du Groupe de travail sur l'analyse de gaz.
- CCQM-P20.c (atrazine, diuron ou tétracycline) au moyen d'échantillons du NARL, qui sera le laboratoire pilote.
- CCQM-P27 (LSD dans l'urine), à laquelle trois laboratoires ont participé. Il est proposé d'effectuer une comparaison d'autres stupéfiants d'importance légale dans l'urine (CCQM-P27.1).
- CCQM-P35 (éthanol dans une matrice aqueuse). Il est proposé d'effectuer une comparaison clé portant sur deux concentrations d'éthanol dans l'eau (CCQM-K27.a) et une comparaison d'éthanol dans du vin stabilisé (CCQM-K27.b).

Il est proposé d'effectuer une étude pilote de polluants organiques dans des tissus de poisson ou musculaires. Le NIST sera le laboratoire pilote de l'étude sur des polluants organiques dans des tissus (CCQM-P40). Parmi les

analyses discutées, mais qui ne sont proposées pour faire l'objet d'études pilotes, mentionnons : la contamination des sols par les dérivés du pétrole ; les hormones de croissance dans la viande ; l'humidité dans l'huile ; et les toxines dans l'alimentation.

Le Groupe de travail sur l'analyse organique a aussi discuté du rôle éventuel du BIPM dans ce domaine.

Le président remercie M. May pour son rapport.

3.3 Analyse inorganique

M. Sargent présente le rapport d'activités du Groupe de travail sur l'analyse inorganique, qui s'est réuni deux fois depuis la précédente session du CCQM.

Les résultats et le rapport final de la comparaison CCQM-K8 (solutions étalons élémentaires) ont été publiés dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés. La comparaison clé CCQM-K13 (plomb et cadmium dans les sédiments) est terminée, et il est décidé de procéder à sa publication dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés après circulation et approbation du rapport par les présidents des groupes de travail du CCQM. La comparaison clé CCQM-K24 (cadmium dans le riz) est en cours. Un des participants (EMPA) de l'étude pilote CCQM-P29 (cadmium et zinc dans le riz) est autorisé à soumettre ses résultats pour le cadmium dans le cadre de la comparaison CCQM-K24.

M. Sargent présente les résultats de cinq études pilotes, qui seront suivies de comparaisons clés :

- CCQM-P11 (arsenic dans le poisson), dont le NIST est le laboratoire pilote (elle sera suivie de la comparaison clé CCQM-K31). L'accord entre les résultats de dix des participants est satisfaisant. Les résultats du onzième participant s'écartent de manière significative de la valeur de référence, mais un problème a été identifié et corrigé.
- CCQM-P12 (plomb dans le vin), dont l'IRMM est le laboratoire pilote (elle sera suivie de la comparaison clé CCQM-K30). L'accord entre les résultats de quinze des participants est satisfaisant.
- CCQM-P14 (calcium dans le sérum), dont l'IRMM est le laboratoire pilote (elle sera suivie de la comparaison clé CCQM-K14). L'accord entre les résultats des neuf participants est satisfaisant, dans la limite des incertitudes estimées.

- CCQM-P18 (tributyltin dans les sédiments), dont le NRC et le LGC sont les laboratoires pilotes (elle sera suivie de la comparaison clé CCQM-K28). L'accord entre les résultats des participants est très satisfaisant.
- CCQM-P32 (chlorure et phosphate en solution), dont l'EMPA est le laboratoire pilote (elle sera suivie de la comparaison clé CCQM-K29). Les résultats des onze participants sont en accord à mieux que 0,5 % près.

Six autres études pilotes sont en cours à l'époque de la réunion, et quatre autres sont en préparation. De nouvelles études pilotes sont proposées :

- CCQM-P26.1, soufre dans les combustibles (faisant suite à l'étude pilote CCQM-P26).
- CCQM-P12.1, éléments (y compris le cuivre) dans le vin (fondée sur un échantillon déjà utilisé pour la comparaison clé de plomb dans le vin), dont l'IRMM est le laboratoire pilote.
- CCQM-P43, étain dibutylrique dans un sédiment.
- Le NIST propose de faire suivre la comparaison clé CCQM-K8 par une étude pilote (CCQM-P46) dans laquelle il serait demandé aux participants de préparer et certifier des solutions d'étalonnage et de les soumettre au laboratoire pilote. Cette étude utilisera certains éléments mesurés dans la comparaison CCQM-K8 et d'autres plus difficiles à analyser.
- L'IRMM propose de mesurer le taux d'isotopes d'uranium dans des matrices échantillons de sel synthétique. Cette étude (CCQM-P48) pourrait inclure un grand nombre de participants qui ne sont pas des laboratoires nationaux de métrologie. Cette proposition serait utile à l'AIEA et reflète la tendance à effectuer de telles mesures aux niveaux de concentration rencontrés dans l'environnement.
- L'IRMM propose de mesurer un certain nombre d'éléments, y compris le mercure dans le thon (CCQM-P39), afin d'étendre l'étude pilote CCQM-P11 à d'autres éléments et à des espèces organo-métalliques.

Il s'est avéré difficile pour le Groupe de travail sur l'analyse inorganique d'identifier les laboratoires qui pourraient servir de laboratoires pilotes dans les domaines concernés par les déclarations d'aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages (CMCs).

Le président remercie M. Sargent pour son rapport.

3.4 Analyse de gaz

M. de Leer présente son rapport sur les activités du Groupe de travail sur l'analyse de gaz, qui s'est réuni deux fois depuis la précédente session du CCQM.

Le rapport final, approuvé, de la comparaison clé CCQM-K7 (benzène, toluène, xylène dans l'air) est présenté. Comme discuté précédemment au sein du groupe de travail, il a été nécessaire d'effectuer une comparaison bilatérale complémentaire avec l'un des participants, le premier étalon ayant été perdu lors du transport. La valeur de référence de la comparaison clé est fondée sur la valeur gravimétrique des étalons utilisés pour la comparaison. Il a été difficile de calculer le degré d'équivalence pour l'un des participants, car il a soumis ses résultats avec une incertitude étendue d'un facteur trois (au lieu de deux habituellement).

Le rapport final de la comparaison clé CCQM-K10 (benzène, toluène et o-xylène dans l'air) est présenté et approuvé. Cette comparaison clé comprend les mêmes participants que la comparaison clé CCQM-K7 ; elle est fondée sur un échantillon de concentration dix fois moindre.

Le rapport final de la comparaison clé EUROMET.QM-K4 est présenté. Les résultats sont extrêmement bons, et donnent des degrés d'équivalence comparables à ceux de la comparaison clé CCQM-K4. Après discussion, il est décidé que l'incertitude rapportée par le CSIR-NML pourrait être corrigée pour éliminer une erreur de calcul. Trois laboratoires ont participé aux deux comparaisons. Les valeurs de référence des deux comparaisons étant fondées sur la valeur gravimétrique des étalons, il est décidé qu'il n'est pas nécessaire de corriger les degrés d'équivalence obtenus dans la comparaison de l'EUROMET. Les résultats de deux laboratoires (le BNM-LNE et le NPL) sont utilisés pour confirmer que la valeur de référence était raisonnable dans les deux cas. Le troisième laboratoire (le VNIIM) a considérablement amélioré ses performances entre les deux comparaisons. Le rapport est approuvé pour publication dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés.

De plus, le travail technique de la comparaison clé APMP.QM-K3 est achevé, mais le rapport final n'est pas encore disponible au moment de la réunion. Au cours de la comparaison, le KRIS et le NMIJ ont observé que la teneur en éthanol dans l'air diminue quand le gaz se dilate dans un cylindre vide. D'autres études faites au NMI et au NPL ont permis de mesurer cet effet : il est inférieur à 0,1 % de la valeur, ce qui est considéré comme insignifiant.

Les résultats de la comparaison clé CCQM-K16 (gaz naturel à dix composants) sont présentés. Elle compte huit participants et utilise des étalons à deux concentrations différentes préparés indépendamment par le BAM et le NMI. Au moment de la réunion, le rapport de la comparaison en était au stade du projet A ; le projet B de rapport est en préparation.

Le Groupe de travail sur l'analyse de gaz a aussi effectué une étude sur certains aspects de la méthodologie utilisée par les laboratoires nationaux de métrologie pour préparer des étalons de gaz (CCQM-P23). Il désirait étudier si les valeurs gravimétriques utilisées pour les étalons primaires de gaz sont aussi fiables que l'indique leur incertitude déclarée. L'étude demandait à chaque participant de soumettre un étalon de monoxyde de carbone dans l'azote au laboratoire pilote (NMI) pour analyse. La sensibilité de l'analyseur infrarouge non diffuseur (NDIR) employé par le laboratoire pilote pour mesurer la composition isotopique du monoxyde de carbone utilisé dans les étalons a révélé que dans certains cas la composition isotopique du monoxyde de carbone du commerce pouvait être appauvrie. Des études ultérieures faites au KRIS et au NIST l'ont confirmé. Il est aussi possible que cela ait eu un effet sur les résultats des comparaisons clés CCQM-K1.a et -K3, qui analysaient toutes deux la teneur en monoxyde de carbone.

Un protocole est en préparation pour une étude pilote de gaz à effet de serre (dioxyde de carbone et méthane dans l'air), d'abord approuvée comme comparaison clé sous la dénomination CCQM-K14 puis renommée CCQM-P41. Les nombreuses questions soulevées par le groupe de travail, y compris l'influence éventuelle de l'argon sur le mélange, ont conduit à penser qu'il serait prudent d'effectuer une étude pilote avant d'effectuer une comparaison clé pour ces substances.

Une analyse des CMCs approuvés pour l'analyse de gaz a montré qu'au moins neuf mélanges de gaz n'ont pas fait l'objet de comparaisons clés du CCQM. Le Groupe de travail sur l'analyse de gaz propose d'effectuer les comparaisons suivantes :

- concentration de H₂S (CCQM-P42), NH₃ et HCl aux niveaux d'émission ;
- espèces odorantes (comme la molécule OCS et le H₂S dans le méthane) ;
- analyse de pureté de gaz (CCQM-P45) ;
- analyse de pureté d'espèces organiques (y compris l'étude pilote CCQM-P20.b (o-xylène)) en collaboration avec le Groupe de travail sur l'analyse organique.

De plus, deux comparaisons proposées à l'origine au niveau régional seront effectuées sous les auspices du CCQM. Le KRISS organisera une comparaison de chlorofluorocarbures et de fluorure de soufre aux niveaux d'émission (CCQM-K15), et le NPL une comparaison de monoxyde d'azote et de dioxyde de soufre aux niveaux ambiants (CCQM-K26.a et -K26.b respectivement).

Le président remercie M. de Leer pour son rapport, et note qu'il est particulièrement heureux qu'un représentant de l'organisation météorologique mondiale (OMM) ait assisté à la réunion et ait présenté un excellent exposé sur les activités de l'OMM dans ce domaine.

3.5 Analyse électrochimique

Le président remercie M. Richter d'avoir assuré la présidence du Groupe de travail sur l'analyse électrochimique. Le président a demandé à M. Máriássy du SMU de présider le groupe de travail après le départ à la retraite de M. Richter de la PTB. M. Máriássy présente un rapport sur les activités du groupe, qui s'est réuni deux fois depuis la dernière session du CCQM et a aussi tenu des réunions communes avec le Groupe de travail sur l'analyse inorganique.

Une comparaison bilatérale subséquente à la comparaison clé CCQM-K9 a été effectuée entre la PTB et le SMU, pour relier le nouveau résultat du SMU à ceux de CCQM-K9. M. Semerjian demande comment a été établie la liaison entre la comparaison bilatérale et la comparaison clé. M. Máriássy explique que la PTB a servi de laboratoire de liaison. La comparaison bilatérale subséquente s'est révélée nécessaire à cause d'une erreur de calcul découverte par le SMU. Le CCQM a approuvé l'adjonction du résultat de la comparaison bilatérale dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés. M. Quinn explique qu'il n'aurait pas été obligatoire d'effectuer une comparaison bilatérale subséquente s'il avait été demandé au CCQM s'il acceptait que le SMU corrige son erreur. M. May dit qu'il est important que les groupes de travail abordent tous cette question de la même manière. Le Groupe de travail sur les comparaisons clés doit s'efforcer d'assurer une approche uniforme.

Les résultats de la comparaison CCQM-K17 (tampon de phtalate) sont présentés à la réunion dans le projet A de rapport. La valeur de référence de la comparaison clé a été calculée en utilisant la moyenne pondérée des résultats soumis.

Une étude pilote (CCQM-P22), organisée par le DFM, de mesures primaires et secondaires de conductivité, a été effectuée. Des solutions ont été utilisées à deux valeurs de conductivité, dont l'une proche de la valeur spécifiée par l'OIML. L'accord entre les participants est meilleur au niveau le plus élevé (0,28 S/m) qu'au niveau le plus bas (0,1 S/m). Le laboratoire pilote a distribué des doubles des échantillons à certains participants qui les ont ensuite retournés pour mesurer les changements intervenus pendant le transport. Une autre étude pilote (CCQM-P47) d'étalons de conductivité de faible niveau est proposée. L'étude sur la pureté de solutions d'acide chlorhydrique (CCQM-P19.1) est encore en cours.

Une étude pilote (CCQM-P37) en cours étudie les éventuelles sources d'incertitude non identifiées dans la mise en œuvre de la méthode primaire fondée sur une cellule de Harned. D'autres comparaisons clés de tampons de carbonate (CCQM-K18), de borate (CCQM-K19) et de tétraxalate (CCQM-K20) sont prévues.

Le président remercie M. Máriássy pour son rapport.

3.6 Bioanalyse

M. Gilliland et Mme Parkes présentent les rapports (CCQM/02-06 et -07) sur les activités du Groupe de travail sur la bioanalyse, qui s'est réuni deux fois depuis la précédente session du CCQM. Il est décidé que le groupe de travail adoptera le nom de « Bioanalyse » par cohérence avec les autres groupes de travail.

Des représentants de dix-huit laboratoires nationaux de métrologie ont participé à la dernière réunion. Une proposition d'étude pilote a été faite par le LGC et le NIST (étude CCQM-P44 décrite dans le document CCQM/02-08) sur la mesure de l'ADN. Il sera nécessaire de disposer d'échantillons d'ADN plasmidiques pour effectuer des mesures par la technique d'amplification en chaîne par polymérase « Q-PCR ». Cette technique permet de mesurer le rapport entre un gène inséré génétiquement modifié et un gène « domestique ». Elle est utilisée pour la détection d'agents pathogènes dans les aliments et de cryptosporidiums dans l'eau. Elle est aussi utilisée pour des études de génétique et des mesures de charge virale. Le gène inséré ne ressemble à aucun gène connu pour éviter toute contamination éventuelle. La méthode comprend l'amplification de la séquence en chaîne de polymérase à un niveau permettant de peser directement le produit. On espère disposer d'un protocole en septembre 2002. Le matériau de référence pourrait être

utilisé dans une série d'études qui contribueraient progressivement à déterminer les composantes du bilan d'incertitude.

Le groupe envisage d'établir une liaison avec d'autres organisations, y compris l'Organisation mondiale de la santé, le Codex Alimentaris et l'IFCC. D'autres idées ont été exprimées par les membres du groupe de travail. M. Resch-Genger du BAM a proposé d'effectuer une étude pilote dans le domaine de la fluorescence, une composante importante de nombreuses méthodes utilisées en biologie, mais qui n'a pas été étudiée de manière rigoureuse d'un point de vue métrologique. Ceci suppose de collaborer avec des experts en radiométrie des laboratoires nationaux de métrologie et avec le CCPR. M. Bailey du NPL a proposé une étude pilote dans le domaine des mesures rapides de protéines par dichroïsme circulaire et par spectroscopie dans l'ultraviolet et dans le visible. Des sous-groupes de travail seront établis pour effectuer un suivi de ces deux propositions.

Le groupe de travail a aussi commencé à discuter des domaines d'utilisation des unités SI en bioanalyse. Certains exemples appropriés ont été identifiés.

Il est proposé d'organiser un atelier de réflexion à l'IRMM en novembre 2002. L'objectif est de discuter d'une approche rationnelle au développement d'une infrastructure de mesures en bioanalyse. Trois thèmes seraient abordés : les gènes, les protéines et les cellules.

Le président remercie M. Gilliland et Mme Parkes pour leur rapport.

3.7 Comparaisons clés

M. Semerjian présente un résumé (CCQM/02-23) sur l'état d'avancement de toutes les comparaisons clés et des études pilotes du CCQM.

4 MISE À JOUR DE LA BASE DE DONNÉES DU BIPM SUR LES COMPARAISONS CLÉS

Mme Thomas fait une démonstration de l'utilisation de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés (KCDB) maintenue par le BIPM. Un grand nombre de CMCs sont publiés dans le domaine de la quantité de matière. Elle montre aussi comment les résultats d'une comparaison bilatérale subséquente peuvent être présentés avec ceux de la comparaison clé correspondante.

4.1 Mise à jour des déclarations de CMCs en chimie

M. May présente un rapport (CCQM/02-05) sur les deux réunions au sujet de l'examen inter-régional des déclarations de CMCs. Ces réunions comprenaient des représentants de l'APMP, de COOMET, de l'EUROMET, de SADCMET, du SIM, et du BIPM. L'accord sur les CMCs s'est fait en trois étapes : 821 CMCs relatifs aux gaz ont d'abord été approuvés puis publiés dans la base de données en mai 2001. Dans une deuxième étape, 1432 CMCs relatifs à d'autres domaines ont été approuvés et publiés en mars 2002. La dernière étape concernant 750 CMCs relatifs à des alliages de métaux, des matériaux de haute technologie et des combustibles était en cours au moment de la réunion du CCQM. Il a été décidé que les CMCs en spectroscopie moléculaire seraient examinés par le CCPR et présentés selon le format habituel pour être publiés dans la section de chimie de la base de données. Le nouveau Groupe de travail *ad hoc* du CIPM sur la viscosité sera chargé de l'examen des CMCs en viscosité.

À l'avenir, les CMCs en chimie ne seront examinés qu'à la réunion de revue inter-régionale chaque année. Il est envisagé que la présidence du groupe pour l'examen inter-régional sera attribuée à tour de rôle à chacune des organisations régionales de métrologie. Il est aussi proposé que les groupes de travail du CCQM jouent un rôle dans l'examen des CMCs pour assurer un examen scientifique et technique plus exhaustif.

Plusieurs membres du CCQM disent que les organisations régionales de métrologie devraient jouer un rôle moteur dans l'examen des CMCs ; le système ne devrait pas être trop redondant, puisque les mêmes personnes sont impliquées dans plusieurs de ces groupes.

Des représentants de chacune des organisations régionales de métrologie expriment leur point de vue. Mme Mackay dit qu'elle a organisé, au sein de l'APMP, un examen de tous les CMCs reçus des autres régions. Il a été particulièrement difficile de faire face à la grande variété d'activités soumises à accréditation dans les différents laboratoires nationaux de métrologie. M. Kustikov dit que COOMET a trouvé l'examen inter-régional très utile. Mme Deák dit que, au contraire de l'APMP, l'EUROMET a examiné seulement 10 % des CMCs qu'elle a reçus des autres régions. M. Mitani dit que le SIM a trouvé l'examen inter-régional utile pour établir la confiance. M. Louw de SADCMET dit que seule l'Afrique du Sud a des CMCs dans cette région, il a donc été demandé à l'APMP d'aider à cet examen et M. Louw remercie l'APMP de son aide.

Pour résumer la discussion, le président dit que les groupes de travail du CCQM devraient être impliqués dans cet exercice, mais qu'ils doivent éviter d'être surchargés de travail aux dépens de leurs activités principales. Il demande à tous ceux qui sont impliqués dans cette procédure de rédiger des directives sur la procédure à suivre. Les organisations régionales de métrologie doivent continuer à assumer la responsabilité principale et s'assurer que la procédure se déroule efficacement. Il devrait aussi exister une procédure de ré-examen des déclarations d'aptitude. Il demande s'il devrait y avoir une liaison plus étroite entre le comité d'examen inter-régional et le Groupe de travail du CCQM sur les comparaisons clés.

M. Quinn rappelle au CCQM que lorsque l'Arrangement de reconnaissance mutuelle a été approuvé, il avait été envisagé de séparer les procédures de publication de l'annexe B et de l'annexe C. Il s'avère maintenant utile d'établir des liens entre les deux.

4.2 Critères d'acceptation des matériaux de référence certifiés pour les déclarations de CMCs

M. Taylor présente un document (CCQM/02-13) qu'il a écrit en collaboration avec le BAM, l'IRMM et le LGC. Il décrit le rôle de l'ISO-REMCO dans l'établissement de directives internationales du type des Guides 34 et 35 de l'ISO, destinées aux producteurs de matériaux de référence certifiés. Il faut toutefois signaler qu'aucun de ces documents ne fait référence à l'Arrangement de reconnaissance mutuelle du CIPM. Il propose de former un groupe de travail *ad hoc* pour établir des liens plus étroits avec l'ISO-REMCO et définir les critères utilisés par le CCQM pour inclure les matériaux de référence certifiés dans l'annexe C.

Le président dit que les directives relatives à l'acceptation des matériaux de référence certifiés dans l'annexe C de l'Arrangement ont été formulées dans le document CCQM/01-08, mais il serait utile que le CCQM établisse des relations plus officielles avec l'ISO-REMCO. M. Fajgelj souligne qu'au moins sept membres du CCQM participent à l'ISO-REMCO ; il ne devrait donc pas y avoir de difficulté à établir une telle liaison. Un certain nombre de participants attirent l'attention sur l'histoire de l'ISO-REMCO et sur le fait que ses missions ne sont pas limitées exclusivement à la chimie et aux matériaux de référence certifiés.

M. McLaren suggère, si l'on manque de confiance dans les matériaux de référence produits dans les laboratoires nationaux de métrologie, d'ajouter les critères énoncés dans le Guide 34 de l'ISO à ceux du Guide 25 de l'ISO,

auquel il est fait référence dans l'Arrangement (paragraphe 7.3). Cette proposition est largement approuvée.

En conclusion, le CCQM doit renforcer ses liens avec l'ISO-REMCO, et il faudra faire référence aux Guides 34 et 35 de l'ISO en plus du Guide 25 au sujet des critères à respecter pour la publication dans la base de données de l'annexe C. De plus, l'examen par les pairs doit être reconnu comme un moyen de renforcer la confiance dans les déclarations d'aptitudes des laboratoires nationaux de métrologie relatives à la production et à la certification des matériaux de référence certifiés.

4.3 Portée des résultats des comparaisons clés

Le président encourage les groupes de travail à examiner et présenter un rapport sur la portée des résultats des comparaisons clés : quels types de CMCs et quels domaines couverts par les CMCs étaient-ils ?

4.4 Liaison des comparaisons clés des organisations régionales de métrologie aux comparaisons clés du CCQM

Le président dit qu'un grand nombre de questions ont été résolues. Il espère que les exemples à venir rendront ces problèmes moins controversés.

4.5 Publication des rapports

M. Wielgosz attire l'attention du CCQM sur un récent éditorial publié dans *Metrologia* (CCQM/02-12) au sujet du nouveau *Technical Supplement* de *Metrologia*. Il permettra de citer les rapports finaux des comparaisons clés en faisant référence au *Technical Supplement* de *Metrologia*. La version électronique du *Technical Supplement* comprendra un bref résumé et un lien hypertexte au document publié dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés. Le BIPM envisage d'offrir un accès similaire aux rapports des études pilotes. Il reste possible de soumettre les rapports des comparaisons contenant des travaux originaux de recherche scientifique pour publication dans la revue *Metrologia* soumise à un comité de lecture.

4.6 Publicité pour la base de données du BIPM sur les comparaisons clés

M. Wielgosz attire l'attention du CCQM sur la publicité faite par le BIPM pour faire connaître sa base de données sur les comparaisons clés. Une

publicité a été faite dans *Eurachem Newsletter* et dans le bulletin du VAM, et des démonstrations ont été faites aux participants à la conférence PITTCON à la Nouvelle-Orléans sur un stand du NIST. Dans le domaine de l'analyse de gaz, le BIPM a présenté un poster intitulé « International comparability of gas standards » au Second Gas Analysis Symposium organisé par l'ISO/TC 158 à Maastricht. Il a été bien apprécié par les délégués et les représentants de l'industrie des gaz.

Le président confirme que le CIPM est soucieux de faire la promotion de la base de données du BIPM sur les comparaisons clés auprès du plus grand nombre possible d'utilisateurs. Le directeur du BIPM offre de préparer des modèles de posters publicitaires (CCQM/02-25, -26, -27 et -28) sur le site Web du BIPM, pour offrir la possibilité aux membres de les traduire pour leur propre usage.

5 PARTICIPATION DES LABORATOIRES NATIONAUX DE MÉTROLOGIE ET DES AUTRES LABORATOIRES AUX ÉTUDES PILOTES ET AUX COMPARAISONS CLÉS

Le président dit que seuls les laboratoires nationaux de métrologie et les laboratoires désignés dans l'Arrangement peuvent participer aux comparaisons clés. Les qualifications requises pour participer aux études pilotes sont moins restrictives.

6 IMPORTANCE DE L'EXAMEN PAR LES PAIRS ET DE L'ACCREDITATION

Le président commente que les questions de l'examen par les pairs et l'accréditation ont déjà été discutées par les laboratoires nationaux de métrologie ; il n'est pas nécessaire d'en discuter à nouveau maintenant.

7 COUVERTURE DES COÛTS INDUITS PAR LES COMPARAISONS BILATÉRALES SUBSÉQUENTES AUX COMPARAISONS CLÉS

Le président explique que le Comité mixte des organisations régionales de métrologie et du BIPM (JCRB) est préoccupé par les frais occasionnés aux laboratoires pilotes par les comparaisons bilatérales subséquentes à une comparaison clé. Mme Mackay et M. Besley plaident en faveur des pays en voie de développement, qui doivent être traités correctement au cas où ces comparaisons occasionneraient des frais. Il est décidé qu'il devrait être possible de faire payer ces travaux, mais que les coûts ne doivent pas être rédhibitoires.

8 CRITÈRES POUR LA DÉSIGNATION DES LABORATOIRES RESPONSABLES DES DÉCLARATIONS DE CMCS EN CHIMIE

Le président rappelle au CCQM que les gouvernements et les laboratoires nationaux de métrologie ayant autorité pour désigner des laboratoires responsables des déclarations d'aptitudes en chimie sont libres de désigner le laboratoire approprié de leur choix pour remplacer le laboratoire national de métrologie dans un domaine spécifique. Toutefois, certaines compagnies se sont plaintes dans certains pays que des sociétés privées aient été désignées comme laboratoires nationaux de métrologie. Bien que la désignation des laboratoires ne relève pas de l'autorité du CCQM, les participants doivent être informés que ces arrangements ont soulevé des difficultés dans certaines occasions.

9 TRAÇABILITÉ EN MÉDECINE DE LABORATOIRE

Le directeur du BIPM dit aux participants que le BIPM a collaboré avec certains laboratoires nationaux de métrologie, avec l'Organisation mondiale de la santé et avec l'IFCC, pour former le Comité commun pour la traçabilité en médecine de laboratoire. Ce comité a été établi pour répondre aux besoins relatifs à l'établissement d'un réseau de laboratoires de référence en médecine de laboratoire. Un symposium sera organisé en juin 2002 au BIPM ; il rassemblera des représentants de l'industrie, des agences de régulation et des laboratoires nationaux de métrologie pour discuter de la traçabilité en médecine de laboratoire.

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

10.1 Le protocole d'accord entre le CIPM et l'Organisation météorologique mondiale

M. Quinn informe le CCQM du protocole d'accord entre le CIPM et l'Organisation météorologique mondiale (CCQM/02-03), et dit qu'il espère établir un accord similaire avec l'Organisation mondiale de la santé.

10.2 Activités récentes dans la section de chimie

M. Wielgosz présente Mme Viallon et M. Esler qui ont été engagés au BIPM depuis la précédente session. Il dit que le BIPM envisage d'effectuer des comparaisons d'appareils étalons nationaux de référence mesureurs d'ozone conservés dans les différents pays. Ce projet est organisé en collaboration avec le NIST ; la fabrication de deux photomètres étalons de référence mesureurs d'ozone (SRP 27 et 28) s'est achevée au NIST en janvier 2002. L'équivalence entre ces instruments et ceux utilisés au NIST a été vérifiée ; elle est en accord avec l'incertitude sur les résultats des mesures. Actuellement, sept laboratoires nationaux de métrologie ont déclaré des aptitudes en matière de mesure de l'ozone à des niveaux ambiants ; celles-ci sont publiées dans la base de données du BIPM sur les comparaisons clés,

mais il n'existe pas de comparaisons clés pour évaluer les degrés d'équivalence mutuelle. Le BIPM sera le laboratoire pilote de l'étude pilote CCQM-P28, préliminaire à une comparaison clé en continu de ce mesurande. Le programme final de comparaison permettra d'effectuer des comparaisons d'appareils étalons nationaux de référence mesureurs d'ozone conservés dans les différents pays, au rythme requis.

Un programme de recherche a débuté au BIPM pour comparer les résultats des mesures de concentration d'ozone fondées sur la photométrie dans l'ultraviolet et sur le titrage en phase gazeuse. Les recherches à venir consacrées à l'étude des sources potentielles d'erreurs systématiques dans les appareils étalons de référence mesureurs d'ozone fondés sur la photométrie dans l'ultraviolet devraient permettre d'améliorer la conception des photomètres de référence étalons.

10.3 Activités à venir

M. Quinn dit qu'il a l'intention de demander au CIPM d'augmenter le budget consacré au programme de travail en chimie au BIPM. La section de chimie compte actuellement trois personnes, mais il est prévu qu'elle en compte quatre à l'avenir. Il espère recruter trois personnes supplémentaires pour travailler dans le domaine de la chimie organique et trois autres dans le domaine de la bioanalyse, soit comme membres permanents du personnel du BIPM, soit mis à la disposition du BIPM par des laboratoires nationaux de métrologie.

M. Okamoto dit que c'est un travail gigantesque que de commencer une activité réelle dans le domaine de l'analyse de pureté organique. Le directeur du BIPM répond qu'il serait possible pour le BIPM d'employer des scientifiques hautement qualifiés et d'effectuer des recherches utiles dans certains domaines « niches ».

M. Semerjian dit qu'il ne partage pas son point de vue et qu'il ne pense pas qu'il soit fondamental d'employer des chercheurs pour aider le CCQM. Il craint que le CCQM n'ait pas été suffisamment consulté. M. Quinn dit que le CIPM est tenu de soumettre des propositions de budget à la prochaine Conférence générale pour la période de quatre ans 2005-2008. Il est donc nécessaire que le BIPM fasse des propositions d'ordre général pour s'impliquer par la suite dans certains domaines qui se développent très rapidement.

M. Dybkaer dit que l'établissement d'un tel programme au BIPM a des retentissements au niveau mondial sur les priorités de la recherche.

Mme Hart dit qu'elle est favorable à l'établissement d'un budget, mais qu'il est important d'identifier d'abord les besoins auxquels le BIPM cherche à répondre, plutôt que les technologies avec lesquelles travailler.

M. Quinn dit qu'il lui faut de toute évidence faire une proposition plus détaillée pour obtenir un soutien plus large. Il a entrepris de rédiger à cet effet une proposition avec les groupes de travail sur l'analyse organique et sur la bioanalyse, afin de la faire circuler au CCQM.

Le président dit qu'il est essentiel que le BIPM puisse prendre position avec autorité en métrologie en chimie dans tous les domaines d'application.

11 CONCLUSIONS DE L'ATELIER SUR LA TRAÇABILITÉ

L'atelier sur la traçabilité a été un succès (CCQM/02-24) et il serait utile d'en organiser un autre à l'avenir sur un thème similaire.

12 QUESTIONS DIVERSES ; DATE DE LA PROCHAINE SESSION

Le président remercie le directeur et le personnel du BIPM pour les efforts considérables qu'ils ont déployés pour organiser toutes les réunions du CCQM pendant la semaine.

La prochaine session du CCQM se tiendra la semaine du 7 au 11 avril 2003.

M.J.T. Milton, rapporteur
révisé décembre 2002

ANNEXE Q 1.**Documents de travail présentés à la 8^e session du CCQM**

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

Document
CCQM/

- 02-01 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse électrochimique. — Report on the meeting of the CCQM Working Group on Electrochemical Analysis (22 October 2001), W. Richter, 5 p.
- 02-02 BAM (Allemagne). — Qualified concensus values, W. Hasselbarth, 2 p.
- 02-03 CIPM. — Draft Agreement between the World Meteorological Organization and the International Committee for Weights and Measures: Text approved by the CIPM on 10 October 2001, 3 p.
- 02-04 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse organique. — Report from the Organic Working Group Meeting in Sydney (November 2001), 12 p.
- 02-05 BIPM. — Interregional review of chemistry CMCs for the autumn 2001 JCRB meeting, R. Wielgosz, 18 p.
- 02-06 Groupe de travail du CCQM sur la métrologie en biotechnologie. — CCQM Biometrology Task Group Report, G.L. Gilliland, H.C. Parkes, 14 p.
- 02-07 Groupe de travail du CCQM sur la métrologie en biotechnologie. — CCQM Biometrology Working Group (July 2001), G.L. Gilliland, H.C. Parkes, 31 p.
- 02-08 NIST (États-Unis), LGC (Royaume-Uni). — NIST/LGC Pilot study proposal: DNA quantification, 17 p.
- 02-09 NRC (Canada), LGC (Royaume-Uni). — CCQM-P18 Pilot study report: Tributyltin in sediment, R. Sturgeon, R. Wahlen, 17 p.
- 02-10 NPL (Royaume-Uni). — Surface and Micro/NanoAnalysis ad hoc Working Group Interim Report for 2002, M.P. Seah, 9 p.
- 02-11 NPL (Royaume-Uni). — Interim report for project CCQM P-38 on surface analysis, M.P. Seah, 7 p.
- 02-12 BIPM. — *Metrologia* editorial: Publications relating to key and supplementary comparisons, P.W. Martin, 2 p.

Document
CCQM/

- 02-13 BAM (Allemagne), IRMM, LGC (Royaume-Uni). — Improving the way CRMs are handled in Appendix C of the CIPM MRA, 2 p.
- 02-14 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse inorganique. — CCQM Inorganic Analysis Working Group Report (April 2001), 18 p.
- 02-15 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse inorganique. — CCQM Inorganic Analysis Working Group Report (October 2001), C. Wolff Briche, 13 p.
- 02-16 APMP. — International comparison APMP.QM-K4 draft B report, C. Takahashi *et al.*, 21 p.
- 02-17 EUROMET. — Final report of key comparison EUROMET.QM-K4 (ethanol in air) EUROMET Project 580, M.J.T. Milton, 20 p.
- 02-18 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse de gaz. — International comparison CCQM-K7 Final report, F. Guenther *et al.*, 27 p.
- 02-19 METAS (Suisse). — State and recent developments in national ozone standard, in trace analysis of gases, and in particle measurement (Progress report), H-P. Haerri, J.-F. Perrochet, J. Schlatter, D.W. Zickert, 4 p.
- 02-20 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse inorganique. — Report of the Working Group on Inorganic Analysis (April 2002), M. Sargent, 21 p.
- 02-21 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse électrochimique. — Report on the activities of the Working Group on Electrochemical Analysis, M. Máriássy, 2 p.
- 02-22 Groupe de travail du CCQM sur l'analyse inorganique. — Report of the CCQM Working Group on Organic Analysis, April 2002, W.E. May, 43 p.
- 02-23 Groupe de travail du CCQM sur les comparaisons clés. — Table 1: CCQM key comparisons and pilot studies, April 2002, H. Semerjian, 6 p.
- 02-24 CCQM. — CCQM Workshop on Traceability, 21 documents, s.p.
- 02-25 BIPM. — Poster: International comparability of gas standards, 1 p.
- 02-26 BIPM. — Poster: International comparability of measurement standards, 1 p.
- 02-27 BIPM. — Poster: How to search Appendix B (Cholesterol in human serum), 1 p.
- 02-28 BIPM. — Poster: How to search Appendix C (Chemistry CMCs), 1 p.

LISTE DES SIGLES UTILISÉS DANS LE PRÉSENT VOLUME

1 Sigles des laboratoires, commissions et conférences

AGAL	Australian Government Analytical Laboratories
AIEA	Agence internationale de l'énergie atomique
APMP	Asia/Pacific Metrology Programme
BAM	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Allemagne)
BIPM	Bureau international des poids et mesures
BNM	Bureau national de métrologie, Paris (France)
BNM-LNE	Bureau national de métrologie, Laboratoire national d'essais, Paris (France)
CCPR	Comité consultatif de photométrie et radiométrie
CCQM	Comité consultatif pour la quantité de matière : métrologie en chimie
CEM	Centro Español de Metrologia, Madrid (Espagne)
CENAM	Centro Nacional de Metrologia, Mexico (Mexique)
CIPM	Comité international des poids et mesures
CITAC	Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry
COOMET	Cooperation in Metrology among the Central European Countries
CSIR-NML	Council for Scientific and Industrial Research, National Metrology Laboratory, Pretoria (Afrique du Sud)
CSIRO*	<i>voir</i> NML CSIRO
DFM	Danish Institute of Fundamental Metrology, Lyngby (Danemark)
EMPA	Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research, Dübendorf, St Gall et Thun (Suisse)
EUROMET	European Collaboration in Measurement Standards
GUM	Office central des mesures/Główny Urząd Miar, Varsovie (Pologne)
IFCC	Fédération internationale de chimie clinique et médecine de laboratoire/International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine
IMEP	International Measurement Evaluation Programme

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

IMGC-CNR	Istituto di Metrologia G. Colonnetti, Consiglio Nazionale delle Ricerche, Turin (Italie)
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas, São Paulo (Brésil)
IRMM	Institut des matériaux et mesures de référence, Commission européenne/Institute for Reference Materials and Measurements, European Commission
ISO	Organisation internationale de normalisation
ISO-REMCO	Organisation internationale de normalisation, Comité pour les matériaux de référence
JCRB	Comité mixte des organisations régionales de métrologie et du BIPM/Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM
KRISS	Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon (Rép. de Corée)
LGC	Laboratory of the Government Chemist, Teddington (Royaume-Uni)
LGC-VAM	Laboratory of the Government Chemist, Valid Analytical Measurement, Teddington (Royaume-Uni)
LNE*	Laboratoire national d'essais, Paris (France), <i>voir</i> BNM
METAS	(ex OFMET) Office fédéral de métrologie et d'accréditation, Wabern (Suisse)
MRA	Arrangement de reconnaissance mutuelle/Mutual Recognition Arrangement
NARL	National Analytical Reference Laboratory, Canberra et Pymble (Australie)
NIM	Institut national de métrologie, Beijing (Chine)
NIMC*	National Institute of Material and Chemical Research, Tsukuba (Japon), <i>voir</i> NMIJ/AIST
NIST	National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg (États-Unis)
NMi VSL	NMi Van Swinden Laboratorium, Nederlands Meetinstituut, Delft (Pays-Bas)
NMIJ/AIST	National Metrology Institute of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba (Japon)
NML CSIRO	National Measurement Laboratory, CSIRO, Lindfield (Australie)
NPL	National Physical Laboratory, Teddington (Royaume-Uni)
NPLI	National Physical Laboratory of India, New Delhi (Inde)

NRC	Conseil national de recherches du Canada, Ottawa (Canada)
NRCCRM	National Research Centre for Certified Reference Materials, Beijing (Chine)
NRLM*	National Research Laboratory of Metrology, Tsukuba (Japon), voir NMIJ
OFMET*	Office fédéral de métrologie, Wabern (Suisse), voir METAS
OIML	Organisation internationale de métrologie légale
OMH	Országos Mérésügyi Hivatal, Budapest (Hongrie)
OMM	Organisation météorologique mondiale
OMS	Organisation mondiale de la santé
PITTCON	Pittsburgh Conference
PSB*	Singapore Productivity and Standards Board (Singapour), voir SPRING
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig et Berlin (Allemagne)
SADCMET	SADC Cooperation in Measurement Traceability
SIM	Sistema Interamericano de Metrologia
SL	State Laboratory, Dublin (Irlande)
SMU	Slovenský Metrologický Ústav/Slovak Institute of Metrology, Bratislava (Slovaquie)
SP	Sveriges Provnings- och Forskningsinstitut, Borås (Suède)
SPRING	(ex PSB) Standards, Productivity and Innovation Board, Singapour (Singapour)
UICPA	Union internationale de chimie pure et appliquée
UME	Ulusal Metroloji Enstitüsü/National Metrology Institute, Marmara Research Centre, Gebze-Kocaeli (Turquie)
VAM*	Valid Analytical Measurement, voir LGC
VNIIM	Institut de métrologie D.I. Mendéléev, Gosstandart de Russie, Saint-Pétersbourg (Féd. de Russie)
VSL*	Van Swinden Laboratorium, Delft (Pays-Bas), voir NMI

2 Sigles des termes scientifiques

ADN	Acide désoxyribonucléique
BTX	Benzène, toluène, xylène
CFC	Chlorofluorocarbures
CMC	Aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages/ Calibration and Measurement Capabilities

IDGC/MS	Spectrométrie de masse avec dilution isotopique par chromatographie en phase gazeuse/Isotope Dilution Gas Chromatography/Mass Spectrometry
KCDB	Base de données du BIPM sur les comparaisons clés/ BIPM Key Comparison Database
NDIR	Analyseur infrarouge non diffuseur/Non-dispersive Infrared
PCB	Polychloro-byphényle/Polychlorinated Biphenyl
PCR	Amplification en chaîne par polymérase/Polymerase Chain Reaction
SI	Système international d'unités
SRP	Photomètre de référence étalon/Standard Reference Photometer