

Licence professionnelle: Métrologie chimique & nucléaire

Module UE2 / EC521 Métrologie en chimie

24-25 Février 2020

Dr Béatrice LALERE

LABORATOIRE
NATIONAL
DE MÉTROLOGIE
ET D'ESSAIS



**MESURES
& RÉFÉRENCES**

Clés de la **COMPÉTITIVITÉ**
et d'un **MONDE PLUS SÛR**

Laboratoire national de métrologie et d'essais

L'organisation de la métrologie internationale

Les missions d'un laboratoire national ou désigné

Les concepts de traçabilité et d'évaluation des incertitudes de mesure en métrologie en chimie

Sous forme de présentations, d'exemples et de vidéo



Les missions générales d'un LNM ou DI

Exemple du LNE

Les missions d'un LNM en chimie (LNE)



Mise en oeuvre et amélioration du SI

- ▶ *recherche fondamentale et appliquée*
 - développement de nouveaux étalons et méthodes de mesures & amélioration des références existantes
 - participation à la définition de nouvelles unités
- ▶ *comparaisons internationales*
 - EURAMET, CIPM, autres

Support pour l'industrie et la Société

- ▶ *transfert aux utilisateurs*
 - permettre le raccordement des références des utilisateurs aux étalons nationaux
- ▶ *recherches et développements*
 - réalisation d'instrumentations spécifiques pour le transfert aux utilisateurs
 - formations, expertises



- ❑ la garantie nationale et internationale de leur traçabilité
 - ❑ MRA; CMCs

- ❑ le souci permanent de favoriser et d'améliorer le transfert aux utilisateurs par la mise au point et la caractérisation de démarches instrumentales innovantes
 - ❑ Étalons de transfert; étalonnage; CILs

- ❑ elles comprennent aussi la mise en œuvre d'un programme de développement situé au niveau le plus en amont de l'activité scientifique engagée dans les laboratoires nationaux étrangers de métrologie homologues pour préfigurer l'évolution du système international d'unités.

En France : LA (laboratoire associé) car RNMF



Les missions générales d'un LNM ou DI

Le cas de la Métrologie Française

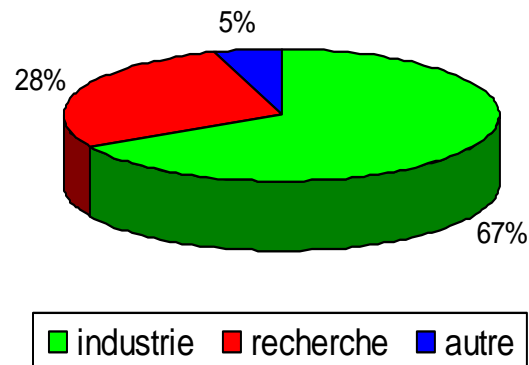
Les missions d'un LNM en chimie (LNE)



« un système national de métrologie distribué »



- **Budget global : ~ 30 M€** (fonctionnement et équipements/investissements)
- **Etudes et recherches : 230 ETP**



Les acteurs

- ▶ **Le Comité de la métrologie & les CS**
- ▶ **Le « pilote »**
 - LNE/DRST - Direction de la Recherche Scientifique et Technologique
- ▶ **Les laboratoires**
 - Les laboratoires nationaux de métrologie (LNM)
 - Les laboratoires associés (LA)
- ▶ **Le Conseil d'Administration du LNE**



Le Comité de la Métrologie:

- ❑ émet des recommandations sur les orientations scientifiques et stratégiques au Conseil d'Administration du LNE
- ❑ est composé de 14 personnalités du milieu scientifique, industriel et des représentants des ministères concernés (industrie et recherche)
- ❑ oriente les travaux dans les domaines jugés prioritaires
- ❑ unités mixtes de chercheurs.



Les Conseils Scientifiques (CS)

- En charge de l'évaluation de la qualité scientifique des programmes de R&D
- Constitués de scientifiques et d'industriels
- 8 CS (chimie; dosimétrie; temps/fréquence; température; longueur; masse...)

La Direction de la Recherche Scientifique et Technologique (DRST)

- assiste le Comité de la Métrologie et les Conseils Scientifiques dans la préparation des réunions, le suivi et les propositions des différents programmes et travaux à réaliser.





LNE –Trappes / Maxwell

CNAM-Saint Denis/Landy



Observatoire
de Paris



CEA-Saclay

Les laboratoires

Laboratoires Nationaux de Métrologie
(LNM)
Laboratoires Associés
(LA)



Depuis le 1er janvier 2005, le LNE pilote la métrologie française, qui regroupe 4 Laboratoires de métrologie:

LNE-DMSI: Direction de la Métrologie Scientifique et Industrielle /
Laboratoire national de métrologie et d'essais

En charge des domaines

- électricité - magnétisme
- métrologie dimensionnelle, masse et grandeurs apparentées (pression, force, couple, acoustique, accélérométrie, viscosité)
- rayonnements optiques
- métrologie chimique et biologique
- température et grandeurs thermiques



LNE-INM/CNAM: Laboratoire Commun de Métrologie / Conservatoire national des arts et métiers

En charge des domaines :

- longueurs, masse
- rayonnements optiques
- température



LNE- LNHB/CEA Laboratoire National Henri Becquerel / Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives

En charge des domaines :

- rayonnements ionisants, i.e. la dosimétrie
- radioactivité

LNE- SYRTE/OP: Systèmes de Référence Temps-Espace / Observatoire de Paris

En charge des domaines :

- temps et fréquences



Depuis le 1er janvier 2005, le LNE pilote la métrologie française, qui regroupe aussi 6 laboratoires associés au LNE (LA):

- ✚ Ecole National Supérieure d'Arts et Métiers de Paris
LNE-ENSAM (*pression dynamique*)
- ✚ Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire
LNE-IRSN (*dosimétrie des neutrons*)
- ✚ Centre Technique des Industries Aéronautiques et Thermiques
LNE-CETIAT (*hygrométrie, anémométrie, débitmétrie liquide eau*)



- ✚ Laboratoire Temps Fréquence de Besançon
LNE-LTFB (*temps, fréquence, densité spectrale de phase*)
- ✚ LNE-Trapil
LNE-Trapil (*débitmétrie liquide - hydrocarbures*)
- ✚ Laboratoire Associé de Débitmétrie Gazeuse
LNE-LADG (*débitmétrie des gaz*)



La métrologie française c'est

- ▶ environ 120 projets de R&D (de 1 an à plus de 15 ans)
- ▶ des projets transverses en « math et stat »
- ▶ 20 % à 25 % des ressources pour le maintien à niveau des références

EMPIR

- ▶ 600 M€ dont 50 % financé par la CE sur 10 ans - fin en 2024
- ▶ énergie, environnement, industrie, SI broader scope, santé, prénormalisation, RPT et « Support for Impact »
- ▶ En 2015: 4 appels en jeu: Santé, SI broader scope, Pre-Co-normative, RPT
- ▶ Depuis 2009: 85 projets cofinancés par la CE et la France



Publications

- ▶ Revue française de métrologie
- ▶ Monographies

Formation professionnelle

- ▶ formation spécifique en métrologie
- ▶ journées techniques

www.metrologie-francaise.fr



Les missions générales d'un LNM ou DI

Le cas de la Métrologie Française

Les missions d'un LNM en chimie (LNE)



Assurer la traçabilité des mesures en chimie en France

- Développer, améliorer et appliquer les méthodes primaires, ainsi que les matériaux de référence pour les mesures en chimie et en biologie tout en assurant le raccordement au SI si possible
- Contribuer à améliorer la traçabilité des mesures chimiques et à la prise en compte des incertitudes de mesure
- Assigner des valeurs de référence lors d'essais d'aptitude
- Participer à des campagnes de certification
- Réaliser des recherches en métrologie pour soutenir les activités industrielles et de service public
- Disséminer l'expertise et les connaissances en métrologie au travers de séminaires, guides, comparaisons, (C)RMs, normalisation, formation ...



Participer à la comparabilité des mesures



Développement de méthodes de référence

Dépôt de CMCs

Participation aux KC

Participation aux travaux du CCQM (Euramet)

Produire des MRCs

Implication dans les JRPs, projets R&D et dans des réseaux



Dissémination des approches métrologiques



Fournitures de guides d'utilisation, de notices techniques, accompagnement des laboratoires d'analyse par le biais de:

- Journées techniques
- Formations
- Encadrements de thèse
- Audits
- Expertise....



Disposer d'un système qualité



Accréditation selon les normes:

- ISO EN 17025
- ISO EN 15195

.....



Evaluation par les pairs « Peer review »



LCSQA (Laboratoire national de surveillance de la qualité de l'air)

- ▶ Raccorder les mesures des associations agréées de surveillance de la qualité de l'air (AASQA)
- ▶ Apporter une aide au ministère de l'environnement
- ▶ Participer aux commissions de normalisation

AQUAREF (Laboratoire de référence pour la surveillance des milieux aquatiques)

- ▶ Fournir des outils pour améliorer la qualité des mesures
- ▶ Assigner des valeurs de référence dans les circuits de CILs
- ▶ Apporter une aide au ministère de l'environnement notamment au regard des réglementations européennes
- ▶ Participer aux commissions de normalisation

Norman (Réseau des laboratoires européens pour la surveillance des substances émergentes)

- ▶ Favoriser les échanges d'informations et de collecte de données sur les substances émergentes
- ▶ Encourager la validation et l'harmonisation de méthodes de mesure et d'outils de surveillance afin de mieux pouvoir évaluer les risques environnementaux
- ▶ S'assurer que les informations sur ces substances émergentes soient partagées et en favoriser la mise à disposition des parties prenantes (chercheurs, public....)



Domaines de compétences

- ❑ Electrochimie (pH, conductivité)
- ❑ Analyse élémentaire (ID-ICP-MS, titrimétrie) & analyse de spéciation (GC or LC-ID-ICP-MS)
- ❑ Préparation de bouteilles de gaz par gravimétrie & analyse de gaz (GC, QC laser, FTIR)
- ❑ Caractérisation de nanoparticules (SMPS, APS, CNC)
- ❑ Chimie organique (ID- GC-MS, ID-GC-MS², ID- LC-MS, ID-LC-MS², Karl Fischer titration)
- ❑ Détermination de la pureté

Domaines d'applications

- ❑ Surveillance de l'environnement: qualité de l'air (ambient, intérieur & aérosols) and qualité de l'eau
- ❑ Chimie clinique & biomédical
- ❑ Analyse agro/agri: poissons, coquillages, céréales, fruits..
- ❑ Forensics: éthylomètres & éthylotests, tabac, drogues



Etablir la traçabilité pour:

- Mesure du pHe pour le bioethanol
- Mesure du pH pour l'océan



Aider les laboratoires sur les mesures en ligne

- Qualification d'instruments multi-paramètres (pH, conductivité, oxygène dissous, ...)
- Evaluation des incertitudes de mesure
- Etalonnages



Certification de solutions monoélémentales par titrimétrie



Analyses de traces par dilution isotopique ICP-MS

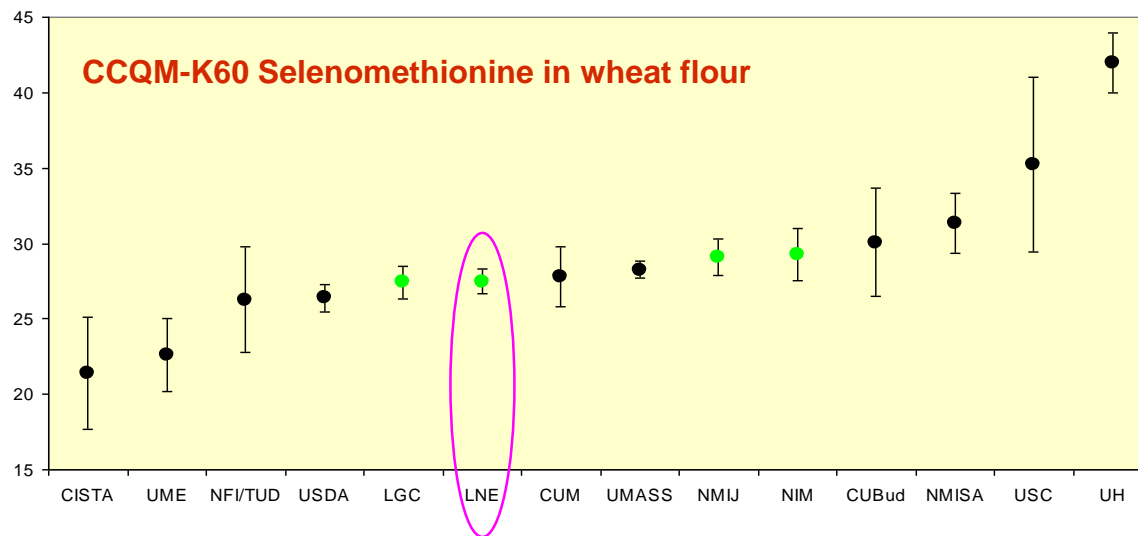
- ✓ Récente campagne de certification pour des MRCs:
 - Herbes ERM-CD281 (Pb,Ni,Cd,Cu,Zn,Se)
 - Eaux souterraines ERM-615 (Hg,Cd)
 - Rognons de cochon ERM BB186 (Fe,Hg,Se,Cd,Pb)
 - Poisson ERM BB422 (Pb,Cd,Fe,Se,Hg)

- ✓ Récentes assignations de valeurs de référence:
 - Pulpe de pomme (Cd,Se,Hg,Pb)
 - Eaux (Cd,Se,Cr,Pb,Ni,Hg)
 - Poisson et viande (Cd,Pb, Hg)

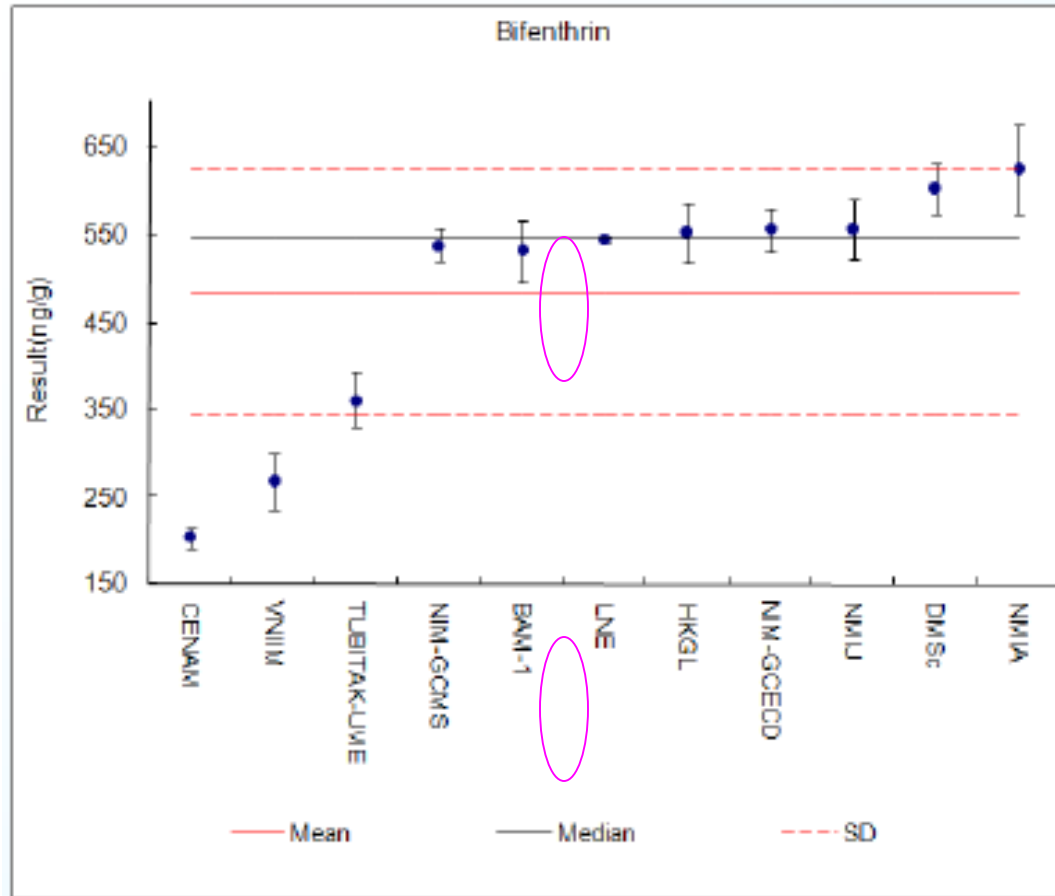


- Développements de méthodes de référence pour:
 - Méthylmercure dans des poissons par ID HPLC-ICP-MS
 - Sélénométhionine dans le sérum par ID HPLC-ICP-MS
 - Tributyl étain dans des sédiments et eaux par ID GC-ICP-MS

Méthode validée pour la sélénométhionine dans des compléments alimentaires

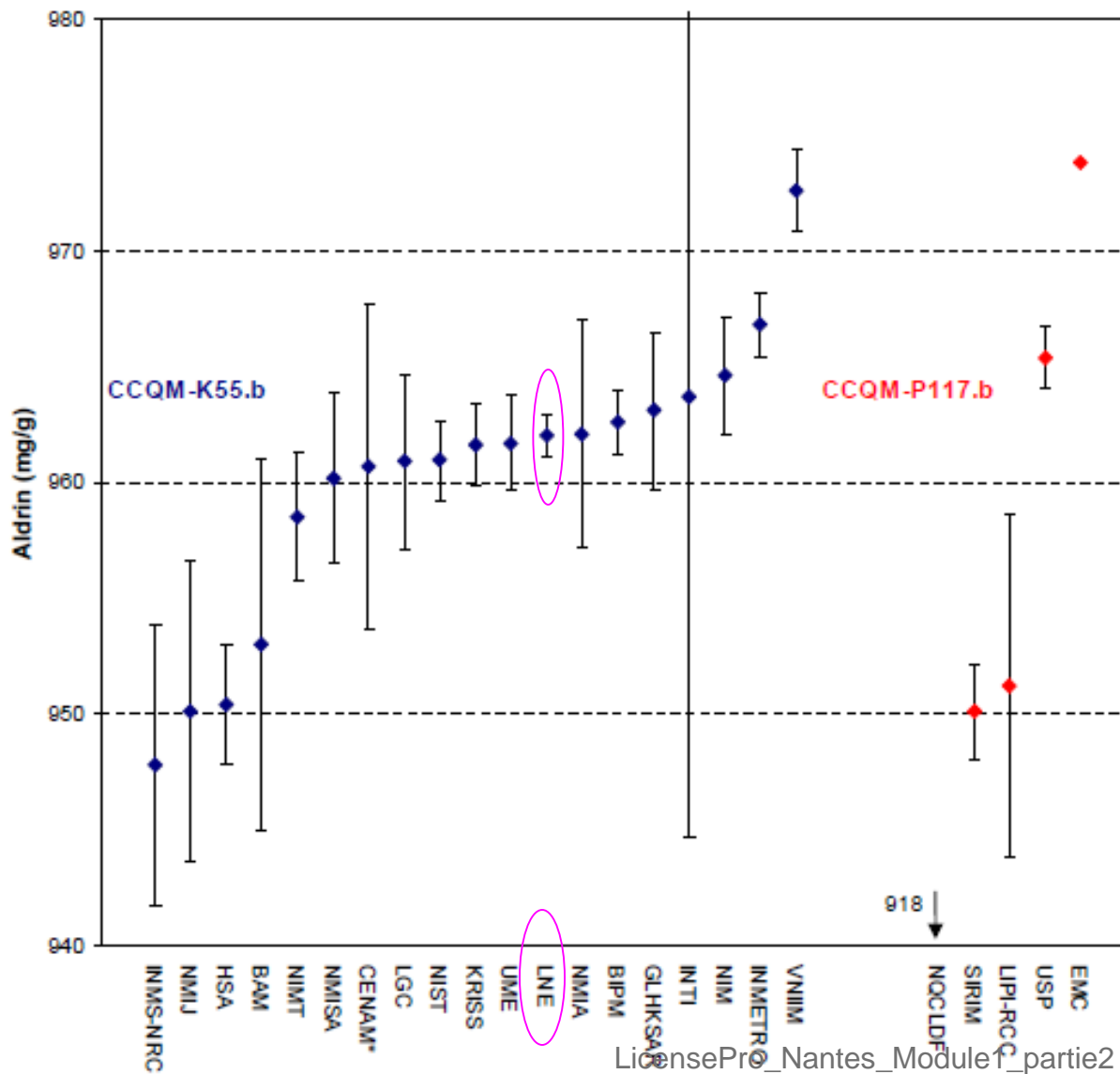


CCQM-P91 «Pyrethroids in Apple Juice Concentrate » (ID-SPE-GC-MS)

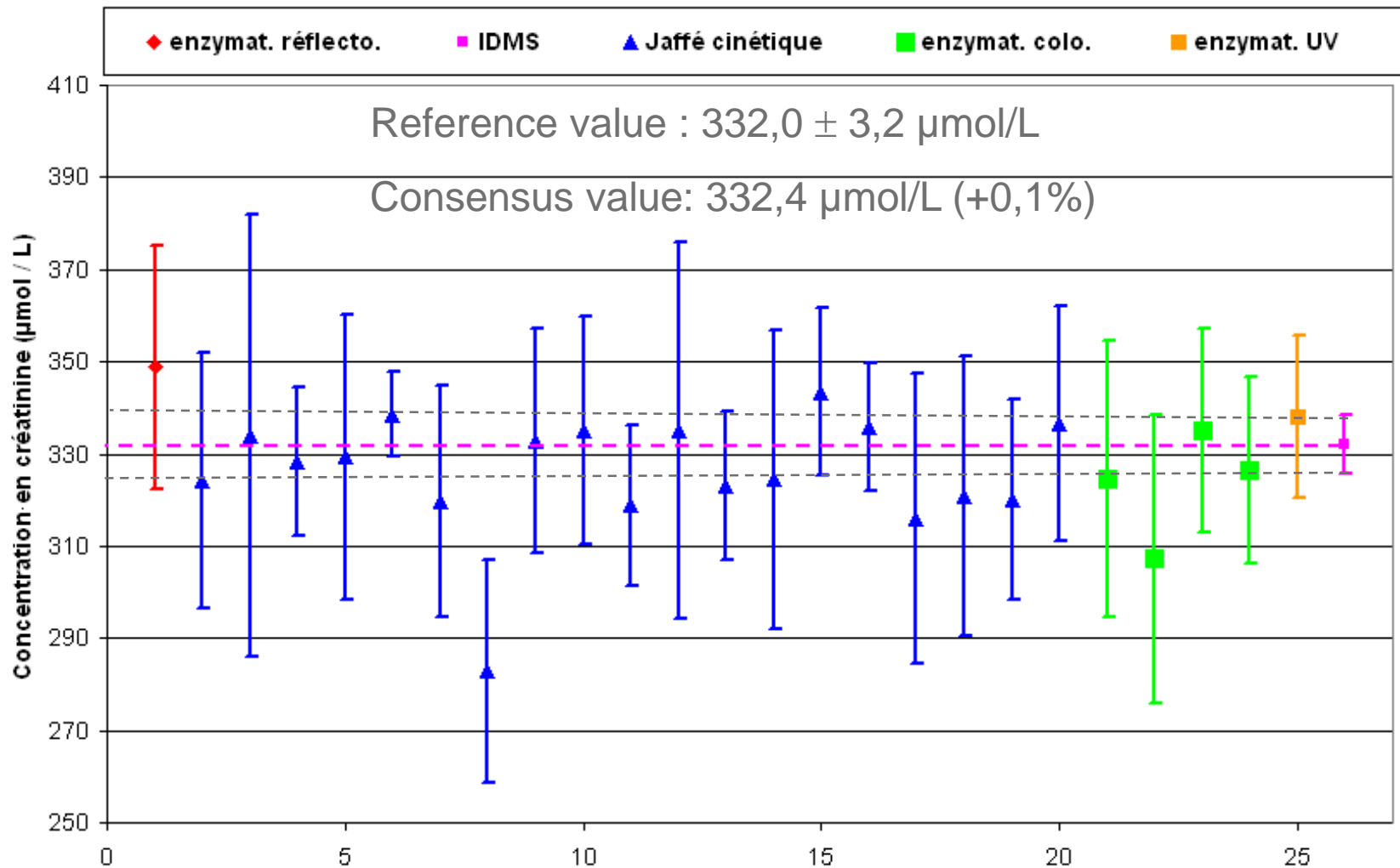


Détermination de la pureté

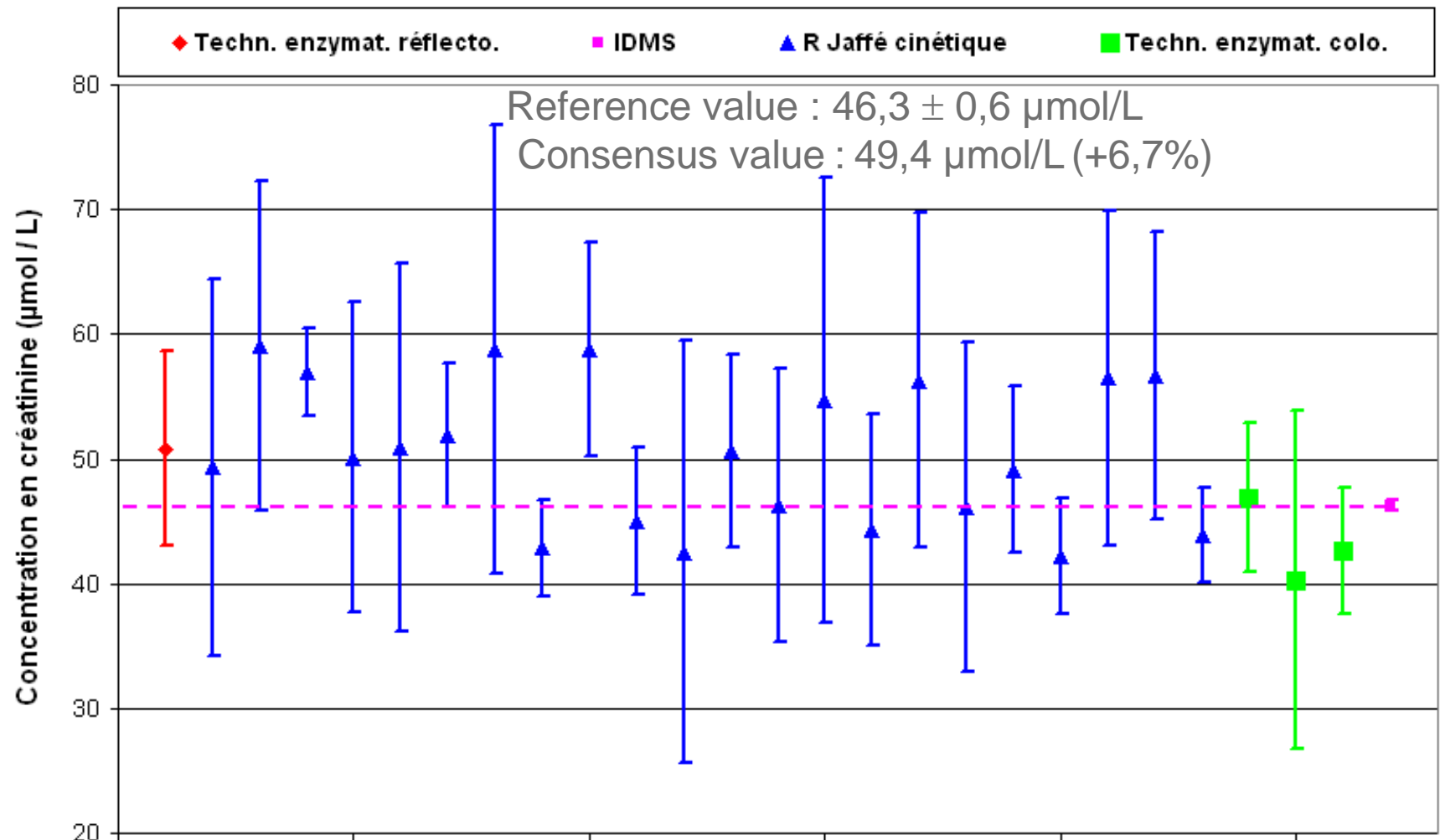
Caractérisation de la pureté d'un pesticide: CCQM-K55.b Aldrin



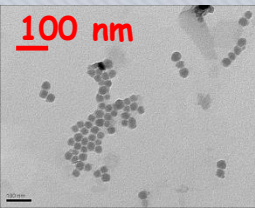
Assignation d'une valeur de référence à un "étalon" – CNQ AFSSAPS- (concentration élevée en créatinine)



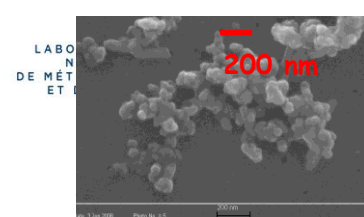
Assignment d'une valeur de référence à un "étalon" – CNQ AFSSAPS-
(concentration faible en créatinine)



Nanoparticules



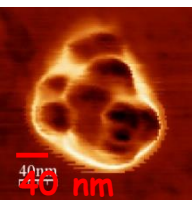
TEM (TiO₂)



SEM (aggregate carbon)

Nanoparticules, nanopoudres, nanomatériaux : TiO₂, SiO₂, NTC, Al₂O₃, ...

→ ≠ applications : catalyses, énergie, matériaux, médical...



AFM (combustion product)

Risques potentielles : **Human, Environnement and Produits**



Cycle de vie

Toxicité potentielle: composition chimique, taille, surface, forme, structure cristalline, solubilité concentration, treatment de surface, ...

Characterisation: physique
chimique
biologique



Evolution des **nanotechnologies**, études de la toxicologie et de l'écotoxicologie...

Exemples de projects:

- Vamas (pre- normalisation : taille and forme)
- Nanogenotox (taille, forme, structure)
- Normalisation ISO TC229/ CEN 352/ AFNOR X 457

Etudes "metrologie"

SMPS
DRX
AFM
ICP-MS
TEM, SEM

Développer, améliorer and normaliser les méthodes de caractérisation: poudres, suspensions & aérosols



Merci pour votre attention

Des questions ?

