

La Référence.

Le magazine suisse de métrologie

N° 01 | 2023

[Page 22 →](#)

**Matériaux de référence
certifiés: la métrologie
au service de la sécurité
alimentaire**

[Page 4 →](#)

**Systèmes
de mesure pour
pièces électriques
nanométriques**

[Page 18 →](#)

**10 ans en tant
qu'institut
fédéral**



Éditorial

Chère lectrice, cher lecteur,

«La Référence.», la revue suisse de métrologie est arrivée. Il s'agit de la première édition de la nouvelle revue spécialisée en métrologie de METAS, anciennement connue sous le nom de «METinfo». Elle porte un nouveau nom et se présente sous une nouvelle ligne graphique. Bien qu'il y ait de nombreuses nouveautés, l'objectif reste le même: transmettre des informations sur les développements réalisés dans le vaste domaine de la métrologie: des sciences (résultats de la recherche et du développement) à la métrologie légale, en passant par l'industrie (offres de prestations et cours).

Que ce soit en version imprimée entre vos mains, ou en version PDF à l'écran, je vous invite à feuilleter la

Impressum

Éditeur

Institut fédéral de métrologie METAS
Lindenweg 50, 3003 Berne-Wabern, Suisse
Tel. +41 58 387 01 11
metas.ch

Rédacteur en chef

Xavier Rappo
kommunikation@metas.ch

Membres du comité de rédaction

Fabiano Assi
Hugo Lehmann
Jürg Niederhauser
Ulrich Schneider

Versions linguistiques

all., fr., ang. (en ligne)

Crédits photographiques

METAS, Shutterstock (p. 22); Nadja Stadelmann (p. 23)
AEROMET-II-Konsortium (p. 32-35)

Conception

Casalini Werbeagentur AG
casalini.ch

Copyright

© 2023

Institut fédéral de métrologie METAS, Berne
La reproduction d'articles avec mention de la source est autorisée. Veuillez envoyer un exemplaire à l'adresse de la rédaction.

Tirage

2500 exemplaires en allemand
1500 exemplaires en français

Impression

Courvoisier-Gassmann AG, Biel
courvoisier.ch

Administration

ISSN 1660-4733
ISSN 1660-6094 (Online-Edition)
24/04 3800 860376853/2

Page de titre

Une collaboratrice et un collaborateur de METAS dans le laboratoire d'analyse.



Contenu

4 Nano-métrologie électrique pour l'industrie



8 METAS – le laboratoire de référence mondial pour les COV halogénés



12 En bref



revue «La Référence.» et à vous informer sur les nouveautés et les développements réalisés à METAS. Il y a un peu plus de dix ans, METAS est passé d'Office fédéral à Institut fédéral. Vous trouverez une rétrospective des dix ans de METAS en tant qu'Institut à la page 18.

Le changement climatique pose aussi de nouveaux défis à la métrologie. Tant les sciences que la politique et l'administration sont tributaires de données fiables et comparables. C'est le cas, par exemple, en ce qui concerne la présence et la répartition des gaz nocifs pour le climat, comme les substances organiques volatiles halogénées. METAS a développé des gaz de référence traçables pour ces substances.

Récemment, le laboratoire Analyse de gaz de METAS a été reconnu comme laboratoire mondial de référence pour l'étalonnage de ces gaz par l'Organisation météorologique mondiale (OMM) (page 8).

Voilà deux exemples du contenu varié de cette édition. J'espère que «La Référence.» vous plaira, tant par son apparence que par son contenu. Je me réjouis de connaître votre opinion.

D^r Philippe Richard
Directeur
Institut fédéral de métrologie METAS

14 Interview avec le nouveau chef de la division Physique

«La plus grande différence réside dans l'ampleur et la complexité des responsabilités.»

18 10 ans en tant qu'institut fédéral



21 Objet



22 Matériaux de référence certifiés: la métrologie au service de la sécurité alimentaire

28 Tirer une bière en une minute ou en trente ans grâce à des débits flexibles et précis

32 Métrologie avancée des aérosols pour les sciences de l'atmosphère et la qualité de l'air



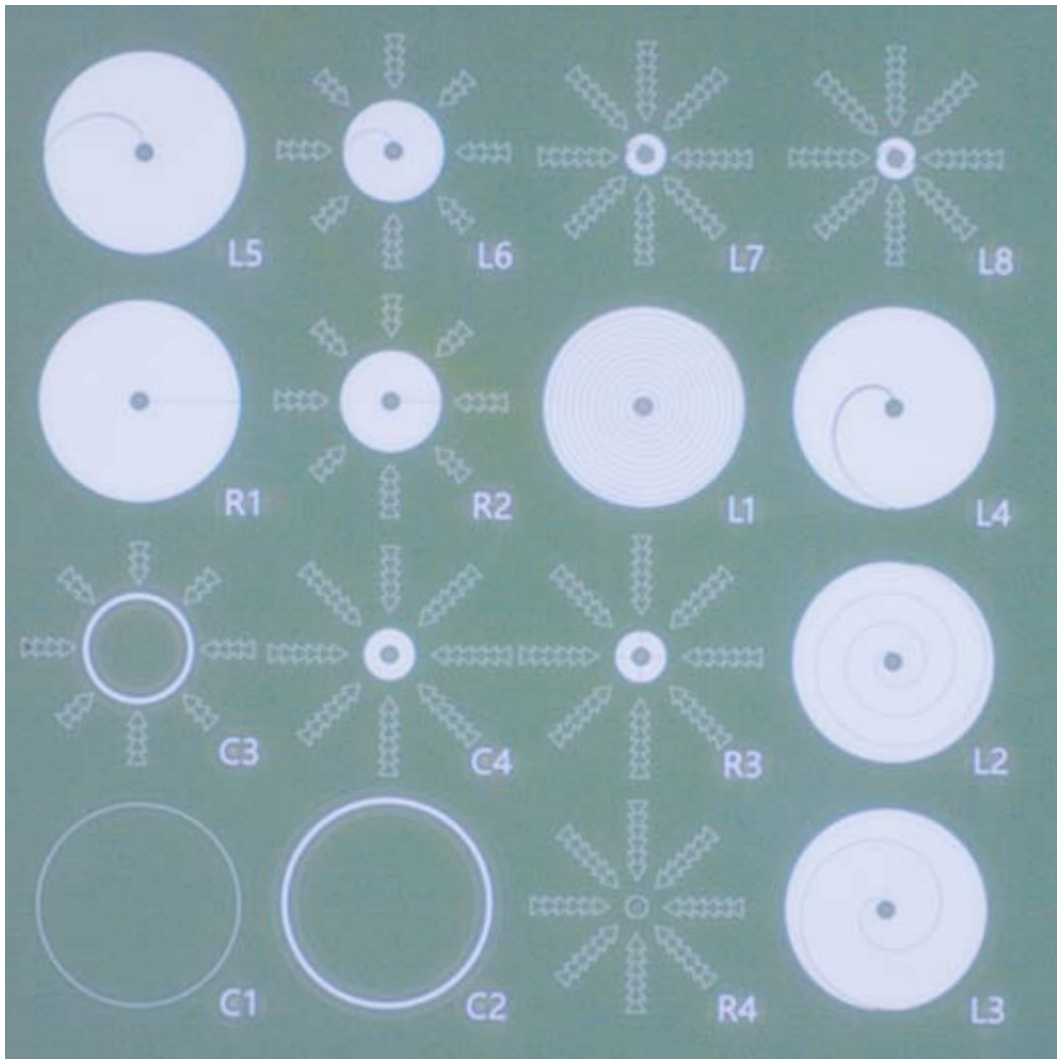


Figure 1: Étalons pour pointes SMM coaxiales sur une membrane en oxyde de silicium (blanc) qui est en grande partie recouverte d'or (vert). Les désignations L, R, C représentent des inductances, des résistances et des capacités.

Recherche et développement

Nanométrie électrique pour l'industrie

Du lave-linge à l'ordinateur quantique, presque tous les appareils électroniques contiennent aujourd'hui des circuits à base de semi-conducteurs. Ces circuits intégrés contiennent à leur tour des composants nanoélectriques minuscules. Pour mesurer de tels composants, ou plus généralement des matériaux, avec une résolution locale, il faut des systèmes de mesure dotés d'une sonde extrêmement fine.

D^r Johannes Hoffmann, Sophie de Préville,
Bruno Eckmann, D^r Hung-Ju Lin, D^r Markus Zeier

Le projet ELENA (ELEctrical NANoscale metrology in industry) a pour objectif de rendre les mesures électriques à l'échelle nanométrique plus simples et plus fiables. Il vise d'une part la traçabilité des résultats aux unités SI (fiabilité) et d'autre part l'emploi dans l'industrie (simplicité). Deux différentes techniques de la microscopie à sonde locale sont utilisées à cet effet: le «Conductive Atomic Force Microscope» (C-AFM, microscopie à force atomique à pointe conductrice), qui, en plus de la topologie, mesure des grandeurs électriques en courant continu ou dans les basses fréquences, et le «Scanning Microwave Microscope» (SMM, microscope à sonde locale micro-ondes), qui travaille avec des signaux haute fréquence dans la plage des gigahertz. Les travaux de METAS se concentrent sur le SMM et s'articulent autour des points principaux suivants: conception de deux nouveaux substrats de référence pour l'étalonnage avec des sondes coaxiales, conception d'une électronique abordable pour la réalisation des mesures SMM et mise sur pied d'une place de mesure pour les clients.

Le Scanning Microwave Microscope avec pointe à blindage coaxial

Un SMM comprend essentiellement un microscope à force atomique (AFM) équipé d'une sonde conductrice. Cette dernière est couplée à une électronique qui lui transmet des signaux haute fréquence et reçoit en retour les signaux réfléchis. On mesure le coefficient de réflexion, c'est-à-dire le rapport entre le signal réfléchi et le signal émis, en amplitude et en phase. On peut en déduire par calcul quelques propriétés du matériau analysé telles que la conductivité, la permittivité, la résistance, l'inductance, la capacité ou la densité de dopage. En outre, la superposition d'un signal basse fréquence permet de déterminer le type de dopage des semi-conducteurs. Cependant, l'injection du signal basse fréquence nécessite de modifier légèrement la structure haute fréquence du SMM.

Les systèmes SMM disponibles dans le commerce contiennent tous des sondes qui ne sont que partiellement blindées électriquement. Cela a pour conséquence que les structures présentes dans l'environnement du point de mesure ont une action

perturbatrice sur le résultat de la mesure. La raison en est le couplage électrodynamique entre ces structures et la pointe exposée. Si la géométrie et les propriétés du matériau sont connues, ce couplage peut être éliminé par calcul. En revanche, si l'on change l'objet de mesure, par exemple en passant d'un substrat de référence à l'échantillon à contrôler, cette influence ne peut plus être éliminée par calcul. Un tel changement modifie tellement les signaux mesurés par le SMM que l'étalonnage de l'appareil n'est possible que si les étalons sont placés sur le même substrat que l'objet de mesure. METAS a déjà développé par le passé une pointe à blindage coaxial pour résoudre ces problèmes¹.

Deux nouveaux substrats de référence

Les substrats de référence existants pour le SMM, tels que ceux décrits dans la publication «Advanced calibration kit for scanning microwave microscope»², conviennent principalement aux sondes non coaxiales. En raison de sa structure, la surface de contact d'une sonde à blindage coaxiale est plus grande que

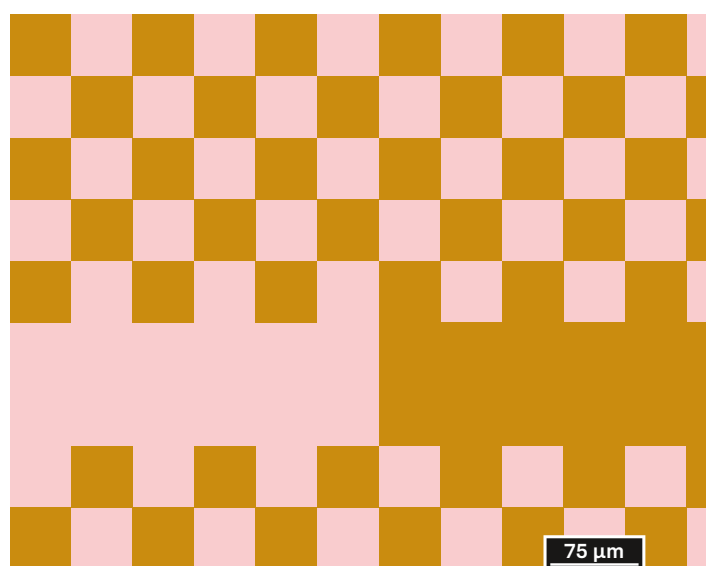


Figure 2: Motif en damier d'ITO (rose) sur de l'oxyde de silicium (marron). Cette structure existe dans différentes épaisseurs et est utilisée comme substrat de référence pour l'étalonnage des pointes coaxiales du SMM. Les couleurs de l'ITO et de l'oxyde de silicium sur cette image sont dues aux interférences et au matériau de fond. L'ITO et le dioxyde de silicium sont transparents.



Figure 3: Électronique pour mesures SMM. L'électronique se compose d'une « radio logicielle », d'un « ordinateur à carte unique », d'un générateur de signaux basse fréquence et d'un réseau haute fréquence qui sépare les signaux utiles du SMM des signaux de fond. On raccorde la sonde du microscope à force atomique au connecteur de la face avant à l'aide d'un câble coaxial.

celle d'une sonde non blindée. Cela peut provoquer un court-circuit pendant la mesure. Pour éviter cela, METAS a conçu deux nouveaux substrats d'étalonnage pour les pointes coaxiales. Le premier substrat est une modification d'un substrat déjà connu dans le cadre du projet ADVENT¹. Il est constitué d'un wafer de silicium à la surface duquel sont placées des membranes d'oxyde de silicium. Une couche d'or sur laquelle sont gravés différents motifs est déposée sur les membranes (voir figure 1). La géométrie de ces motifs permet de générer différentes impédances: condensateurs (surface circulaire avec anneau d'isolation par rapport au plan de masse extérieur), résistances (centre avec ponts par rapport au plan de masse extérieur) et inductances (centre avec spirale par rapport au plan de masse extérieur). Ces étalons conviennent aux pointes coaxiales plus grandes (diamètre extérieur d'environ 20 μm).

Le deuxième type de substrats de référence pour pointes coaxiales est basé sur des structures contenant de l'oxyde d'indium-étain (ITO). Il s'agit d'un oxyde transparent dont la conductivité est relativement faible, qui est également utilisé comme électrode dans la plupart des écrans tactiles (p. ex. dans les téléphones mobiles). Les étalons sont constitués d'un motif en damier de couches d'ITO d'épaisseurs différentes, déposées sur des wafers de silicium revêtu d'oxyde de silicium (voir figure 2). Il est ainsi possible d'étalonner une pointe coaxiale de n'importe quelle finesse.

Les deux nouveaux substrats de référence ont des caractéristiques différentes: les étalons à base de membrane offrent la meilleure exactitude d'étalonnage pour tous les objets de mesure possibles, mais sont limités aux grandes pointes coaxiales. Les étalons à base d'ITO offrent de bonnes possibilités



d'étalonnage pour des objets de mesure de type résistance, mais ont des incertitudes de mesure plus élevées pour les objets capacitifs ou inductifs. En revanche, les étalons ITO conviennent pour des pointes coaxiales de n'importe quelle finesse.

Développement d'une électronique de mesure moins coûteuse pour l'industrie

L'électronique de mesure utilisée pour le SMM est généralement un analyseur de réseau vectoriel (VNA). Il constitue toutefois un facteur de coût considérable, ce qui entraîne une utilisation très modérée de la technique de mesure SMM dans l'industrie. En collaboration avec un partenaire industriel, METAS a conçu une électronique de mesure spécifiquement adaptée aux exigences du SMM et nettement moins coûteuse qu'un VNA, facilitant l'accès à la technique de mesure. L'électronique est basée sur une « radio logicielle » (Software-Defined Radio, SDR) qui, en

simplifiant, est constituée par un module émetteur-récepteur haute fréquence générique avec numérisation immédiate et à très large bande du signal analogique. Le plus important, dans cette approche, c'est le traitement numérique du signal. Par conséquent, une part importante du travail porte sur la programmation de l'électronique. Deux systèmes doivent être programmés : d'une part, le module logique programmable qui contient les filtres et commande le circuit haute fréquence; d'autre part, l'interface entre le PC et l'instrument de mesure. En outre, METAS a développé un réseau haute fréquence pour le guidage et la séparation des signaux. Les signaux sont ainsi acheminés jusqu'à la sonde de l'instrument avec le moins de pertes possible, et les signaux réfléchis sont isolés des influences des signaux de fond. Cela est nécessaire, car les signaux utiles sont très faibles et doivent être fortement amplifiés. Si les signaux utiles ne sont pas bien séparés des signaux de fond, il est difficile d'amplifier le signal résultant et, donc, de tirer des conclusions à partir des données de mesure.

La prochaine étape de la mise en place d'une prestation de mesure avec le SMM consistera à élaborer, dans le cadre du projet ELENA, les instructions, les routines de mesure, les budgets d'incertitude et les documents de qualité nécessaires selon la norme ISO 17025. Une mesure comparative sera ensuite effectuée entre le Laboratoire national de métrologie et d'essais français (LNE) et METAS afin de tester dans la pratique les budgets d'incertitude et les routines de mesure élaborés et d'assurer la comparabilité. Une fois les éventuelles incohérences corrigées, la nouvelle prestation pourra être enregistrée dans la « Key Comparison Database » (KCDB)³ du Bureau international des poids et mesures (BIPM). Les certificats d'étalonnage contenant des résultats SMM auront ainsi une reconnaissance internationale. ●

Ce projet est soutenu par la subvention EMPIR « 20IND12 Elena » de l'UE.

¹ Hoffmann et al, METInfo vol. 28, N° 1/2021

² LeQuang et al, Rev. Sci. Instrum. 92, 023705 (2021)

³ KCDB: Key Comparison Database, bipm.org/kcdb

Matériau de référence

METAS – le laboratoire de référence mondial pour les COV halogénés

Le laboratoire d'analyse des gaz de METAS est depuis cet été le laboratoire de référence mondial pour dix composés organiques volatils halogénés dans l'atmosphère. METAS contribue ainsi à l'obtention de données climatiques stables et comparables à long terme.

D^r Tobias Bühlmann, Céline Pascale

Plus de 30 composés organiques volatils (COV) halogénés différents sont présents dans l'atmosphère. Ces substances ont des noms quasiment imprononçables, comme HFO-1336mzzZ, HFC-365mfc ou 1,2-dichloroéthane. Elles proviennent d'installations frigorifiques, de réfrigérateurs, de gaz propulseurs pour aérosols ou étaient utilisées comme solvants. Elles sont rejetées dans l'atmosphère par des fuites ou des manipulations inappropriées. Parmi les COV halogénés, on trouve notamment les chlorofluorocarbures (CFC) qui étaient responsables du trou dans la couche d'ozone et ont donc été interdits dans le cadre du protocole de Montréal. Les CFC ont ensuite été remplacés par les hydrochlorofluorocarbures et des alternatives sans chlore, qui se sont toutefois révélés être de puissants gaz à effet de serre et ont donc également été réglementés dans le cadre des protocoles de Montréal et de Kyoto. Les COV halogénés contribuent de manière significative au réchauffement climatique. En 2019, ils étaient responsables d'environ 15% du forçage ra-





diatif anthropique total. Les COV halogénés de dernière génération, appelés hydrofluoroléfines (HFO), ne sont pas de puissants gaz à effet de serre. On considère toutefois que leurs produits de dégradation ont des effets néfastes sur l'environnement. Cela souligne l'importance de pouvoir mesurer à l'échelle mondiale, de manière comparable et précise, tous les COV halogénés présents dans l'atmosphère.

Mesures comparables et précises des COV halogénés

Seules des mesures comparables et précises permettent de vérifier l'efficacité des actions prises pour réduire les émissions. Mais de telles mesures ne sont pas simples, car ces substances sont présentes dans des proportions extrêmement faibles dans l'atmosphère. Par exemple, le fluide frigorigène HFO-1336mzzZ a une proportion dans l'atmosphère inférieure à une partie par billion. Il n'est donc pas étonnant que seules des institutions hautement spécialisées soient en mesure d'effectuer de telles mesures. Parmi ces institutions figurent les stations de mesure du programme « Global Atmosphere Watch » (GAW) de l'Organisation météorologique mondiale (OMM) ou les deux réseaux « Advanced Global Atmospheric Gases Experiment » (AGAGE) et « National Oceanic and Atmospheric Administration » (NOAA).

Mais mesurer ne suffit pas, car les instruments doivent être étalonnés avec des gaz de référence hautement précis et traçables au SI. Et c'est justement lorsque des gaz de référence traçables au SI sont nécessaires que METAS entre en jeu. Traçabilité au SI signifie qu'une valeur mesurée est liée, par une chaîne ininterrompue d'étalonnages, à un étalon reconnu – dans ce cas, le Système international d'unités (SI). Les mesures sont ainsi comparables sur le long terme, indépendamment du lieu et de la méthode de mesure, ce qui est particulièrement utile aux scientifiques et aux décideurs politiques et administratifs.



Unité d'enrichissement de l'appareil de mesure pour les COV halogénés.

Mélanges de gaz de référence traçables au SI pour les COV halogénés

Il y a dix ans, l'Association européenne des instituts nationaux de métrologie EURAMET avait recommandé à ses membres, dans sa feuille de route, d'occuper et d'entretenir une niche dans leur domaine d'expertise afin de maintenir la qualité la plus élevée possible et d'éviter les doublons inutiles. Le laboratoire d'analyse des gaz de METAS avait déjà une longue expérience dans la production dynamique de gaz de référence dans le domaine des polluants atmosphériques. À cette époque, le Laboratoire fédéral d'essai des matériaux et de recherche (EMPA), qui exploite des stations de mesure des COV halogénés dans l'atmosphère, a fait part de son besoin de nouveaux gaz de référence. En effet, pour certains COV halogénés, il n'y avait pas de références, tandis que pour d'autres les références existantes n'étaient pas traçables au SI et certaines ne concordaient pas entre elles. Le besoin de mélanges de gaz de référence traçables au SI pour les COV halogénés était donc présent et représentait la niche parfaite pour METAS. D'autant plus que METAS disposait de l'expertise nécessaire et qu'aucun autre institut national de métrologie ne travaillait dans ce domaine. Le laboratoire d'analyse des gaz a donc commencé en 2014, dans le cadre d'un projet interne, à étendre l'infrastructure existante afin de pouvoir produire des mélanges de gaz de référence pour les COV halogénés. Comme ces substances sont présentes dans des proportions extrêmement faibles dans l'atmosphère et doivent être présentes à des proportions similaires dans le mélange de gaz de référence, la production de tels mélanges nécessite une instrumentation spécifique.

Processus de production dynamique

Le processus de production des gaz de référence traçables au SI commence par ce que l'on appelle un perméateur. Il s'agit d'un petit tube doté d'une membrane et rempli d'un COV halogéné pur. Pour produire, par exemple, un gaz de référence pour le HFO-1336mzzZ, ce tube est rempli de cette même substance. À température et pression constantes, la même quantité de COV halogéné pur – dans ce cas, le HFO-1336mzzZ – s'échappe toujours du perméateur. Une balance à suspension magnétique permet de mesurer la quantité de cette substance relâchée par le perméateur en un temps donné. En effet, lorsque la substance s'échappe du tube, celui-ci devient plus léger. Mais comme cette perte de masse n'est que de 100 à 500 nanogrammes par minute, il faut plusieurs jours de mesure pour obtenir une valeur stable et pertinente de la perte de masse. Pendant la mesure, le perméateur est suspendu dans une chambre à perméation à travers laquelle on fait passer une quantité définie de gaz. La proportion de COV halogénés dans le gaz de référence est calculée à partir de la perte de masse du perméateur et de ce flux de gaz. Comme cette proportion est encore nettement supérieure à celle présente dans l'atmosphère, le gaz de référence doit ensuite passer par deux étapes de dilution.

Les plus petites impuretés doivent être identifiées

Il faut impérativement éviter les impuretés du gaz de référence et les pertes, car la moindre perte ou la plus petite impureté rendra le mélange de gaz de référence inutilisable. C'est pourquoi les appareils de METAS sont dotés d'un revêtement spécial qui empêche les pertes de particules du gaz de référence par adhésion à la surface des instruments. De plus, l'ensemble de l'équipement a été analysé afin de détecter les impuretés potentielles. Pour de telles mesures, un instrument spécial est nécessaire pour pouvoir mesurer les plus infimes traces de ces substances. Le Laboratoire fédéral d'essai des matériaux et de recherche (EMPA) a construit pour METAS un appareil qui concentre les substances à mesurer dans jusqu'à six litres d'air et les mesure ensuite à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse et d'un spectromètre de masse. Grâce à cet appareil, il est désormais possible de détecter même les plus petites impuretés.

Processus de remplissage à -196 °C

Pour conserver et transporter le mélange de gaz de référence traçable au SI produit dynamiquement, on le verse dans des cylindres en acier inoxydable. Mais la tâche n'est pas aisée, car dans l'installation de production, le gaz s'écoule sans pression à un débit de deux à cinq litres par minute. Pour remédier à ce problème, METAS a développé tout spécialement pour cette application un système de remplissage cryogénique (« cryo filling system ») qui a été constamment amélioré. Le « cryo filling system » fonctionne selon le principe du « piège cryogénique »: le cylindre à remplir est placé dans un fût rempli d'azote liquide. Avec une température de -196 °C, l'azote liquide est extrêmement froid. Il liquéfie le gaz qui coule dans le cylindre froid. Le « cryo filling system » permet de contrôler très précisément la quantité de gaz versée dans le cylindre. Après le remplissage, le cylindre doit être décongelé. La qualité du gaz de référence traçable au SI est ensuite vérifiée. Ce gaz est alors prêt pour l'étalonnage des instruments de mesure.


Mélanges de gaz de référence

Dans le cadre du projet « HIGHGAS: Metrology for High Impact GreenHouse GASes » (métrologie pour les gaz à effet de serre à fort impact), réalisé à partir de 2014 à l'occasion du « European Metrology Research Programme » (Programme européen de recherche en métrologie), METAS a développé un set de mélanges de gaz de référence traçables au SI pour cinq substances halogénées. Les deux COV halogénés HFO-1234yf et CFC-13 de ce set sont désormais utilisés par le réseau AGAGE pour ses éta-

lonnages. Il s'agit d'un grand succès pour METAS qui lui a apporté une large reconnaissance internationale. Un autre set de mélanges de gaz de référence traçables au SI pour six substances a été élaboré dans un projet consécutif interne de METAS ainsi que dans le cadre du projet « MetClimVOC: Metrology for climate relevant volatile organic compounds ». Ce dernier a été réalisé à l'occasion du « European Metrology Programme for Innovation and Research ». Grâce à ce nouveau set de gaz de référence, l'EMPA a été le premier, et jusqu'à présent le seul, institut à pouvoir quantifier le HFO-1336mzzZ dans l'atmosphère. De plus, AGAGE utilise ce mélange de gaz de référence pour effectuer des mesures comparables au niveau mondial du 1,2-dichloroéthane dans l'atmosphère, un autre succès pour METAS.

METAS: «Central Calibration Laboratory»

Le programme « Global Atmospheric Watch » (GAW) de l'Organisation météorologique mondiale (OMM) est un partenariat de plus de 100 pays qui ont pour objectif de surveiller la composition chimique de l'atmosphère à long terme et de manière comparable grâce à un réseau mondial de stations de mesure. Pour que cela fonctionne, il faut des références de grande qualité. Pour certaines substances, une institution spécialisée joue le rôle de « Central Calibration Laboratory » au sein du GAW. Cela signifie que cette institution produit ces références et les met à la disposition des stations de mesure du GAW. Pour les oxydes d'azote, c'est par exemple l'Institut de métrologie néerlandais qui s'est chargé de cette tâche et pour l'ozone, il s'agit de son homologue américain. Jusqu'à maintenant, il n'y avait pas de « Central Calibration Laboratory » pour les COV halogénés. Il était donc logique pour le laboratoire d'analyse des gaz de METAS, après bientôt dix ans d'expérience dans ce domaine, de poser sa candidature au programme GAW pour cette fonction – et ce avec succès. Depuis juin 2023, METAS assume la fonction de « Central Calibration Laboratory » pour dix COV halogénés au total. Il est financé par MétéoSuisse, qui coordonne les tâches du GAW en Suisse. Avec cette tâche importante, METAS a posé la première pierre pour que ces substances puissent à l'avenir être mesurées de manière comparable au niveau mondial au sein du réseau GAW. Le laboratoire d'analyse des gaz ne peut cependant pas se reposer sur ses lauriers, car il existe encore de nombreux COV halogénés dans l'atmosphère pour lesquels on n'a pas encore de références traçables au SI – il reste donc encore beaucoup à faire. ●



Le revêtement coloré et brillant empêche que des particules du gaz de référence n'adhèrent aux surfaces.



METAS renforce ses relations avec l'Institut national de métrologie du Japon

METAS, en tant qu'Institut national de métrologie de la Suisse, et l'Institut national de métrologie du Japon ont conclu **un accord visant à renforcer leur coopération mutuelle dans le domaine de la métrologie et des mesures de référence** (*Memorandum of understanding*). L'accord a été conclu le 22 juin 2023 à Paris, en marge d'une réunion du Comité International des Poids et Mesures (CIPM). Il a été signé par Philippe Richard, directeur de METAS, et Takashi Usuda, directeur général du National Metrology Institute of Japan (NMIJ). L'objectif de cet accord est de promouvoir l'échange de connaissances scientifiques et techniques entre METAS et le NMIJ et d'élargir les compétences scientifiques et techniques des deux instituts.

Nouveau titre et nouvelle mise en page pour notre magazine de métrologie



Après plus de 15 ans avec le même look, il était temps d'offrir au «**METinfo**» un rajeunissement. Aussitôt dit, aussitôt fait: «**METinfo**» est devenu «**La Référence.**», et l'ancienne mise en page a été entièrement revue et actualisée. Le magazine a été restructuré et a gagné en lisibilité. Afin de vous permettre de mieux vous orienter et de vous offrir des aperçus intéressants, nous avons en outre créé de nouvelles rubriques: c'est ainsi que sont nées, entre autres, les rubriques «**En bref**», «**Objet**» et «**Regard en coulisses**». Vous pouvez découvrir les deux premières dans ce numéro. Comme l'ancien magazine de métrologie, «**La Référence.**» propose un contenu varié et informatif. Une version numérique sous forme de PDF peut être téléchargée à tout moment sur notre site web.

Prix de métrologie de la SSP

Cette année, le prix de la SSP récompensant un travail exceptionnel en rapport avec la métrologie a été décerné début septembre 2023 à Mohammad J. Beryhi. Il a été récompensé pour sa thèse de doctorat sur les systèmes quantiques nanomécaniques rédigée à l'EPF de Lausanne. Depuis 2014, METAS finance le prix décerné par la Société Suisse de Physique (SSP) pour les travaux d'exception en lien avec la métrologie. Nous félicitons chaleureusement M. Beryhi pour son prix et lui souhaitons plein succès en tant que CEO de sa start-up Luxtelligence.

Bob Joseph Mathew est président du CIML

Depuis le 17 octobre 2023, Dr Bob Joseph Mathew est le président du **Comité International de Métrologie Légale (CIML)**.



Il a été désigné pour un mandat de six ans. Le chef du département Métrologie légale et directeur suppléant de METAS est le premier Suisse à occuper cette fonction. Auparavant, il a été durant quatre ans vice-président de ce comité.

Il est le dixième président de cette organisation internationale qui existe depuis 1955.



Un système qualité de confiance

La confiance allouée au bon fonctionnement du système qualité s'est vue reconduite le 29 mars 2023 pour une nouvelle période de cinq ans lors du *Technical Committee for Quality (TC-Q)*, organisé cette année par METAS en ses murs.

METAS exploite depuis 2001 un système de management de la qualité qui couvre ses domaines d'activité métrologiques selon les normes ISO 17025 et ISO 17034. Ce système est passé en revue par le comité technique pour la qualité d'EURAMET (TC-Q) de manière régulière dans le cadre du CIPM Mutual Recognition Arrangement (CIPM MRA).

Détection des tremblements de terre au moyen de réseaux à fibres optiques

Dominik Husmann et Jacques Morel de METAS ont réussi une nouvelle percée technologique en collaboration avec le groupe du professeur Andreas Fichtner de l'EPF de Zurich : ils ont utilisé des réseaux de fibres optiques existants pour détecter les tremblements de terre sur de grandes distances. La technologie se fonde sur l'atténuation active du bruit de phase et a été développée à l'origine pour la diffusion de fréquences de référence optiques. Son application aux phénomènes sismiques pourrait désormais contribuer à une détection plus rapide et plus précise des tremblements de terre, offrant ainsi une meilleure protection contre les catastrophes naturelles.

Veuillez scanner le code QR suivant afin de lire la publication scientifique dans le magazine « Scientific Reports ».



Le service logistique et, en particulier, son équipe sont un pilier de METAS. Les vérifications, les contrôles et les étalonnages pour notre clientèle ne pourraient pas être réalisés sans leur travail. Il serait également impensable d'envisager des campagnes de comparaison sans une expédition fiable d'instruments de mesure. Entre septembre 2022 et septembre 2023, notre logistique a réceptionné le nombre impressionnant de

11100

envois et les a remis à leurs destinataires.

« Le rôle des essais logiques continuera important dans un m numérique. »

Après quatre ans passés à la tête du domaine Vérifications et essais, Fabiano Assi assume depuis début 2023 la direction de la division Physique, devenant de ce fait membre de la direction. En tant que chef de division, Fabiano Assi dirige plus de 70 collaboratrices et collaborateurs. Dans l'entretien qu'il nous a accordé, il revient sur son parcours et explique ce qui l'a motivé à changer de poste.

Interview avec Fabiano Assi conduite par Xavier Rappo

Fabiano, tu es membre de la direction de METAS depuis janvier 2023. Qu'est-ce qui t'a poussé à reprendre cette fonction ?

En octobre 2022, le poste de chef de la division Physique s'est libéré, et on m'a demandé si j'étais prêt à reprendre cette fonction par intérim. J'y ai vu l'occasion d'acquérir de l'expérience et de m'engager dans un domaine qui m'intéressait beaucoup. Durant ma période d'intérim entre octobre et novembre 2022, j'ai appris à mieux connaître la division, ses processus opérationnels et ses collaboratrices et collaborateurs. Je me suis rendu compte que ce poste était extrêmement passionnant et exigeant. C'est ce qui m'a décidé à poser ma candidature pour ce poste et à finalement l'accepter.

Quelle est la plus grande différence entre ton ancien poste de responsable du domaine Vérifications et essais et ton nouveau poste à la tête de la division Physique ?

La plus grande différence réside dans l'ampleur et la complexité des responsabilités. Dans ma fonction actuelle de chef du département Physique, je dirige désormais plus de 70 personnes, contre à peine 20 dans mon ancien poste. En tant que membre de la direction, je me suis aussi rapidement rendu compte que mes décisions ont maintenant un impact bien plus important sur l'organisation. Je peux cependant toujours compter sur le soutien de mes collègues de la direction et échanger avec mes collaboratrices et collaborateurs.

mé- tro- d'être très onde



Fabiano Assi est le nouveau chef de la division Physique de METAS depuis le 1^{er} janvier 2023.

Auparavant, tu travaillais dans les sciences des matériaux et dans la gestion des innovations, des activités plus axées sur la pratique. Ce lien avec la pratique ne te manque-t-il pas dans ta nouvelle fonction ?

Le lien avec la pratique n'a absolument pas disparu ; bien au contraire, il est omniprésent. Je reçois quotidiennement des informations concernant différents projets, j'échange régulièrement avec les collaboratrices et collaborateurs des laboratoires et avec les chefs des domaines sur les derniers développements et différentes activités. De plus, je suis en contact étroit avec la clientèle et les partenaires. Certes, il ne s'agit plus d'activités pratiques directes au laboratoire, mais le lien indirect à la technique perdure, il est essentiel pour moi.

Tu as dirigé le domaine Vérifications et essais pendant cinq ans jusqu'à la fin 2022. De quoi es-tu particulièrement fier pendant cette période ?

Je suis particulièrement fier des débats et de l'élaboration de la Vision METAS 2025 qui ont eu lieu au cours des années 2019 et 2020. J'ai eu la possibilité de participer en partie à l'élaboration de cette vision. La réorganisation du domaine Vérifications et essais a également été une étape importante. Lorsque j'ai repris le domaine en 2018, il était organisé selon une structure totalement différente. J'ai également apprécié ma participation à des projets tels que la révision du processus d'approbation et l'organisation de la Journée technique pour la circulation routière en septembre 2022. Toutes ces expériences ont contribué à mon enrichissement personnel et m'ont montré que des changements et des visions communes pouvaient être mis en œuvre.



Fabiano Assi aime photographier durant son temps libre. Il a participé à un concours avec les photos suspendues dans son bureau.

Et de quoi es-tu moins fier ?

Les projets et les demandes dans le domaine de la conduite autonome, auxquels j'ai participé en tant que chef de domaine, ont été une expérience décevante. Nous avons suivi différentes approches et tenté d'initier des projets communs avec d'autres instituts de métrologie. Malheureusement, nos projets n'ont pas été acceptés. Nous y avons investi du temps et de ressources sans obtenir le succès escompté.

Regardons vers l'avenir: dans le rapport d'activité 2022, on peut lire « Solidement positionné pour relever les défis de demain ». Qu'est-ce que cela signifie concrètement pour ta division ? Quels sont ces défis ?

Pour notre division, cela signifie concrètement que nous devons nous préparer aux évolutions en matière de métrologie, notamment à des instruments et des systèmes de mesure à la fois plus exacts et plus complexes. Il s'agit de comprendre et construire dès aujourd'hui ce dont nous aurons besoin dans le futur. Différents thèmes se dégagent actuellement, parmi lesquels la numérisation, la physique quantique et, de façon plus générale, des instruments de mesure plus précis ou avec des incertitudes plus faibles. Nous devons bien comprendre quelles seront les futures exigences techniques et comment la métrologie peut contribuer à répondre à ces besoins. Notre département doit faire preuve de souplesse et être en mesure de s'adapter afin de pouvoir répondre à ces défis en constante évolution.

Et comment y faire face ?

Pour la division Physique, se préparer aux défis de demain signifie avant tout prendre des décisions stratégiques. METAS est un petit institut de métrologie comparé à d'autres. Nous ne disposons pas des moyens et des ressources nécessaires pour suivre tous les thèmes et projets en profondeur. Nous devons donc examiner avec soin les domaines et les projets que nous suivons. Nous devons prendre les bonnes décisions pour nous assurer de ne pas rater les évolutions importantes, tout en utilisant efficacement nos ressources limitées. Cela nécessite une évaluation et une adaptation continues de nos stratégies et de nos priorités.

De quoi sera fait l'avenir de la métrologie pour le département Physique ?

Dans l'ensemble, il apparaît que la métrologie physique continuera à jouer un rôle central dans la recherche scientifique et les applications technologiques. Mais elle est confrontée à plusieurs évolutions et défis: d'une part, il s'agit d'améliorer constamment l'exactitude des mesures et d'éviter les incertitudes. D'autre part, les systèmes de mesure en réseau et l'intelligence de mesure représentent un thème crucial: la tendance va dans le sens du développement de systèmes de mesure dans lesquels les différents instruments sont interconnectés



« La plus grande différence réside dans l'ampleur et la complexité des responsabilités. »

et s'appuient sur plusieurs capteurs pour effectuer une mesure à la fois précise et intelligente. Toutefois, des standards et des méthodes doivent encore être établis pour tester et valider ces systèmes de mesure en réseau.

L'amélioration constante de l'exactitude et l'intégration de nouvelles technologies contribueront à rendre la métrologie encore plus pertinente à l'avenir.

Des contrôles métrologiques seront-ils toujours nécessaires à l'avenir? Presque tout est numérisé aujourd'hui, plus rien ne peut être mal mesuré.

Des contrôles métrologiques seront toujours nécessaires, même dans un monde numérique. Ainsi, les processus naturels, comme les réactions chimiques ou les phénomènes physiques, sont fondamentalement analogiques. La numérisation n'intervient qu'au moment où ces processus sont mesurés et les données transférées dans des formats numériques. Des contrôles métrologiques sont donc nécessaires pour garantir l'exactitude et la fiabilité de ces mesures.

De plus, les contrôles métrologiques seront particulièrement importants pour les algorithmes et les systèmes d'intelligence artificielle. Ces systèmes traitent et analysent des données numériques, mais la qualité et l'exactitude des données d'entrée sont et seront toujours fondamentales. Les contrôles métrologiques sont également nécessaires pour garantir que les données traitées par ces systèmes soient toujours fiables.

Comment METAS peut-il profiter au mieux de ton expérience?

Dans l'ensemble, j'offre un large éventail de compétences et d'expériences qui peuvent contribuer à renforcer METAS dans ses activités de recherche et de développement et à faire progresser la réalisation de ses objectifs.

Durant plus de onze ans, dans l'industrie solaire et des semi-conducteurs, j'ai travaillé dans un environnement extrêmement dynamique. METAS peut profiter de ma capacité à penser «out of the box» et à trouver des solutions créatives à des défis complexes.

Mon expérience des relations avec une clientèle issue de différents pays et différentes cultures permet en outre à METAS de renforcer ses relations avec la clientèle et d'être compétitif au niveau international. De plus, mon expérience des grands projets intersites contribue à établir des pratiques efficaces de gestion de projet au sein de METAS et à optimiser la réalisation des projets.

Enfin, grâce à mon parcours académique dans des universités en Suisse et aux États-Unis, j'apporte une solide expérience de la recherche. Cela me permet de promouvoir l'excellence scientifique au sein de METAS et de faire avancer les projets de recherche et d'innovation. ●

« L'amélioration constante de l'exactitude et l'intégration de nouvelles technologies contribueront à rendre la métrologie encore plus pertinente à l'avenir. »



À propos de METAS

10 ans en tant qu'institut fédéral

Fondé en 1862, l'Office fédéral de vérification est devenu l'Institut fédéral de métrologie METAS. Depuis 2013, METAS est un institut fédéral, c'est-à-dire une unité décentralisée de l'Administration fédérale dotée de sa propre personnalité juridique et de sa propre comptabilité. En juin dernier, METAS a fêté ses dix premières années en tant qu'institut fédéral. Son rôle comme référence digne de confiance pour des mesures exactes et des résultats fiables était au cœur de cette manifestation. Jetons un regard sur les débuts et surtout sur les dix dernières années.

D^r Jürg Niederhauser

En septembre 1862, le Conseil fédéral décide de créer l'Office fédéral de vérification, l'institution qui a précédé l'actuel METAS. Au cours de ses plus de 160 ans d'existence, METAS s'est continuellement adapté aux exigences de son temps, tant en termes de développement technico-scientifique qu'en termes d'organisation. L'Office fédéral de vérification est ensuite devenu l'Office fédéral des poids et mesures (OFPM), puis l'Office fédéral de métrologie (OFMET), l'Office fédéral de métrologie et d'accréditation METAS, l'Office fédéral de métrologie METAS et enfin l'Institut fédéral de métrologie METAS.

De l'office fédéral à l'institut fédéral

Il y a un peu plus de dix ans, le 1^{er} janvier 2013, l'ancien Office fédéral a été transformé en un établissement de droit public doté d'une personnalité juridique et d'une comptabilité propres. METAS a ainsi obtenu une plus grande autonomie pour lui permettre de s'acquitter de ses tâches de manière plus efficace. Une organisation plus souple est essentielle pour relever au mieux les défis technologiques auxquels un institut national de métrologie est confronté. D'autre part, compte tenu de l'importance que revêt un institut national de métrologie pour la société et sur le plan économique, il convient de maintenir un lien avec l'État.

Garantir des mesures fiables

Durant toutes ces années, les tâches fondamentales sont restées les mêmes: METAS est chargé de veiller à l'exactitude des mesures réalisées en Suisse pour

répondre aux attentes de l'économie, de la recherche et de la société. L'institut doit également veiller à ce que les mesures requises dans le commerce et les transports ainsi que pour la protection et la sécurité des êtres humains et de l'environnement soient réalisées correctement et en conformité avec les prescriptions légales.

Une métrologie fiable est la base qui permet d'instaurer la confiance dans les mesures de toutes sortes dans la vie quotidienne – c'était le cas dans le passé, c'est le cas aujourd'hui, et ce sera encore le cas à l'avenir.

Nouveaux thèmes et nouveaux domaines

Pour pouvoir caractériser les luminaires de manière fiable, la métrologie était et reste essentielle dans le domaine de l'optique. Aujourd'hui, les capteurs jouent un rôle de plus en plus important dans la technique d'éclairage, car ils contribuent aux économies d'énergie. Il y a trois ans, METAS a mis en place un laboratoire d'essai pour pouvoir tester de tels détecteurs de mouvement et de présence. Ce nouveau laboratoire d'essai est un exemple des développements qui ont eu lieu au cours des dix années d'existence de METAS en tant qu'institut. Il s'agit d'une nouvelle installation dans un domaine où METAS est déjà actif depuis longtemps avec succès: l'optique. Ces dernières années, METAS a également mis en place des installations dans de nouveaux domaines, par exemple la biologie et la médecine de laboratoire.



Les visiteurs ont montré un vif intérêt pour les équipements de mesure de METAS lors de la journée des clients.



Le laboratoire de biologie médicale mis en service à l'automne 2021.

Les mesures traçables, comme elles sont courantes en physique et en chimie, prennent également de plus en plus d'importance en médecine de laboratoire. Dans ce domaine, METAS s'est spécialisé dans la métrologie des acides nucléiques. Afin d'être à la fois un interlocuteur et un prestataire de services fiable dans ce domaine, METAS a mis en place un laboratoire de biologie qui a été mis en service à l'automne 2021.

Nouvelles tâches

L'évolution de l'Institut se reflète également dans les chiffres: en 2013, METAS affichait un effectif de 151 postes à temps plein, contre 239 à l'heure actuelle, places de formation comprises. METAS est très engagé dans la formation professionnelle, comme en témoigne la proportion élevée d'apprenties et d'apprentis en 2022, ce chiffre était de 8,4% de l'ensemble du personnel.

L'augmentation des effectifs est due à la reprise par METAS de tâches et des installations correspondantes. Ainsi, METAS a élargi à plusieurs reprises ses activités de laboratoire en chimie analytique. Le laboratoire des douanes de l'ancienne Administration fédérale des douanes (AFD) a été intégré à METAS en 2017 et les laboratoires de l'Office fédéral de la sécurité alimentaire et des affaires vétérinaires (OSAV) au début de cette année.

Une référence digne de confiance

Depuis sa création en 1862 en tant qu'Office fédéral de vérification, METAS s'est toujours adapté aux exigences de son temps, tant en termes de développement technico-scientifique qu'en termes d'organisation. Depuis un peu plus de dix ans, METAS, en tant qu'institut fédéral, remplit son rôle de référence digne de confiance pour des mesures exactes et des résultats fiables dans différents secteurs.

Adaptation de l'organisation

METAS a constamment adapté ses structures et ses processus aux exigences technologiques et sociales. Un département autonome Chimie, devenu entre-temps Chimie et biologie, a été créé en 2019 pour tenir compte de l'importance croissante de la traçabilité métrologique en chimie et en biologie. De nouveaux domaines ont été créés, tels que la transformation numérique, la science des données ainsi que le service à la clientèle et communication. ●

Objet

Marque de conformité




METAS-Cert certifie des fabricants et leurs instruments de mesure afin que le marquage de conformité CE et le M métrologique y soient apposés pour un usage réglementé.

Le marquage indique la conformité aux exigences européennes spécifiques au produit, il peut alors circuler librement au sein de l'Union européenne.

Ainsi vous trouvez notre numéro 1259 sur divers instruments, parmi lesquels les instruments de pesage, les compteurs d'énergie électriques, ou encore, dans un contexte plus convivial, les verres.

Matériaux de référence certifiés: la métrologie au service de la sécurité alimentaire



Les denrées alimentaires riches en protéines comme les produits laitiers peuvent contenir des impuretés très diverses, ce qui peut représenter un danger pour les consommatrices et les consommateurs. Grâce au matériau de référence de METAS, les consommatrices et les consommateurs peuvent avoir confiance dans la sécurité alimentaire.

Comment garantir que nos denrées alimentaires sont sûres et ne présentent aucun risque pour la santé? Nos chercheuses et chercheurs ont récemment développé un nouveau matériau de référence certifié pour la détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des éléments toxiques sur la base des protéines du petit-lait. Il est ainsi possible de détecter ces impuretés dangereuses dans notre alimentation de manière fiable et traçable à des valeurs de référence sur le plan métrologique.

La sécurité alimentaire ne doit pas être une affaire de hasard

Aujourd'hui, la sécurité alimentaire est sur toutes les lèvres. Au fur et à mesure que nous prenons conscience de l'importance d'une alimentation saine, nous voulons également nous assurer que notre nourriture est exempte de substances nocives. C'est pourquoi l'Organisation mondiale de la santé (OMS) demande une meilleure évaluation de l'impact des produits chimiques sur la charge de morbidité transmise par les denrées alimentaires. Pour ce faire, il est nécessaire de collecter davantage de données de surveillance des contaminants (impuretés) dans les denrées alimentaires, basées sur des résultats de mesure exacts et traçables sur le plan métrologique.

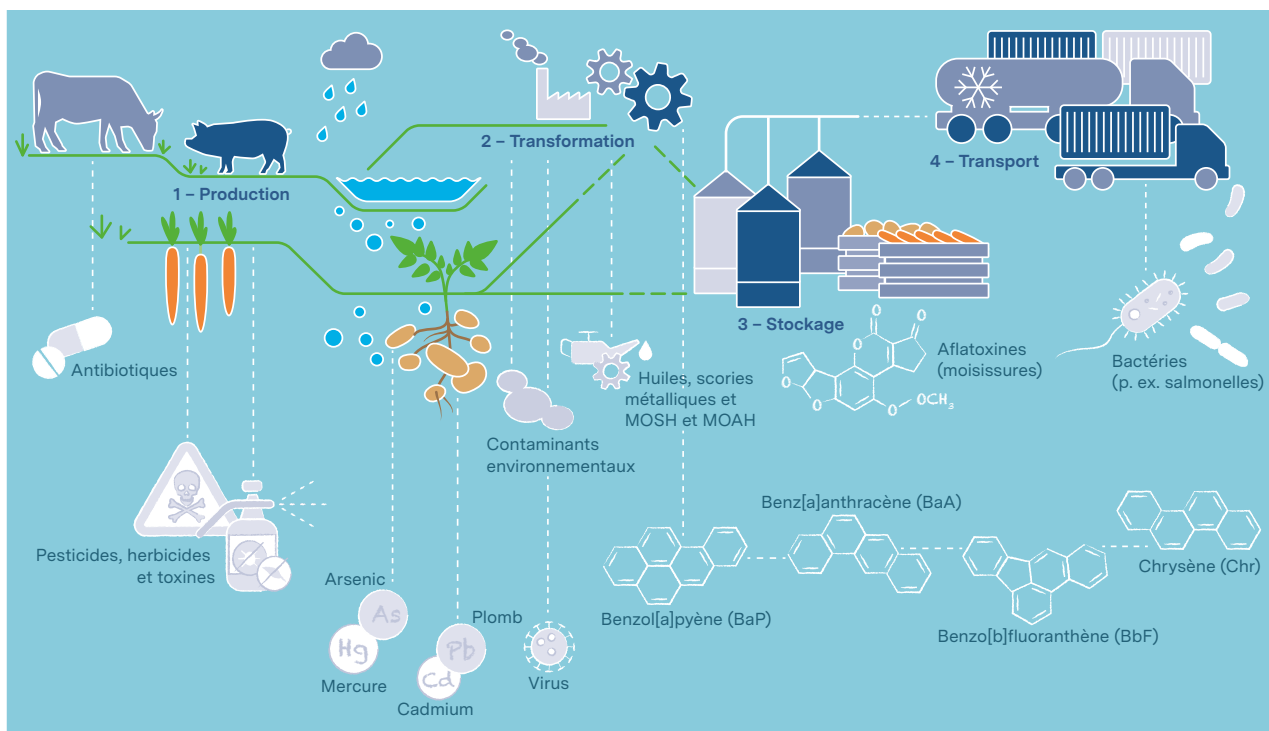
HAP et éléments toxiques: des menaces invisibles dans notre alimentation

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont des composés organiques nocifs constitués d'hydrocarbures, dont la structure comprend au moins deux cycles aromatiques condensés. Ils sont principalement issus de la combustion incomplète de la matière organique. Plusieurs de ces composés

HAP sont classés comme génotoxiques (causant des dommages à l'ADN) et cancérigènes (provoquant le cancer)¹.

Ils peuvent être présents dans différentes denrées alimentaires (p. ex. dans les produits céréaliers, la viande et le poisson fumés ou grillés sur le feu, les huiles et graisses végétales, le thé et le café) et représentent un risque pour la santé humaine. La contamination des denrées alimentaires par les HAP peut résulter d'un environnement pollué (sol, eau, air), de la transformation (industrielle ou domestique) ou des processus et matériaux d'emballage. La faible solubilité des HAP dans l'eau et leur caractère lipophile (qui a de l'affinité pour les graisses) leur permettent de s'accumuler facilement dans les produits alimentaires.

La présence d'éléments tels que l'arsenic (As), le plomb (Pb), le cadmium (Cd) et le mercure (Hg) dans l'environnement et, par conséquent, dans notre alimentation, est tout aussi nocive, car elle est toxique pour l'homme et l'animal.



Les denrées alimentaires peuvent être contaminées par de dangereux polluants de différents types.

Les quantités maximales des quatre HAP benzo [a]-pyrène (BaP), benzo[a]anthracène (BaA), benzo[b]-fluoranthène (BbF) et chrysène (Chr) ainsi que des éléments toxiques As, Cd, Hg et Pb dans les denrées alimentaires sont donc réglementées par des ordonnances² au sein de l'Union européenne (UE) et en Suisse.

Comment contrôlons-nous ce qui doit être contrôlé ?

L'analyse des contaminants chimiques dans les denrées alimentaires destinée à assurer le respect des valeurs limites réglementaires et à garantir la protection des consommatrices et des consommateurs est effectuée par les laboratoires de contrôle des denrées alimentaires à l'aide de méthodes analytiques précises, fiables et éprouvées. Celles-ci nécessitent le plus souvent une préparation des échantillons complexe et dépendante de la matrice (c'est-à-dire des composants de l'échantillon qui ne font pas l'objet de l'analyse, par opposition à la substance d'intérêt), ainsi que des procédures de mesure éprouvées, y compris l'extraction (extraction par solvant, isolement), la purification, la concentration et la mesure.

Les matériaux de référence certifiés (MRC) jouent un rôle crucial dans le développement, la validation et l'évaluation des performances de ces méthodes d'analyse, ainsi que dans la garantie de la traçabilité métrologique des résultats de mesure à une référence uniforme: le Système international d'unités (SI).

Le principe d'utilisation d'un MRC est simple: si le processus d'analyse (ou, le cas échéant, l'appareil d'analyse «seul») détermine que les valeurs d'impuretés dans le MRC (en tenant compte des incertitudes de mesure attendues et estimées) correspondent à celles certifiées et fournies par le fabricant, alors ladite procédure est «prête» pour l'analyse d'échantillons réels. Le MRC permet donc de contrôler l'ensemble du processus analytique de chaque laboratoire et de l'adapter si nécessaire.

Ces dernières années, les besoins en MRC pour l'analyse des contaminants dans les denrées alimentaires, y compris les HAP et les éléments toxiques, se sont considérablement accrus. Toutefois, comme il existe encore trop peu de ces produits de référence disponibles sur le marché, il est difficile d'effectuer en laboratoire le contrôle de la qualité destiné à garantir la sécurité alimentaire.

Le matériau de référence certifié de METAS

Un groupe de chercheuses et de chercheurs du domaine Métrologie chimique et biologique de METAS s'était fixé pour objectif de produire et de caractériser (la caractérisation étant une procédure permettant de déterminer et de décrire certaines propriétés, caractéristiques ou qualités d'une substance) le MRC nommé WP-CBR001 pour analyser les quatre HAP, BaA, BaP, BbF et Chr, et les éléments As, Cd, Hg et Pb dans une denrée alimentaire riche en protéines (à l'aide d'une matrice à haute teneur en protéines du petit-lait en poudre).

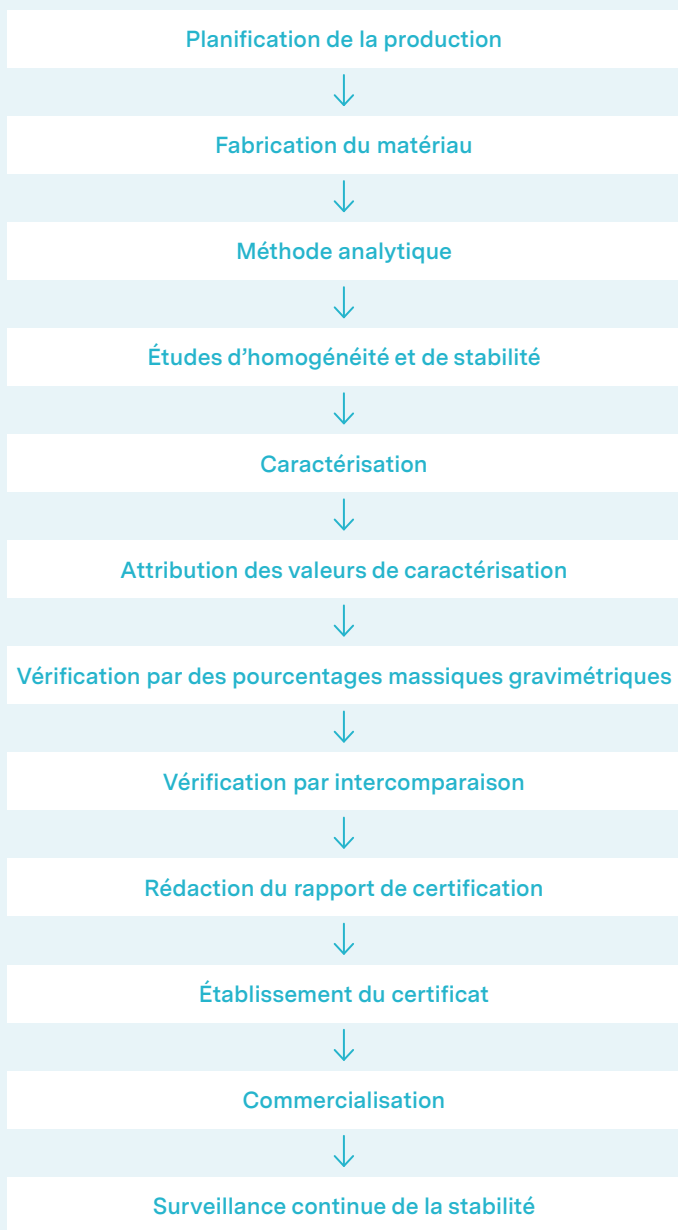
Bien que les protéines du petit-lait ne soient pas expressément mentionnées comme denrées alimentaires dans les ordonnances pertinentes relatives aux HAP et aux éléments toxiques, on peut les utiliser comme modèles pour les matrices à haute teneur en protéines. Les protéines du petit-lait en poudre sont issues du petit-lait, un sous-produit liquide de la production fromagère, et sont donc disponibles en grandes quantités dans l'industrie laitière. Elles ont une valeur nutritionnelle élevée et constituent l'un des additifs alimentaires les plus utilisés au monde en raison de leur teneur élevée en éléments essentiels et en acides aminés. Comme pour de nombreux autres additifs alimentaires et compléments alimentaires, on ne peut pas exclure la contamination des protéines du petit-lait par des HAP et des éléments toxiques à cause de la pollution, des processus de production ou des matériaux d'emballage.

Conception du développement du MRC

Le développement du matériau de référence certifié WP-CBR001 au moyen des analytes cibles HAP BaA, BaP, BbF et Chr et des éléments As, Cd, Hg et Pb a été réalisé en tant que projet commun entre METAS, l'entreprise Sigma-Aldrich Production GmbH (filiale de Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne) et Hochdorf Swiss Nutrition Solutions AG et comprenait les étapes principales suivantes (basées sur [3] et [4]):

Fabrication du WP-CBR001

Les protéines du petit-lait en poudre produites industriellement et que l'on trouve dans le commerce se sont avérées exemptes d'HAP et d'éléments cibles, ce qui a nécessité une contamination active du petit-lait liquide par BaA, BaP, BbF, Chr, As, Cd, Hg et Pb avant la transformation ultérieure en MRC. L'ensemble du processus de production du WB-CBR001 correspondait exactement à celui qui est utilisé dans



Planification des étapes principales relatives au développement du matériau de référence certifié WP-CBR001 de METAS.

l'industrie, ce qui a permis d'obtenir un MRC avec un comportement de préparation des échantillons similaire à celui des véritables protéines du petit-lait en poudre.

Comme les pourcentages massiques d'HAP et d'éléments toxiques dans les protéines du petit-lait en

poudre ne sont pas expressément réglementés au sein de l'UE et en Suisse, les chercheuses et chercheurs de METAS ont déterminé le pourcentage massique cible de chacun des quatre HAP et des quatre éléments toxiques au moyen d'une hypothèse rationnelle.

On a contaminé la matière première du petit-lait, issue d'un flux de production industriel conventionnel, avec les quatre HAP et les quatre éléments toxiques au moyen d'une solution de protéine spike. Après l'adjonction de tous les contaminants, le petit-lait a été séché par pulvérisation dans une installation d'essai industrielle, ce qui a donné lieu à des protéines de petit-lait en poudre, dont les principaux composants correspondent à des protéines de petit-lait en poudre fabriquées commercialement dans des conditions similaires à celles du matériau de référence certifié WP-CBR001 et avec les valeurs nutritionnelles suivantes:

Composition	Pourcentage massique (g/100 g)
Protéines	77
Glucides	10
Matières grasses	6
Eau	5
Autres	2

On a rempli environ 700 bouteilles en verre numérotées de 30 g chacune avec ce produit fini et on les a stockées au congélateur.

Le WP-CBR001 est de bonne qualité!

En ce qui concerne l'étude d'homogénéité, on a analysé dix bouteilles choisies au hasard en trois étapes, et aucune inhomogénéité significative n'a pu être observée sur le plan statistique, ni à l'intérieur des bouteilles, ni entre elles.

En ce qui concerne l'étude de stabilité, on a entreposé des bouteilles séparément, à différentes températures (-20 °C, 4 °C, température ambiante, 45 °C) pendant une période allant jusqu'à douze mois et on les a ensuite analysées. Aucune instabilité significative sur le plan statistique n'a pu être constatée, même à température ambiante et même brièvement à des températures plus élevées.

Durant la caractérisation qui a suivi, les laboratoires de METAS ont déterminé avec exactitude les pourcentages massiques (teneurs) des huit contaminants ajoutés, et ils ont procédé à une estimation de l'incertitude de ces valeurs en tenant compte de toutes les grandeurs d'influence.

Enfin, les valeurs certifiées du matériau de référence WP-CBR001 ont pu être confirmées par une comparaison interlaboratoires (une contre-analyse effectuée par des laboratoires de contrôle en Suisse et en Allemagne dans des conditions de laboratoire réelles) et par des valeurs gravimétriques issues du bilan de masse de la production (la quantité exacte de contaminants ajoutés dans la quantité totale du produit fini est connue). Une des conclusions importantes de la comparaison interlaboratoires est que l'extraction complète des quatre HAP a été uniquement possible au moyen de solvants polaires et protiques (p. ex. eau et méthanol). Ces connaissances seront importantes à l'avenir pour établir de nouvelles méthodes d'analyse standardisées.

Un produit important issu des laboratoires de METAS

La protection des consommatrices et des consommateurs contre l'absorption de contaminants dangereux pour la santé est une tâche importante des laboratoires de sécurité alimentaire. De nombreux processus d'analyse différents sont utilisés pour contrôler les dispositions légales. Comme les préparations des échantillons nécessaires peuvent varier considérablement entre les différentes matrices alimentaires, le choix d'un MRC proche de la denrée alimentaire analysée est décisif.

Le matériau de référence certifié WP-CBR001 développé par METAS sur la base de protéines du petit-lait pour la détermination des HAP⁵ et des éléments toxiques est très proche d'une matrice alimentaire réelle potentiellement contaminée et riche en protéines. Le WP-CBR001 peut être utilisé pour déterminer de manière exacte et traçable les pourcentages massiques des quatre HAP, BaA, BaP, BbF et Chr, ainsi que des quatre éléments As, Pb, Cd et Hg dans les denrées alimentaires. Le produit est déjà disponible sur le marché et sert à améliorer ou à contrôler les méthodes d'analyse des laboratoires de contrôle des denrées alimentaires afin d'obtenir des résultats comparables et valables.



- 1 Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. Evaluation of certain food additives and contaminants. Prepared by the sixty-seventh meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. Rome; Italy. 2007. <https://apps.who.int/iris/handle/10665/43592>
- 2 Règlement (UE) 2023/915 de la Commission du 25 avril 2023 concernant les teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires et abrogeant le règlement (CE) N° 1881/2006 (texte présentant de l'intérêt pour l'EEE). Official Journal of the European Union. 2023;119:103-157 et Ordonnance du DFI du 16 décembre 2016 sur les teneurs maximales en contaminants (Ordonnance sur les contaminants, OCont) (état au 1^{er} juillet 2020). RS 817.022.15
- 3 Organisation internationale de normalisation. ISO 17034:2016 – Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence. Genève: ISO 2016
- 4 Organisation internationale de normalisation. Guide ISO 35:2017 – Matériaux de référence – Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité. Genève: ISO 2017
- 5 S. Lobsiger, L. Märki, S. Mallia, G. Umbricht, H. Sprecher, K. Breitruock, M. Obkircher, Development of a novel certified reference material for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in whey protein powder, Anal Bioanal Chem (2023), <https://doi.org/10.1007/s00216-023-04863-9>

Distribution du matériau de référence:

En Suisse: references@metas.ch

À l'international: sigmaaldrich.com



Le WP-CBR001 avec, en arrière-plan, une des quelque 700 bouteilles de 30 g contenant le nouveau MRC de METAS.

Valeurs certifiées dans le matériau de référence WP-CBR001

Contaminants: HAP	Pourcentage massique ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Incertitude ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Benzo[a]anthracène (BaA)	3,17	0,32
Benzo[a]pyrène (BaP)	4,18	0,48
Benzo[b]fluoranthène (BbF)	4,73	0,49
Chrysène (Chr)	2,85	0,33

Contaminants: éléments toxiques	Pourcentage massique (mg/kg)	Incertitude (mg/kg)
Arsenic (As)	0,214	0,033
Plomb (Pb)	0,494	0,032
Cadmium (Cd)	0,200	0,019
Mercuré (Hg)	0,555	0,011

L'incertitude des valeurs certifiées dans les deux tableaux représente l'incertitude élargie en utilisant un facteur d'élargissement $k=2$, ce qui correspond à un intervalle de confiance d'environ 95 %.

Tirer une bière en une minute ou en trente ans grâce à des débits flexibles et précis

L'étalonnage des dispositifs de débit est un aspect important dans divers secteurs des industries pharmaceutiques, de chimie en flux continu et microfluidiques, où le dosage des liquides de processus ou des mesures exactes de débit sont nécessaires. METAS a donc développé des infrastructures munies d'étalons à piston de sa propre conception, qui permettent de mesurer le débit de liquides avec des profils de débit non constants pour résoudre le problème de la mesure des profils de débit variables de liquides de processus. La limite inférieure de débit de ces appareils consisterait à mettre trente ans pour tirer une bière.

D^r Hugo Bissig, Martin Tschannen, D^r Marc de Huu

Le dosage des liquides de processus ou la mesure exacte du débit sont cruciaux dans divers secteurs des industries pharmaceutiques, de chimie en flux continu et microfluidiques, ou même dans la chromatographie liquide haute performance (CLHP). Les dispositifs de débit utilisés peuvent ainsi être étalonnés pour obtenir des informations sur la précision et l'exactitude de l'affichage de débit et sa stabilité à longue échéance. L'étalonnage du débitmètre ou du dispositif microfluidique avec le liquide de processus est essentiel. En effet, faire varier les profils de débit dynamiques pour simuler tous les processus de dosage donne une vue d'ensemble importante du comportement de ces dispositifs et de leur exactitude dans des conditions de débit variables. Le liquide de processus en lui-même peut influencer la performance du dispositif de débit¹.

METAS a donc développé des infrastructures équipées d'étalons à piston de sa propre conception pour régler le problème de la mesure des profils de débit variables de liquides de processus. Le débit le plus faible correspondrait à mettre trente ans pour tirer

une bière²⁻⁴. Les étalons à piston développés par METAS permettent de modifier le débit en quelques secondes seulement. La variation de débit générée est traçable grâce à la mesure de position étalonnée et au diamètre intérieur du piston. La méthode gravimétrique de l'installation Microflow a également été mise à niveau à l'aide d'un bécher à capillaire, dans lequel un capillaire est monté verticalement et rempli d'eau afin de placer l'aiguille de sortie dans l'ouverture du capillaire formant le point de contact pour le flux de l'eau dans le bécher. Cela réduit au minimum les instabilités des données de pesée pendant les variations de débit^{3,5} (figure 2).

L'étalon à piston conçu par METAS est un étalon primaire

Les étalons à piston conçus par METAS sont capables de générer des débits permettant de tirer une bière en quasiment une minute ou en trente ans, soit une fourchette comprise entre 400 ml/min et 20 nl/min (voir figure 1)²⁻⁴. Ces débits sont obtenus avec des seringues en verre disponibles dans le commerce ou des pistons de fabrication maison avec des plages de volume allant de 0,05 ml à 200 ml. Les plages de vitesse associées des étalons à piston, quant à elles,

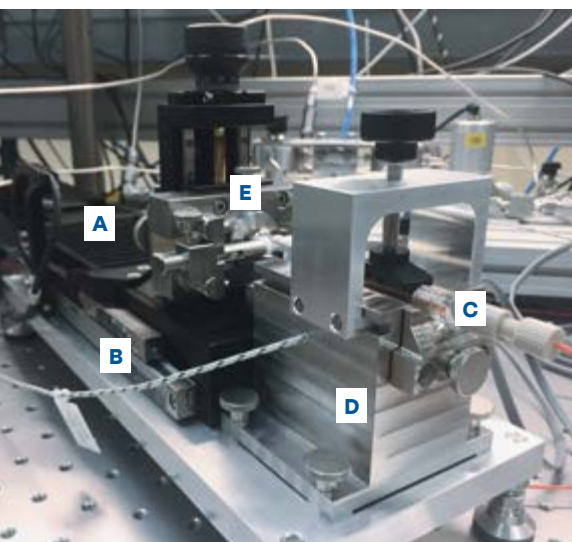


Figure 1: Étalon à piston de l'installation Microflow conçu par METAS. (A) table linéaire de haute précision, (B) système de mesure linéaire, (C) seringue, (D) fixation du corps de seringue, (E) fixation et positionnement du piston de seringue. La même conception et les mêmes composants sont utilisés pour l'étalon à piston de METAS de l'installation Milliflow, mais avec une plage de vitesses différente.

vont de 0,1 mm/s à 0,1 $\mu\text{m/s}$ pour l'infrastructure Microflow et de 4,0 mm/s à 4,0 $\mu\text{m/s}$ pour l'infrastructure Milliflow. Les étalons à piston conçus par METAS sont des étalons primaires pour le débit volumétrique, car la vitesse du piston est étalonnée en longueur ainsi qu'en temps et le diamètre intérieur en longueur. La multiplication de la vitesse et de la section du piston permet d'obtenir le débit traçable.

Le déplacement du piston est contrôlé par une table linéaire de haute précision avec un système de mesure linéaire fixe. Les impulsions envoyées par le système de mesure linéaire sont comptabilisées par un Field Programmable Gate Array (FPGA). Dans ce FPGA, un code de programme se déroule avec un temps de cycle constant prédéfinie de l'ordre de 25 nanosecondes (40 MHz). À chaque impulsion dans n'importe quelle direction, le FPGA enregistre un horodatage qui est ensuite attribué à la position correspondante. Le logiciel principal peut lire cette paire de valeurs et enregistrer la position en temps réel. Grâce à une approximation linéaire sur plusieurs paires de données de position, il est possible de déterminer la vitesse de la table linéaire et donc du piston.

Bécher de conception spéciale pour recueillir le liquide

L'étalon à piston développé par METAS ne peut pas servir à étalonner le débit fourni par les dispositifs qui génèrent le flux, par exemple les pompes à seringue haute précision ou les pompes à insuline. Dans ce cas, on utilise la méthode gravimétrique qui consiste à recueillir le liquide fourni dans un bécher placé sur la balance³. Les installations Microflow et Milliflow sont conçues de manière similaire: l'écoulement de l'eau de l'aiguille de sortie (voir figure 2 et figure 3) dans le bécher se faisant par un pont d'eau entre

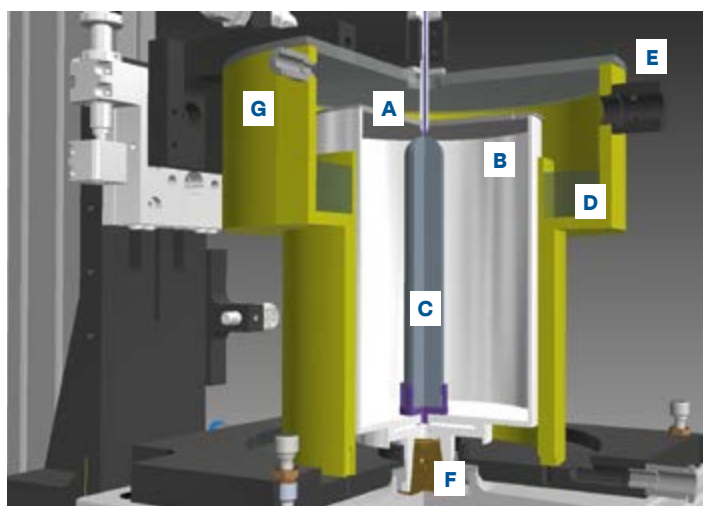


Figure 2: Zone de pesée sur la balance de l'installation Milliflow. (A) aiguille de sortie, (B) bécher avec couvercle, (C) filtre en verre, (D) eau dans le piège à condensat, (E) support pour capteur de T et rH, (F) balance, (G) tuyauterie pour échangeur d'humidité.

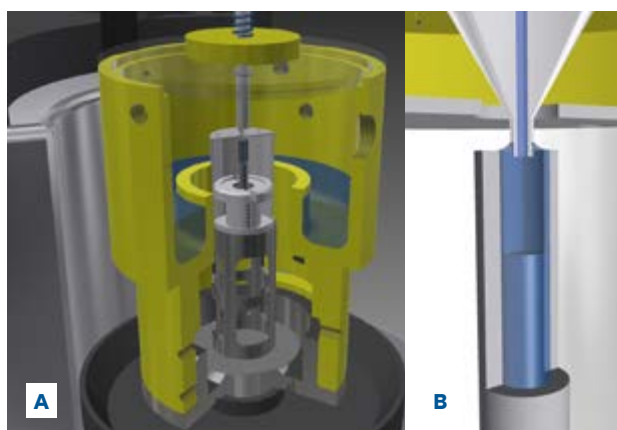


Figure 3: (A) zone de pesée sur la balance de l'installation Microflow, montrant l'aiguille de sortie et le bécher avec couvercle, (B) vue sur le contact de l'aiguille de sortie dans le capillaire.

l'aiguille de sortie et le point de contact du bécher. Le bécher de l'installation Milliflow contient un filtre en verre installé verticalement, au-dessus duquel l'aiguille de sortie est généralement positionnée avec une distance qui varie entre 200 μm et 50 μm en fonction du diamètre de l'aiguille de sortie, qui peut être de 1 mm à 0,3 mm, et du débit généré (figure 2)².

L'eau entre dans le bécher en formant un pont d'eau entre l'aiguille de sortie et le filtre en verre. Les forces capillaires empêchent la formation de gouttelettes sur l'aiguille de sortie, ce qui permet un débit d'eau continu. L'eau traverse le filtre en verre jusqu'en bas du bécher, dans lequel le niveau d'eau augmente mais n'atteint jamais le haut du filtre en verre. Le contact d'eau entre l'aiguille de sortie et le filtre en verre ne dépend donc pas du niveau d'eau dans le bécher.

Le béccher à capillaire de l'installation Microflow contient un capillaire installé verticalement (figure 3). Ce dernier est rempli d'eau, et l'aiguille de sortie est positionnée à l'intérieur du capillaire^{3,5}. L'eau entre alors dans le béccher en passant par le capillaire, et le niveau d'eau dans le béccher augmente sans modifier les forces capillaires exercées au point de contact.

Mesures des changements dynamiques du profil de débit

L'étalon à piston et la méthode gravimétrique se servent d'une procédure similaire pour déterminer les débits instantanés. Concernant l'étalon à piston, le FPGA enregistre la position et l'horodatage pour la génération de paires de données à chaque impulsion du système de mesure linéaire. Un système en temps réel communiquant avec la balance à une fréquence de 20 Hz lit en continu les données de pesage et associe directement la valeur du poids à son horodatage. Une approximation linéaire des paires de données dans une courte fenêtre temporelle d'une demi-seconde seulement permet de déterminer les débits instantanés de l'étalon à piston et de la méthode gravimétrique par la méthode des moindres carrés.

Ces mesures de débits instantanés permettent de caractériser le temps de réponse des débitmètres. Le signal du débitmètre à effet Coriolis est enregistré à une fréquence de 25 Hz, et la valeur est moyennée sur une demi-seconde également. Tous les débits instantanés de l'étalon à piston, de la méthode gravimétrique et du débitmètre à effet Coriolis mesurés sur l'installation Milliflow sont représentés à la figure 4.

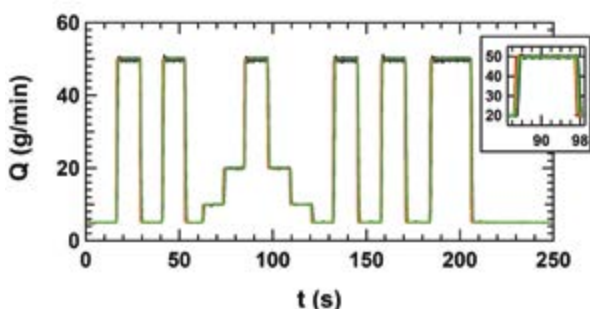


Figure 4: Le débit massique déterminé en fonction du temps par la méthode gravimétrique (ligne noire), l'étalon à piston (ligne rouge) et le débitmètre à effet Coriolis (ligne verte).

Profils de débit dynamiques à la limite inférieure

Le béccher à capillaire a été développé pour mesurer les profils de débit dynamiques avec l'installation Microflow. Le ménisque de liquide entre le capillaire et

l'aiguille de sortie reste pratiquement stable en raison des forces capillaires, même en cas de fortes variations du débit. Un profil de débit dynamique au niveau de la limite la plus basse a été réalisé à l'aide d'un débitmètre thermique afin de mettre en avant la fonctionnalité de l'installation Microflow. Après une période de stabilisation de deux heures, trois cycles ont été enregistrés à des intervalles de 30 s pour des débits compris entre 30 nl/min et 100 nl/min, comme le montre la figure 5.

Manifestement, la méthode gravimétrique atteint ses limites pour ces petits débits et la détermination des débits instantanés, comme le montrent les données bruyantes (ligne noire) de la figure 5. Les effets des forces capillaires changeantes au point de contact de l'eau entre l'aiguille de sortie et le capillaire sont ici plus importants que pour des débits plus élevés. Cependant, les données du piston METAS (figure 5, ligne rouge) et du débitmètre thermique (figure 5, ligne bleue) suivent la même tendance, et les variations locales de vitesse sont enregistrées par les deux. Cela s'explique par le fait que le piston conçu par METAS mesure le débit effectif qui est généré.

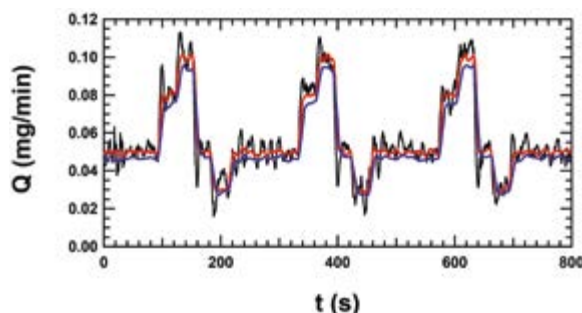


Figure 5: Profil de débit dynamique généré par l'étalon à piston (ligne rouge) et mesuré avec un débitmètre thermique (ligne bleue). La méthode gravimétrique (ligne noire) est également affichée.

Ces trois cycles de données proposent maintenant des options différentes pour analyser l'écart du débitmètre thermique par rapport au débit de référence de l'étalon à piston. Premièrement, l'écart du débitmètre est déterminé pour chacun des plateaux (débits constants) des trois cycles, et la moyenne de plusieurs écarts est calculée pour chaque débit et illustrée dans la figure 6 sous forme de cercles rouges pleins. Ces écarts sont comparés à ceux obtenus par l'étalonnage à débit constant sur plusieurs heures (cercle bleu plein), qui n'ont pas eu lieu à des débits tout à fait identiques. Les résultats des deux débits sont cohérents, même sur ces durées de mesure courtes.

Deuxièmement, les débits moyens sur un cycle complet peuvent être déterminés et comparés aux débits de référence. Les écarts sur un cycle complet par rapport au débit de référence de l'étalon à piston ou de la méthode gravimétrique sont affichés sous forme de cercle vide rouge ou noir, respectivement, dans la figure 6. Ces résultats concordent tous avec les incertitudes de mesure données.

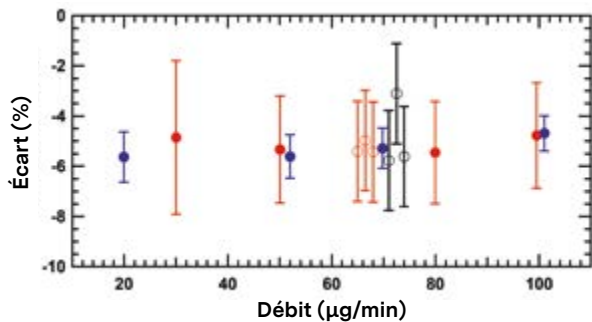


Figure 6: Écarts du débitmètre thermique. Étalonnage à débit constant (cercle bleu plein), valeurs de plateau de l'étalonnage du profil de débit dynamique (cercle rouge plein). Étalonnage sur un cycle complet avec l'étalon à piston (cercle rouge vide) et avec la méthode gravimétrique (cercle noir vide).

Notre étalon à piston peut tracer le changement de débit

METAS a développé des installations munies d'étalons à piston conçus par METAS en guise d'étalons primaires pour assurer la mesure exigeante de profils de débit non constants avec des liquides de processus pour des débits allant jusqu'à 20 nl/min. Les étalons à piston permettent de modifier le débit en quelques secondes seulement. La variation de débit générée est traçable grâce à la mesure de position étalonnée et au diamètre intérieur du piston.

En complément, la méthode gravimétrique permet de caractériser les pompes à insuline ou autres générateurs de débit, et l'étalon à piston fait partie d'un viscosimètre à microtube pour déterminer la viscosité dynamique en ligne de divers liquides⁸. Il ne faut pas oublier que le débit le plus bas de l'installation correspond au tirage d'une bière sur trente ans. ●

Incertitudes de débit et validation

Les incertitudes des installations pour la gamme de débit allant de 400 l/min à 20 nl/min varient de 0,07 % à 1,0 % pour les profils de débit constants et de 0,20 % à 2,0 % pour les profils de débit dynamiques. Ces incertitudes à bas débits ont été validées par le projet européen de comparaison interlaboratoires EURAMET 1508, dans lequel les résultats d'étalonnage de METAS de deux débitmètres thermiques étaient cohérents avec la valeur de référence^{4,6}.

Étalonnage de pompes à insuline

La méthode gravimétrique de l'infrastructure Micro-flow sert également à caractériser la performance de pompes à insuline, qui délivrent de petites quantités de liquides à des intervalles spécifiques pour administrer de l'insuline presque en permanence. Le mécanisme de la pompe est composé d'un moteur pas à pas qui déplace le poussoir par incréments, en faisant entrer le piston de manière forcée dans le réceptacle afin de faire sortir l'insuline. L'administration d'un volume en discontinu est généralement appelée « dose unique ». Elle correspond à la plus petite quantité d'insuline délivrée. Le volume de la dose unique et l'intervalle entre deux doses uniques (c'est-à-dire la durée de cycle) varient en fonction du taux basal (débit d'insuline). Une caractérisation détaillée est disponible en référence⁷.

- 1 Bissig H, Tschannen M et de Huu M, Liquid properties effects on Coriolis and thermal mass flow meters at very low flow rates, in *Flomeko Proc.*, 2019
- 2 Bissig H, Tschannen M et de Huu M, Recent Innovations in the field of traceable calibration of liquid milli-flow rates with liquids other than water, in *Flomeko Proc.*, 2016
- 3 Bissig H, Tschannen M et de Huu M, Dynamic vs constant liquid flow calibrations down to 20 nl/min, in *Flomeko Proc.*, 2022
- 4 Mills C, Batista E, Bissig H et al. Calibration methods for flow rates down to 5 nl/min and validation methodology *Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik*, vol. 68, N° 1, 2023, pp. 13-27. <https://doi.org/10.1515/bmt-2022-0049>
- 5 Wright J D et Schmidt J W, Reproducibility of Liquid Micro-Flow Measurements, in *Flomeko Proc.*, 2019
- 6 NEL, Pilot study intercomparison of ultra-low liquid flow rates in range below 100 nl/min, numéro de registre 1508, <https://www.euramet.org/technical-committees/tc-projects/>
- 7 Bissig H, Bükér O, Stolt K et al. Calibration of insulin pumps based on discrete doses at given cycle times *Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik*, vol. 68, N° 1, 2023, pp. 67-77. <https://doi.org/10.1515/bmt-2022-0040>
- 8 Bissig H, Bükér O, Stolt K et al. In-line measurements of the physical and thermodynamic properties of single and multicomponent liquids *Biomedical Engineering / Biomedizinische Technik*, vol. 68, N° 1, 2023, pp. 39-50. <https://doi.org/10.1515/bmt-2022-0039>

Métrologie avancée des aérosols pour les sciences de l'atmosphère et la qualité de l'air

La pollution de l'air est un problème tant environnemental que social.

Les polluants atmosphériques proviennent à la fois de sources anthropiques et naturelles et suscitent des préoccupations en termes de santé et de changement climatique.

B. Beckhoff, U. Winkler, S. Horender, J. Malet, M.-C. Lépy, S. Koust, S. Seeger, J. Tompkins, K. Vasilatou *au nom du consortium EMPIR AEROMET II*

La métrologie exacte des aérosols est une condition indispensable à l'application des réglementations, à la protection de la santé humaine et au soutien de la recherche sur le changement climatique et les phénomènes atmosphériques. La pollution de l'air constitue néanmoins un défi complexe pour lequel il n'existe actuellement ni mesure traçable, ni caractérisation des aérosols dans l'environnement. Le projet EMPIR AEROMET II a apporté des améliorations méthodologiques pour y remédier.

Réalisations du projet EMPIR AEROMET II Normalisation des neutraliseurs d'aérosols à rayons X mous

Les mesures de dispersion de taille des particules à l'aide de spectromètres de mobilité électrique (Mobility Particle Size Spectrometers, MPSS) reposent sur une connaissance exacte de la dispersion de charge des particules. L'approche la plus courante consistant à utiliser des conditionneurs de charge à source radioactive pour produire un équilibre connu de la charge des particules n'est pas viable dans de nombreuses situations, principalement pour des raisons réglementaires. Au cours de ce projet, de nouvelles solutions non radioactives ont fait l'objet d'un examen approfondi dans le cadre d'un lot de travail dirigé par TROPOS (Institut Leibniz de recherche troposphérique) (figure 2). L'étude a principalement porté sur quatre conditionneurs de charge à rayons X mous (SXR CC) disponibles sur le marché, fournis gracieusement par trois partenaires in-

dustriels. Les activités étaient en lien direct avec l'élaboration de la norme ISO/DIS 19996 «Conditionnement de la charge (électrique) des particules d'aérosols pour la caractérisation de particules et la génération d'aérosols pour calibration et essais» au sein du groupe de travail 12 du comité technique ISO TC24/SC4. Suite à l'essai de longue durée, on peut constater que les équilibres de charge des particules produits par les modèles testés différaient sensiblement les uns des autres. La nouvelle norme ISO permettra de définir des paramétrages individuels. De plus, des altérations des performances des instruments au fil du temps ont également été observées et doivent être approfondies. Dans le cadre du même projet, des essais ont également été réalisés avec des particules de suie non sphériques. Ils ont fait apparaître, même pour les conditionneurs de charge à source radioactive, des différences dans la dispersion de charge des particules par rapport à l'état obtenu pour des particules sphériques de la même taille. L'Institut de métrologie britannique, le National Physical Laboratory (NPL), a réalisé d'autres essais avec des conditionneurs de charge à plasma, encore en phase de développement.

Normalisation des moniteurs de pollen automatiques

À l'heure actuelle, il n'existe pas de normalisation ou de procédure d'étalonnage pour les moniteurs de pollen automatiques, bien que ces instruments soient sur le point d'être installés dans plusieurs stations



Figure 1: Consortium AEROMET II lors de la réunion au BAM, Berlin, Allemagne.

météorologiques à travers l'Europe. Le projet AEROMET II est allé au-delà de l'état de la technique en élaborant des procédures d'étalonnage traçables pour les moniteurs de pollen automatiques en laboratoire dans le cadre d'un lot de travail dirigé par l'Institut fédéral de métrologie suisse METAS. Pour la première fois, des moniteurs de pollen automatiques ont été étalonnés de manière traçable avec des particules de polystyrène de taille certifiée allant jusqu'à 20 μm . Les moniteurs de pollen automatisés ont été entraînés à mesurer des taxons de pollen et sont utilisés sur le terrain depuis 2021. Au printemps 2022, deux moniteurs de pollen automatisés ont été évalués à Payerne (Suisse) et à Oslo (Norvège) en les comparant aux taxons de pollen mesurés avec la méthode manuelle de référence, c'est-à-dire le capteur de type Hirst (figure 3).

Étalonnage de spectromètres TXRF

Un spectromètre de fluorescence des rayons X en réflexion totale (TXRF) de paillasse de l'Institut allemand pour la recherche et les essais sur des matériaux, le BAM, a été étalonné à l'aide d'étalons de référence. Une traçabilité physique complète aux

étalons primaires, tels qu'un montage GIXRF (Grazing incidence X-Ray Fluorescence) basé sur le rayonnement synchrotron, a pu être réalisée à l'Institut allemand de métrologie, le Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB). Des jeux de spécimens d'étalonnage de référence ont été produits, et des premières mesures de caractérisation en laboratoire et sous rayonnement synchrotron ont été effectuées. L'effet de l'étalonnage sur l'exactitude et la comparabilité des spectromètres TXRF de paillasse avec les SR-TXRF sans référence (TXRF à rayonnement synchrotron) a été démontré par des mesures effectuées dans les installations du PTB et du Laboratoire national de métrologie et d'essais français, le LNE (en collaboration avec le CEA-LNHB) à l'aide de jeux de spécimens de référence produits dans le cadre du projet (figure 4). Une correspondance de l'ordre de 20% a pu être obtenue.

Étalonnage des instruments portatifs de mesure des aérosols

Les instruments portatifs disponibles sur le marché pour mesurer les concentrations de particules des aérosols ambiants sont populaires en raison de leur maniabilité et leur faible coût. Leur incertitude de mesure n'est toutefois pas toujours bien comprise, et ils présentent des instabilités de signal élevées par rapport aux systèmes plus sophistiqués utilisés en laboratoire. Le projet a comparé des instruments portatifs du commerce avec des instruments de référence étalonnés dans des conditions de laboratoire. En outre, des études de terrain ont été réalisées dans des conditions ambiantes très variées. Il s'agissait de la première étape de la quantification des effets de différentes conditions ambiantes sur l'exactitude des instruments portatifs disponibles dans le commerce. Le projet a également élaboré des procédures algorithmiques de compensation novatrices applicables aux instruments portatifs du commerce qui



Figure 2: Infrastructure d'essai pour la comparaison des conditionneurs de charge à rayons X mous chez TROPOS.

prennent en compte les effets des conditions environnementales et appliquent des principes de mesure pertinents. Les mesures en ligne en temps réel du carbone suie (BC) à l'aide d'instruments optiques portatifs connaissent des problèmes de qualité similaires liés à des directives inappropriées et à l'absence de méthodes d'étalonnage traçables. Les instruments de mesure du BC ne faisant actuellement pas partie de l'équipement obligatoire des stations de surveillance de la qualité de l'air, ils ne sont pas étalonnés régulièrement. Les compteurs de particules et instruments de mesure du BC portatifs ont été caractérisés par rapport à des paramètres clés pertinents, tels que l'efficacité de comptage, la précision et la fiabilité à long terme, dans le cadre de campagnes en laboratoire et de terrain (voir figure 5).

Perspectives de la métrologie des aérosols

Le 27 juin 2023, un atelier sur le futur de la métrologie des aérosols a été organisé par le Laboratoire national Henri Becquerel (LNHB), l'Institut de radioprotection et de sûreté nucléaire (IRSN) et le PTB à Saclay en France à l'occasion de la réunion finale du projet AEROMET II. Les contributeurs invités ont abordé les développements à venir au vu de la tendance générale à la baisse des niveaux de pollution de l'air en Europe, ainsi que des nouvelles réglementations et technologies.

Mohsen Kazemimanesh (NPL) a présenté les aérosols ambiants synthétiques ainsi que les défis posés par la mesure des particules < 10 nm ou au moins < 30 nm dans l'optique des futures réglementations européennes. En outre, les classificateurs de masse des particules pourraient être utilisés comme méthode de référence in situ pour les mesures de la concentration massique des particules, étant donné que les particules individuelles sont classées en fonction de leur masse et ne sont pas affectées par leur composition.

David Butterfield (NPL) a présenté les compteurs optiques de particules (OPSS) en tant que dispositifs approuvés et a brièvement passé en revue les essais d'équivalence menés au Royaume-Uni et en Allemagne concernant les analyseurs automatiques de PM10 et PM2.5 par rapport aux méthodes gravimétriques, essais au cours desquels des écarts dus au matériau filtrant ont été étudiés. Le TEOM-FDMS (tapered element oscillating microbalance) est en cours de déploiement dans les réseaux automatiques urbains et ruraux sur environ 100 sites, et le passage de l'instrument automatique basé sur la masse à l'OPSS se poursuit.



Figure 3: Nouveau moniteur de pollen automatique (à gauche) à côté d'un capteur de type Hirst (à droite, à l'arrière).

Amelle Kort (IRSN) a synthétisé les dernières recherches menées sur les capteurs miniaturisés pour les mesures d'aérosols. Elle a également insisté sur la nécessité de disposer d'installations industrielles in situ pour mesurer les dépôts d'aérosols sans modifier ces dépôts. Différents types de capteurs ont retenu l'attention: les capteurs de masse à ondes acoustiques, tels que l'onde acoustique de surface (SAW), les résonateurs à ondes acoustiques de volume (FBAR) capables de fonctionner en temps réel, ainsi que les capteurs de masse résonants, tels que les MEMS et les NEMS.

Kostas Eleftheriadis (Centre national de recherche scientifique Demokritos) a présenté les défis posés par la surveillance des particules solides ultrafines dans l'air ambiant. L'Organisation mondiale de la santé (OMS) a déjà fait part de préoccupations sanitaires concernant la concentration massique du carbone suie non réglementé et la concentration numérique des particules ultrafines (PUF). Ces défis couvrent l'élaboration d'une définition claire du terme «particule solide», l'établissement des liens avec l'impact des sources et la surveillance de la qualité de l'air. Les questions en suspens concernent les changements dynamiques des PUF suite à l'émission, le lien entre les effets sur la santé et certaines sources et les lacunes des normes concernant les mesures des émissions à l'échappement et des réseaux de surveillance de l'atmosphère.

Thorsten Streibel (Université de Rostock) a parlé des projets ULTRHAS (Ultrafine particles from TRANSPORTATION – Health Assessment of Sources) relatifs aux particules ultrafines issues des transports et à l'évaluation sanitaire des sources. Les effets des aérosols sur la santé pourraient être liés aux différents modes de transport, aux différents carburants, aux émissions ne provenant pas des gaz d'échappement et aux processus de vieillissement atmosphérique, même si les compositions chimiques et les aérosols secondaires sont également

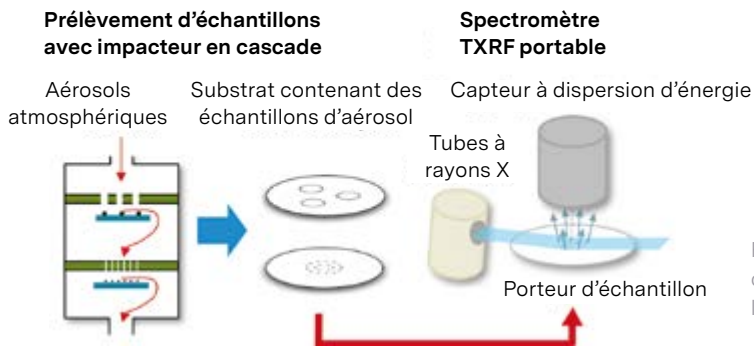


Figure 4: Représentation schématique du montage expérimental pour le spectromètre TXRF portable.

pertinents. Il a souligné que la connaissance des dangers pour la santé des différentes sources pouvait améliorer l'évaluation des risques, que les facteurs de toxicité devaient être identifiés et que les effets du vieillissement atmosphérique pouvaient modifier de manière significative la dispersion de la taille des particules.

Thomas Krinke (TSI GmbH) a abordé les défis de la métrologie des aérosols du point de vue des fabricants et des applications. Il a donné un aperçu des mesures en temps réel des particules submicrométriques et a insisté sur la nécessité des mesures SMPS (spectromètre de mobilité électrique) pour les particules inférieures à 10 nm. Les suggestions d'utiliser un générateur de gouttelettes par électronebulisation pour disperser les particules de référence à partir de solutions ainsi que d'utiliser un compteur de particules à condensation (CPC) à base d'eau pour les particules de plus de 2 µm ont été abordées.

Drew Hill et Jeff Blair (AETHLABS) ont présenté les avancées réalisées dans le domaine de la surveillance miniaturisée du carbone suie microAeth® et de la répartition des sources, avec des applications pour l'aethalométrie à grande échelle et portable. Des instruments microAeth® ont été utilisés pour la surveillance mobile afin de sonder les concentrations ambiantes et d'exposition. L'analyse spatiale de la suie peut être particulièrement importante en raison de sa grande variabilité. La surveillance mobile facilite l'identification des points chauds de la pollution, par exemple en comparant les concentrations de polluants à proximité de la route et sur la route.

Remerciements et références

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet EMPIR19ENV08 AEROMET II. Le projet a été financé par le programme EMPIR, cofinancé par les pays participants, et le programme pour la recherche et l'innovation Horizon 2020 de l'Union européenne.

Sources

Bescond, A., Oster, C., Fiscaro, P., Goddard, S., Quincey, P., Tsakanika, L.-A., Lymperopoulou, T., Ochsenkuehn-Petropoulou, M. (2021); Atmosphere 12, 67

Seeger, S., Osan, J., Czömpöly, O., Gross, A., Stosnach, H., Stabile, L., Ochsenkuehn-Petropoulou, M., Tsakanika, L.A., Lymperopoulou, T., Goddard, S., Fiebig, M., Gaie-Levrel, F., Kayser, Y., Beckhoff, B. (2021); Atmosphere 12, 309

Vasilatou, K., Walchli, C., Koust, S., Horender, S., Lida, K., Sakurai, H., Schneider, F., Spielvogel, J., Wu, T. Y., Auderset, K. (2021); J. Aerosol Science 157, 105818

Vasilatou, K., Walchli, C., Lida, K., Horender, S., Tritscher, T., Hammer, T., Rissler, J., Gaie-Levrel, F., Auderset, K. (2022); J. Aerosol Science, <https://doi.org/10.1080/02786826.2022.2139659>

Czömpöly, O., Börcsök, E., Groma, V., Pollastri, S., Osán, J. (2021); Atmospheric Pollution Research 12, 101214

Lieberherr, G., Auderset, K., Calpini, B., Clot, B., Crouzy, B., Gysel-Beer, M., Konzelmann, T., Manzano, J., Mihajlovic, A., Moallemi, A., O'Connor, D., Sikoparija, B., Sauvageat, E., Tummon, F., Vasilatou, K. (2021); Atmos. Meas. Tech. 14, 7693-7706

Kayser, Y., Osán, J., Hönicke, P. and Beckhoff B. (2022); Analytica Chimica Acta 1192, 339367

Objectif du projet

L'objectif global du projet EMPIR AEROMET II est la mesure et la caractérisation traçables des aérosols dans l'environnement. METAS a participé à plusieurs sous-projets réussis.



Figure 5: Montage expérimental pour l'étalonnage de spectromètres de mobilité électrique optiques portatifs.

Prêt pour de nouvelles connaissances?



Rapport d'activités



La Référence.



www.metas.ch>Services>Offres de cours



Profitez d'un savoir condensé agréablement présenté: **La Référence**. Le magazine suisse de métrologie vous informe deux fois par an sur les projets de recherche, les applications et les développements en matière de métrologie.

En ce qui concerne la formation à METAS, vous trouverez un résumé de nos cours de base, de nos formations continues et de nos formations pour spécialistes sur notre site Internet.