
Appareils volumétriques à piston —
Partie 6:
Méthodes gravimétriques pour la
détermination de l'erreur de mesure

Piston-operated volumetric apparatus —
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error

ISO 8655-6:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8655-6:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>

© ISO 2002

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

| | Page |
|-------------------------------|------|
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Matériel | 2 |
| 5 Liquide d'essai | 2 |
| 6 Conditions d'essai | 3 |
| 7 Mode opératoire | 4 |
| 8 Évaluation | 9 |
| 9 Rapport d'essai | 12 |

Annexes

| | |
|--|----|
| A Calcul de volumes à partir des relevés de la balance..... | 13 |
| B Évaluation de l'incertitude de mesure du volume distribué..... | 14 |
| Bibliographie..... | 15 |

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8655-6:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 8655 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 8655-6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*, sous-comité SC 1, *Instruments volumétriques*.

L'ISO 8655 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Appareils volumétriques à piston*:

— *Partie 1: Définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur*

— *Partie 2: Pipettes à piston*

— *Partie 3: Burettes à piston*

— *Partie 4: Diluteurs*

— *Partie 5: Dispenseurs*

— *Partie 6: Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure*

la partie suivante est en préparation:

— *Partie 7: Méthodes non gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure*

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 8655. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

L'ISO 8655 aborde les besoins des:

- fournisseurs, en servant de base pour le contrôle de la qualité y compris, le cas échéant, la publication des déclarations du fournisseur;
- laboratoires d'essais et autres organismes, en servant de base à une certification indépendante;
- utilisateurs du matériel, afin de permettre une vérification de routine de l'exactitude.

Il est recommandé que les essais spécifiés soient effectués par du personnel qualifié.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8655-6:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8655-6:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>

Appareils volumétriques à piston —

Partie 6:

Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8655 spécifie la méthode de référence pour les essais de conformité des appareils volumétriques à piston, par laquelle les erreurs de mesure sont déterminées de façon gravimétrique. Les essais sont applicables à l'ensemble des systèmes comprenant l'appareil de base et toutes les pièces sélectionnées pour être utilisées avec celui-ci, à usage unique ou réutilisables, servant à la mesure par prélèvement (In) ou distribution (Ex).

NOTE Les exigences générales et les définitions de termes relatifs aux appareils volumétriques à piston sont données dans l'ISO 8655-1. Pour les exigences métrologiques, les erreurs maximales tolérées, les exigences pour le marquage et les informations à fournir aux utilisateurs d'appareils volumétriques à piston, se référer à l'ISO 8655-2 pour les pipettes à piston, à l'ISO 8655-3 pour les burettes à piston, à l'ISO 8655-4 pour les diluteurs et à l'ISO 8655-5 pour les distributeurs. D'autres méthodes d'essai telles que les méthodes photométriques et titrimétriques feront l'objet d'une future partie 7 de l'ISO 8655.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 8655. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 8655 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 8655-1:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 1: Définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur*

ISO 8655-2:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 2: Pipettes à piston*

ISO 8655-3:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 3: Burettes à piston*

ISO 8655-4:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 4: Diluteurs*

ISO 8655-5:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 5: Dispenseurs*

ISO/TR 20461:2000, *Détermination de l'incertitude de mesure pour les mesurages volumétriques effectués au moyen de la méthode gravimétrique*

Guide ISO/CEI 2, *Normalisation et activités connexes — Vocabulaire général*

OIML R 76-1:1992, *Instruments de pesage à fonctionnement non automatique — Partie 1: Exigences métrologiques et techniques — Essais*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8655, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8655-1, dans le Guide ISO/CEI 2, ainsi que dans l'OIML R 76-1 s'appliquent.

4 Matériel

4.1 Balance analytique ou **dispositif équivalent de pesée**, ayant une résolution appropriée au volume sélectionné de l'appareil soumis à l'essai (voir le Tableau 1).

Tableau 1 — Exigences minimales des balances

| Volume sélectionné ^a de l'appareil soumis à l'essai V | Résolution mg | Répétabilité et linéarité mg | Incertitude-type de mesure mg |
|---|------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| $1 \mu\text{l} \leq V \leq 10 \mu\text{l}$ | 0,001 | 0,002 | 0,002 |
| $10 \mu\text{l} < V \leq 100 \mu\text{l}$ | 0,01 | 0,02 | 0,02 |
| $100 \mu\text{l} < V \leq 1\,000 \mu\text{l}$ | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| $1 \text{ ml} < V \leq 10 \text{ ml}$ | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| $10 \text{ ml} < V \leq 200 \text{ ml}$ | 1 | 2 | 2 |

^a À des fins pratiques, le volume nominal peut servir à choisir la balance.

Si l'incertitude de mesure de la balance est connue (par exemple à partir du certificat d'étalonnage de la balance), elle peut être utilisée à la place de la répétabilité et de la linéarité. L'incertitude de mesure ne doit pas être supérieure à deux ou trois fois la valeur de la résolution.

4.2 Réservoir pour liquide, pouvant contenir tout le liquide d'essai susceptible d'être requis pour la série complète d'essais.

4.3 Récipient de pesée, adapté au mode opératoire d'essai choisi conformément à l'article 7. Des précautions doivent être prises concernant la perte d'eau par évaporation au cours du mode opératoire de distribution et de pesée.

Il est recommandé, en particulier pour les essais d'appareil de plus petits volumes, d'utiliser un récipient de pesée ayant soit un rapport hauteur/diamètre d'au moins 3:1, soit un couvercle.

4.4 Chronomètre, avec une incertitude-type de 1 s au maximum (voir note en 4.7).

4.5 Thermomètre, avec une incertitude-type de 0,2 °C au maximum (voir note en 4.7).

4.6 Hygromètre, avec une incertitude-type de 10 % au maximum (voir note en 4.7).

4.7 Baromètre, avec une incertitude-type de 0,5 kPa au maximum (voir note).

NOTE Toutes les incertitudes sont spécifiées avec un facteur d'élargissement k de 1.

5 Liquide d'essai

Utiliser de l'eau, distillée ou déionisée, de «qualité 3» selon l'ISO 3696, dégazée ou équilibrée en air. L'eau doit être à température ambiante (voir 6.2).

6 Conditions d'essai

6.1 Généralités

Les appareils qui sont habituellement démontés et remontés dans le cadre de leur application (par exemple pour des besoins de nettoyage) doivent, avant l'essai, être démontés et remontés au moins une fois conformément au manuel d'utilisation du fournisseur.

Les appareils doivent être utilisés comme spécifié dans le manuel d'utilisation du fournisseur.

6.2 Laboratoire d'essais

L'essai doit être réalisé dans un laboratoire exempt de courants d'air avec un environnement stable. Le laboratoire d'essais doit avoir une humidité relative supérieure à 50 % et une température constante ($\pm 0,5$ °C) entre 15 °C et 30 °C. Avant l'essai, l'appareil à vérifier ainsi que l'eau d'essai doivent avoir séjourné dans le laboratoire pendant une durée suffisante, d'au moins 2 h, afin de parvenir à un équilibre avec les conditions du laboratoire.

NOTE Voir en 8.3 pour les corrections à effectuer lorsque les relevés de la balance sont convertis en volumes.

6.3 Évaporation

Pour les volumes inférieurs à 50 μ l, les erreurs dues à l'évaporation au cours de la pesée doivent être prises en considération. En dehors de la conception du récipient de pesée (4.3), la durée du cycle d'essai est importante.

Afin que l'erreur due à l'évaporation soit aussi minimale que possible lors des tests de volumes inférieurs à 50 μ l, les éléments supplémentaires suivants peuvent être pris en considération:

- une balance avec les accessoires appropriés tels qu'un piège à évaporation peut être utilisée; ou
- le liquide d'essai à peser peut être distribué dans un tube capillaire, bien que cette méthode ne reproduise pas la méthode d'utilisation normale et il convient que l'utilisateur s'assure par lui-même qu'une corrélation existe.

Indépendamment de ces éléments, il est possible de déterminer par voie expérimentale (voir 7.2.8) l'erreur due à l'évaporation durant la série de mesures et de la compenser de façon mathématique (voir 8.1). Il convient d'ajouter l'incertitude de cette compensation à l'incertitude de mesure.

6.4 Durée du cycle de pesée

La durée du cycle de pesée (temps nécessaire pour effectuer la pesée d'un volume délivré) doit être la plus faible possible. Idéalement, il convient qu'elle ne dépasse pas 60 s. Il est important qu'elle soit régulière, à la fois au sein de chaque cycle et, dans la mesure du possible, d'un cycle à l'autre, de sorte qu'une compensation mathématique fiable de l'erreur due à l'évaporation au cours de la série de mesures puisse être appliquée.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

7.1.1 Volume d'essai

Dans le cas d'un appareil à volume fixe, le volume d'essai est le volume nominal. Dans le cas d'un appareil à volume variable (volume choisi par l'utilisateur), au moins trois volumes doivent être soumis à l'essai:

- le volume nominal;

- environ 50 % du volume nominal;
- la limite inférieure de la plage de volume ou 10 % du volume nominal (en prenant la valeur la plus élevée des deux).

Les essais avec des volumes supplémentaires sont facultatifs. Les dispositifs de réglage des appareils (par exemple les cadrans, les échelles) doivent permettre de sélectionner le volume d'essai.

7.1.2 Nombre de mesures par volume d'essai

Si les méthodes gravimétriques de la présente partie de l'ISO 8655 sont utilisées comme essais de conformité ou essais de type, par exemple préalablement à une déclaration ou certification de conformité, ou si la méthode gravimétrique est utilisée comme méthode de référence, 10 mesures doivent être réalisées pour chaque volume d'essai. Ces mesures sont utilisées pour calculer l'erreur systématique et aléatoire de mesure conformément à l'article 8.

Pour établir à nouveau la conformité, par exemple après une réparation non réalisée par le fournisseur, 10 mesures doivent également être effectuées à chaque volume.

Si la méthode gravimétrique est utilisée pour d'autres besoins, tels que le contrôle qualité par le fournisseur et le service après-vente assuré par le fournisseur:

- le nombre de volumes à vérifier (voir 7.1.1),
- le nombre de mesures par volume, et
- le cas échéant, le nombre de canaux à vérifier.

peuvent être adaptés de façon appropriée. D'autres méthodes d'essai peuvent également être utilisées pour ces besoins à condition qu'il soit possible d'établir leur corrélation avec la méthode de référence spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8655. Dans ce cas, il convient que l'utilisateur choisisse le nombre de mesures adéquat pour confirmer d'un point de vue métrologique la conformité de l'appareil à ses exigences d'exactitude.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00a4c756-b87a-47d0-87fd-7671830b4033/iso-8655-6-2002>

7.1.3 Mode opératoire de pesée

La pesée concernant des appareils conçus pour délivrer (Ex) doit toujours impliquer la distribution du liquide d'essai vers le récipient de pesée. La pesée concernant des appareils conçus pour prélever (In) doit toujours impliquer l'aspiration du liquide d'essai du récipient de pesée. Le prélèvement de l'échantillon lors de l'utilisation d'un diluteur en est un exemple.

7.1.4 Conditions d'essai au cours du mode opératoire de pesée

Au début et à la fin du mode opératoire de pesée, la température du liquide d'essai dans son récipient doit être enregistrée à 0,2 °C près. La pression barométrique dans le laboratoire d'essais doit être enregistrée à 1 kPa près et l'humidité relative à 10 % près.

7.2 Pipettes à piston monocanal à déplacement d'air (conformes à l'ISO 8655-2)

7.2.1 Dans le cas de pipettes à piston entraînés par moteur, l'aspiration et la distribution du liquide d'essai sont automatiques. Le reste de la procédure est réalisé en suivant le mode opératoire ci-après.

7.2.2 Mettre dans le fond du récipient de pesée, du liquide d'essai provenant du réservoir d'eau, à une profondeur d'au moins 3 mm. Enregistrer la température du liquide d'essai et la pression barométrique ainsi que l'humidité relative dans le laboratoire d'essais (voir 7.1.4). Si le récipient de pesée est doté d'un couvercle, l'installer.

NOTE Les valeurs de température et de pression barométrique sont nécessaires pour le choix du facteur de correction Z (voir 8.3 et l'annexe A). À l'inverse l'humidité relative n'est pas nécessaire pour l'évaluation dans la mesure où les facteurs de correction Z de l'annexe A s'appliquent à des humidités relatives comprises entre 20 % et 90 %; cette donnée est en revanche nécessaire pour la documentation dans le rapport d'essai [voir article 9 d)].

7.2.3 Si une pipette à piston à volume variable est utilisée, sélectionner le volume d'essai; ce réglage ne doit pas être modifié au cours du cycle d'essai de 10 mesures.

7.2.4 Préparer la pipette à piston et le cycle d'essai comme suit:

- a) Installer le cône sélectionné sur la pipette à piston.
- b) Pipetter et vider cinq fois le liquide d'essai afin d'atteindre un équilibre d'humidité dans le volume mort (voir l'ISO 8655-1:2002, 3.1.8) de la pipette à piston à déplacement d'air.
- c) Disposer le récipient de pesée avec l'eau qui lui a été ajoutée sur le plateau de balance.

7.2.5 Exécuter le cycle d'essai suivant (voir la Figure 1 et la Figure 2):

- a) Remplacer le cône jetable de la pipette à piston.
- b) Remplir la pipette à piston avec le liquide d'essai, en immergeant l'orifice de distribution du cône de 2 mm à 3 mm sous la surface de l'eau. S'il est commandé manuellement, relever doucement le bouton de commande, et retirer la pipette de manière verticale et avec soin de la surface de l'eau. Mettre en contact l'orifice de distribution du cône et la paroi latérale du récipient contenant le liquide d'essai.
- c) Vider l'eau afin d'humidifier préalablement le cône et remplir à nouveau la pipette à piston comme décrit en b).
- d) Enregistrer la masse m_0 du récipient de pesée à la graduation lisible la plus proche comme au Tableau 1, ou tarer la balance à zéro ($m_0 = 0$). Démarrer le chronomètre. (Cette étape peut être omise si un récipient de pesée doté d'un couvercle est utilisé.)
- e) Si le récipient de pesée est doté d'un couvercle, l'enlever. Distribuer le contenu de la pipette dans le récipient de pesée, en mettant en contact l'extrémité du cône de la pipette et la paroi interne du récipient juste au-dessus de la surface du liquide avec un angle d'environ 30° à 45° et essuyer l'extrémité du cône sur environ 8 mm à 10 mm le long de la paroi interne du récipient de pesée afin d'enlever toute gouttelette se trouvant au niveau ou autour de l'orifice du cône. Replacer le couvercle, le cas échéant.

Le cas échéant, utiliser la purge de la pipette à piston afin d'expulser la dernière goutte de liquide avant d'essuyer l'extrémité de distribution du cône le long de la paroi interne du récipient de pesée.

S'il est nécessaire d'enlever le récipient de pesée du plateau de la balance afin de permettre la distribution du volume pipeté, il faut éviter toute manipulation excessive et une éventuelle contamination en utilisant des gants non pelucheux. Remettre le récipient de pesée sur le plateau de la balance après la distribution.

- f) enregistrer la masse m_1 du récipient de pesée, ou si la tare a été effectuée en 7.2.4 c), la masse m_i de la quantité distribuée.

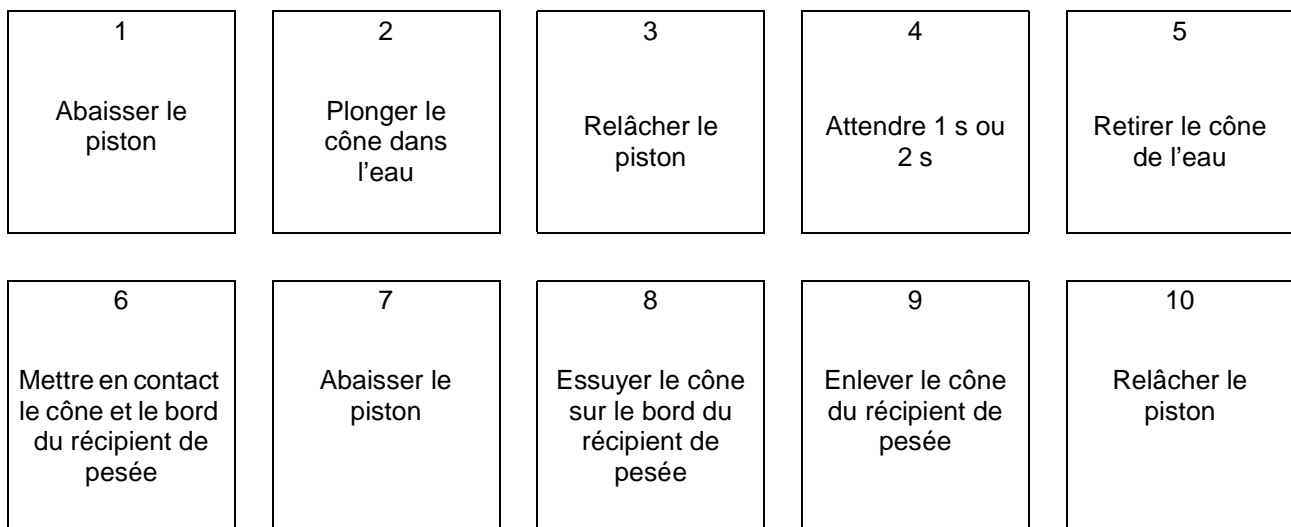


Figure 1 — Pipettage du volume d'essai dans le récipient de pesée