
Appareils volumétriques à piston —

Partie 7:

**Méthodes non gravimétriques pour
l'estimation de la performance
d'équipement**

iTeh STANDARD PREVIEW

Piston-operated volumetric apparatus —

(standards.iteh.ai)

*Part 7: Non-gravimetric methods for the assessment of equipment
performance*

ISO 8655-7:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e9ba45a-aa0f-4d55-9c72-a568f35978a4/iso-8655-7-2005>



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 8655-7:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e9ba45a-aa0f-4d55-9c72-a568f35978a4/iso-8655-7-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e9ba45a-aa0f-4d55-9c72-a568f35978a4/iso-8655-7-2005>

© ISO 2005

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 du 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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
4.1 Méthode photométrique	2
4.2 Méthode titrimétrique	2
5 Réactifs	3
5.1 Réactifs pour la méthode photométrique	3
5.2 Réactifs pour la méthode titrimétrique	4
6 Appareillage	4
6.1 Méthode photométrique	4
6.2 Méthode titrimétrique	5
7 Conditions d'essai	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Généralités	5
8.2 Méthode photométrique	6
8.3 Méthode titrimétrique	6
9 Calculs	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Exemple 1 de méthode d'essai photométrique	7
Annexe B (informative) Exemple 2 de méthode d'essai photométrique	13
Annexe C (informative) Exemple de méthode d'essai titrimétrique	17
Bibliographie	21

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 8655-7 a été élaborée par l'ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*, sous-comité SC 6, *Matériel de laboratoire et appareils 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*
- *Partie 7: Méthodes non gravimétriques pour l'estimation de la performance d'équipement*

Introduction

La série ISO 8655 a été développée afin de spécifier les différents types d'appareils volumétriques à piston et de fournir une méthode de référence et d'autres méthodes d'essai pour vérifier leurs caractéristiques, couvrant, de manière générale, la plage de volume allant

- des plus petites pipettes manuelles, par exemple de 1 µl, jusqu'aux
- plus grands distributeurs fixés sur la paillasse du laboratoire, par exemple de 100 ml.

L'ISO 8655-1 donne les exigences générales et la terminologie. Les plages de volume détaillées de chaque type d'appareil spécifié dans la série ISO 8655 sont indiquées dans les tableaux appropriés de limites d'erreurs tolérées, par exemple pour les pipettes à piston (ISO 8655-2), pour les burettes à piston (ISO 8655-3), pour les diluteurs (ISO 8655-4) et pour les dispenseurs (ISO 8655-5).

L'ISO 8655-6 est la méthode de référence pour les essais de type et les essais de conformité. C'est une méthode gravimétrique contenant des instructions spécifiées précisément afin de limiter l'écart de procédure et de façon à limiter les sources d'erreur potentielles — une nécessité pour les essais de type et les essais de conformité.

Les méthodes photométrique et titrimétrique décrites dans la présente partie de l'ISO 8655 sont données délibérément comme méthodes indicatives (voir les exemples dans les annexes informatives). Les différents laboratoires qui ont leurs propres équipements et travaillent selon différentes exigences d'incertitude peuvent ainsi adapter en conséquence ces méthodes ou la méthode gravimétrique. S'il s'agit de laboratoires soumis aux règles des séries ISO 9000 ou qui sont accrédités ISO 17025, chaque méthode adaptée est généralement validée pour donner des résultats équivalents à ceux donnés par la méthode gravimétrique spécifiée dans l'ISO 8655-6.

La présente partie de l'ISO 8655 s'applique aux types d'essai suivants:

- essais sur des appareils volumétriques à piston avec d'autres objectifs que les essais de type ou les essais de conformité requis avant les déclarations ou le certificat de conformité;
- essais dans des sites d'utilisateur qui peuvent ne pas disposer de balances ou d'installations appropriées pour appliquer la méthode de référence donnée dans l'ISO 8655-6, mais qui peuvent posséder un photomètre ou un titrateur automatique adapté.

Puisque les utilisateurs ont exprimé le désir d'avoir d'autres essais à disposition, les observations suivantes leur sont données afin de les aider à choisir les méthodes d'essai qui conviennent le mieux à leurs besoins:

- a) **la méthode gravimétrique:** les valeurs d'incertitude peuvent augmenter à des volumes largement inférieurs à 1 µl, en raison de la hausse de l'incertitude des balances, particulièrement dans les zones à faible humidité (qui présentent un risque accru d'évaporation) et en raison des effets de l'électricité statique. Ces effets sont compensés, dans les plages de volume spécifiées dans l'ISO 8655-2 à l'ISO 8655-5, par les méthodes d'essai conçues avec soin, spécifiées dans l'ISO 8655-6.
- b) **la méthode photométrique:** elle peut être la méthode de choix pour les laboratoires disposant d'un photomètre UV/VIS ayant une longueur d'onde et une bande passante appropriées. Avec cette méthode, l'incertitude a tendance à baisser quand les volumes d'essai diminuent et peut être encore réduite si les volumes utilisés dans les étapes de dilution pour la préparation de méthodes comparatives utilisent de la verrerie de Classe A de plus grande capacité (par exemple: 100 ml de solution de chromophore dilués dans 1 000 ml peuvent entraîner une incertitude plus faible que 10 ml dilués dans 100 ml).

- c) **la méthode titrimétrique:** elle peut être la méthode de choix pour un laboratoire disposant déjà d'un titrateur avec les propriétés spécifiées en 6.2 et C.4.1 de l'Annexe C. Cette méthode est la mieux adaptée pour les essais d'appareils volumétriques à piston ayant une plage de volume supérieure à 500 µl. De nouveau, l'incertitude peut être réduite si l'on utilise des appareils volumétriques de Classe A de plus grande capacité et avec de plus grandes quantités en poids de réactifs solides pour préparer les solutions étalons.

Si l'une quelconque de ces méthodes est adaptée, l'incertitude de mesure élargie doit être calculée pour permettre la comparaison avec la méthode de référence. Dans tous les cas, les utilisateurs déterminent l'incertitude de la méthode adoptée qui convient le mieux à leurs besoins.

Les essais spécifiés dans la série ISO 8655 doivent être réalisés par du personnel qualifié.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8655-7:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e9ba45a-aa0f-4d55-9c72-a568f35978a4/iso-8655-7-2005>

Appareils volumétriques à piston —

Partie 7:

Méthodes non gravimétriques pour l'estimation de la performance d'équipement

ATTENTION — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 8655 peut impliquer des matières, des opérations et des équipements dangereux. La présente norme n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 8655 d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de leur conformité à toutes restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8655 spécifie la détermination photométrique et titrimétrique d'erreurs de mesure d'appareils volumétriques à piston. Les essais sont applicables à des systèmes complets comprenant l'appareil de base et toutes les parties sélectionnées pour être utilisées avec l'appareil, jetables ou réutilisables, utilisés dans la mesure du procédé de distribution.

Ces méthodes d'essai non gravimétriques peuvent être appliquées pour

- une aide à l'assurance qualité par le fournisseur,
- l'assurance qualité et l'étalonnage de routine par l'utilisateur, et
- les essais de routine et après réparations.

Les méthodes décrites dans la présente partie de l'ISO 8655 ne sont pas des variantes de la méthode d'essai gravimétrique de référence spécifiée dans l'ISO 8655-6, qui est la seule méthode appropriée comme référence pour les déclarations des fournisseurs ou pour une certification de conformité indépendante.

NOTE 1 Les exigences métrologiques relatives aux appareils volumétriques à piston, en particulier les limites d'erreurs tolérées, sont spécifiées de l'ISO 8655-2 à l'ISO 8655-5.

NOTE 2 Pour les essais de conformité ou les essais de type destinés à la déclaration et à la certification de conformité, les méthodes d'essai gravimétriques de référence s'appliquent conformément à l'ISO 8655-6.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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

ISO 8655-7:2005(F)

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

ISO 8655-2, *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, *Appareils volumétriques à piston — Partie 4: Diluteurs*

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

ISO 8655-6:2002, *Appareils volumétriques à piston — Partie 6: Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8655-1 s'appliquent.

4 Principe

4.1 Méthode photométrique

La méthode d'essai photométrique des appareils volumétriques à piston repose sur la relation existant entre la concentration d'une solution de chromophore et son absorbance de lumière à une longueur d'onde spécifiée, telle que décrite par la loi de Beer-Lambert. Cette méthode peut utiliser l'une des deux procédures spécifiées ci-après, en fonction des besoins de l'étalonnage. Dans les deux procédures, un volume inconnu de liquide est délivré par l'appareil volumétrique à piston soumis à l'essai dans un volume connu de liquide, et le degré de dilution est mesuré par photométrie.

La première procédure est appropriée pour des volumes d'essai supérieurs à 20 % du volume total. Le volume total dépend de la taille de la cellule de mesure du photomètre et il doit être suffisamment grand pour que cette cuve s'adapte correctement dans le photomètre UV/VIS. Avec cette procédure, on prépare un volume connu de solution dont l'absorbance approche la limite supérieure de l'étendue de mesure du photomètre. L'absorbance de la solution est mesurée. L'appareil volumétrique à piston soumis à l'essai est utilisé pour ajouter un volume inconnu de diluant, par exemple de l'eau ou un tampon. La solution qui en résulte est bien mélangée et son absorbance est mesurée. Le volume inconnu peut être calculé sur la base de la diminution de l'absorbance.

La seconde procédure est appropriée pour des volumes d'essai inférieurs à 20 % du volume total. Avec cette procédure, un volume connu de diluant est préparé. L'appareil volumétrique à piston soumis à l'essai est utilisé pour ajouter un volume inconnu d'une solution échantillon de chromophore ayant une absorbance connue. La solution qui en résulte est bien mélangée et son absorbance est mesurée. Le volume inconnu est alors calculé sur la base de l'augmentation de l'absorbance. Les Annexes A et B donnent des exemples de calculs et de méthodes d'essai.

D'autres méthodes photométriques peuvent être utilisées sous réserve qu'elles aient été validées comme étant appropriées.

4.2 Méthode titrimétrique

La méthode d'essai titrimétrique est appropriée pour des volumes d'essai d'appareils volumétriques à piston supérieurs ou égaux à 500 µl. En général, quel que soit le titrage utilisé, il faut qu'il ait été validé comme étant approprié.

Par exemple, une solution de chlorure de potassium (KCl) peut être utilisée comme liquide d'essai à distribuer par l'appareil soumis à l'essai dans un liquide collecteur acide. La solution d'essai résultante est titrée avec

une solution de nitrate d'argent (AgNO_3). Le point d'équivalence est déterminé par détection potentiométrique, par exemple avec une électrode en argent.

Si l'appareil soumis à l'essai est une burette à piston, les concentrations connues de chlorure de potassium dans un récipient collecteur peuvent être titrées par potentiométrie avec du nitrate d'argent au moyen de la burette à piston soumise à l'essai.

L'Annexe C donne un exemple de la méthode d'essai.

5 Réactifs

Tous les composants des solutions de réactifs doivent avoir une composition et une pureté analytiques reconnues.

5.1 Réactifs pour la méthode photométrique

S'il est nécessaire de stocker des solutions mères, quelle que soit la durée de stockage, la stabilité chimique de ces solutions doit être vérifiée et des conservateurs ajoutés, si nécessaire, pour empêcher le développement de micro-organismes. Si les réactifs se dégradent à la lumière, ils doivent être stockés de manière à être correctement protégés contre une telle dégradation.

NOTE L'instabilité de réactifs exposés à la lumière peut être une source majeure d'incertitude, et une détermination de la dégradation peut être nécessaire.

5.1.1 Eau, de classe 1 conformément à l'ISO 3696.

5.1.2 Solution de chromophore

Afin de faciliter la corrélation entre la méthode d'essai photométrique et la méthode d'essai gravimétrique, les caractéristiques de distribution de la solution de chromophore, influencées par des paramètres liés aux matériaux tels que la tension de surface, la densité et la viscosité, doivent être aussi proches que possible de celles de l'eau pure. Le potentiel d'adsorption du chromophore aux surfaces des parois doit être pris en compte. Si l'on constate une différence entre les caractéristiques de distribution de la solution de chromophore et l'eau au cours de l'étude de corrélation de la méthode, cette différence doit être comprise dans l'analyse d'incertitude.

Le chromophore choisi doit être complètement soluble dans la solution la plus concentrée à utiliser.

NOTE Les chromophores appropriés sont le 2,2-azino-di-[3-éthyl-benzthiazoline sulfonate(6)] (ABTS, masse moléculaire relative $M_r = 547,7$), le bichromate de potassium $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, le Ponceau S et l'Orange G. Un exemple d'un système de réactifs à base de Ponceau S est donné à l'Annexe A.

5.1.3 Système de réactifs

Le système de réactifs, se composant d'un chromophore, d'un diluant, d'un conservateur (si nécessaire) et d'un tampon (si nécessaire), doit être choisi compte tenu des critères suivants. Dans tous les cas, l'incertitude de mesure due aux diverses contributions, par exemple l'incertitude du pH, doit être estimée et comprise dans le budget d'incertitude.

NOTE Un exemple est donné dans l'ISO/TR 16153 [1].

La relation entre la concentration et l'absorbance pour le système de réactifs doit être bien documentée ou doit être déterminée par l'utilisateur. La longueur d'onde choisie pour mesurer l'absorbance doit correspondre à une absorbance maximale ou proche du maximum du système de réactifs pour minimiser l'effet d'erreurs de longueur d'onde sur les résultats.

Le système de réactifs doit être soit indépendant du pH, soit tamponné afin de limiter les variations du pH à une plage acceptable établie dans le budget d'incertitude.

Le système de réactifs doit être indépendant de la température ou bien les résultats doivent être caractérisés et compensés en température.

5.1.4 Solutions de réactifs, à préparer en fonction des volumes à soumettre à l'essai.

5.2 Réactifs pour la méthode titrimétrique

Si le titrage du chlorure de potassium avec du nitrate d'argent est utilisé comme méthode titrimétrique, des solutions conformes à celles indiquées de 5.2.1 à 5.2.4 doivent être utilisées.

5.2.1 Eau, de classe 1 conformément à l'ISO 3696.

5.2.2 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ ou **acide sulfurique**, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.2.3 Solutions étalons de chlorure de potassium, $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/l}$, $c(\text{KCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ et $c(\text{KCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

5.2.4 Solution étalon de nitrate d'argent, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

La solution doit être stockée à l'abri de la lumière.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6 Appareillage

Tous les appareils doivent être choisis de telle sorte que l'incertitude de mesure attendue puisse être obtenue. Un exemple de calcul de l'incertitude élargie d'une méthode photométrique est donné dans l'ISO/TR 16153^[1].
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e9ba45a-aa0f-4d55-9c72-a568f35978a4/iso-8655-7-2005>

Tous les équipements doivent être en mesure d'être raccordés à des étalons nationaux ou internationaux et ils doivent présenter un niveau suffisant de lisibilité, d'exactitude, de reproductibilité et de stabilité, en accord avec l'incertitude de mesure élargie requise.

6.1 Méthode photométrique

6.1.1 Photomètre UV/VIS, avec un niveau adéquat de résolution, de linéarité, de répétabilité, de bande passante, d'exactitude d'absorbance et d'exactitude de longueur d'onde sur la plage des absorbances utilisées dans cette méthode.

Un exemple est donné en A.4.1 et au Tableau A.3.

6.1.2 Cellule de mesure, avec une qualité optique appropriée.

Si sa longueur de parcours n'est pas connue avec une exactitude suffisante pour répondre aux exigences de l'incertitude élargie, l'utilisation d'un deuxième réactif avec des concentrations et une absorptivité connues permet d'éliminer dans les calculs l'influence de la longueur de parcours sur les résultats.

Un exemple est donné en A.4.2.

Une analyse ratiométrique peut être appliquée pour déterminer le volume inconnu sans se référer à la longueur de parcours de la cellule de mesure.

6.1.3 Thermomètre

Si les résultats dépendent de la température, la température des solutions doit être mesurée à l'aide d'un thermomètre ayant une incertitude correspondant à l'incertitude de mesure élargie.

6.1.4 Verrerie volumétrique, Classe A

Des volumes connus de solutions diluantes ou de réactifs peuvent être préparés soit en utilisant de la verrerie volumétrique de Classe A, soit par pesée; dans ce cas, la densité des solutions doit être connue.

Si un appareil volumétrique à piston est utilisé pour préparer des solutions, il doit être conforme à la partie applicable de l'ISO 8655 (voir Article 2) et doit être étalonné conformément à l'ISO 8655-6.

6.2 Méthode titrimétrique

6.2.1 Équipement complet de titrage, comprenant une burette, par exemple conformément à l'ISO 8655-3, et un capteur pour détecter le point d'équivalence du titrage choisi.

6.2.2 Électrode

Si le titrage du chlorure de potassium au nitrate d'argent est utilisé comme méthode titrimétrique, il convient d'utiliser une électrode en argent combinée pour une détection potentiométrique du point d'équivalence. Il convient, de préférence, que la surface de l'électrode en argent soit revêtue de AgCl ou de Ag₂S (voir C.4.2).

6.2.3 Verrerie volumétrique de Classe A, telle que des pipettes jaugées à un trait conformément à l'ISO 648 et des fioles jaugées à un trait conformément à l'ISO 1042.

Si un appareil volumétrique à piston est utilisé pour préparer des solutions, il doit être conforme à la partie applicable de l'ISO 8655 (voir Article 2) et doit être étalonné conformément à l'ISO 8655-6.

6.2.4 Balance analytique

Si les solutions étalons conformes à 5.2.3 et à 5.2.4 sont préparées par l'utilisateur, une balance analytique présentant des caractéristiques appropriées, telles qu'une masse minimale appropriée, doit être utilisée.

7 Conditions d'essai

7.1 Il convient que la salle d'essai et les conditions générales d'essai soient conformes à 6.1 et à 6.2 de l'ISO 8655-6:2002.

7.2 Le volume d'essai et le nombre de mesurages par volume soumis à l'essai dépendent des exigences de l'utilisateur. Des recommandations sont données dans 7.1.1 et 7.1.2 de l'ISO 8655-6:2002.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Préparer les solutions et réaliser les mesurages à température constante, de préférence à 20 °C.

Réaliser les essais conformément aux principes généraux spécifiés en 4.1 et en 4.2 et conformément aux instructions du fabricant pour les équipements spécifiés en 6.1 et en 6.2.