

PROTOCOLE AVAP MT-F

Étalonnage des AVAP

Application : 06.12.2024

Ce protocole décrit les étapes pour la réalisation des opérations de vérification et d'étalonnage d'un appareil volumétrique à piston, ci-après dénommé "AVAP".

Table des matières

1 OBJET 2

2 CHAMP D'APPLICATION 2

3 REFERENCES 2

4 DEFINITIONS ET TERMINOLOGIES 2

5 PRINCIPE DE L'INTERVENTION 3

5.1 Principe de la méthode par gravimétrie 3

5.2 Descriptif des opérations..... 3

5.3 Validation salle métrologique 3

5.4 Équipement nécessaire 4

5.5 Vérification du matériel 5

6 MOYENS DE VERIFICATION 5

6.1 Traçabilité 5

6.2 Périodicité du raccordement 5

6.3 Conditions de conservation et de manipulation 5

6.4 Incertitude des poids 5

7 CONDITIONS D'ESSAIS 6

7.1 Au laboratoire de Béthune..... 6

7.2 Sur site client 6

8 DEROULEMENT D'UNE OPERATION D'ETALONNAGE 7

8.1 Opération de nettoyage 7

8.2 Opération de maintenance 7

8.3 Dans le cas des pipettes à volumes variables 7

8.4 Dans le cas des pipettes à volume fixe 7

8.5 Les conditions d'environnement 7

8.6 Synthèses des opérations d'étalonnage 8

9 PRINCIPE DU CERTIFICAT D'ETALONNAGE..... 8

10 DETERMINATION DES INCERTITUDES DE MESURES 9

11 APPROBATION 9

12 HISTORIQUE DES REVISIONS..... 9

1 OBJET

Ce protocole décrit les étapes pour la réalisation des opérations de vérification et d'étalonnage d'un appareil volumétrique à piston, ci-après dénommé "AVAP".

Le standard technique utilisé pour la réalisation des opérations de vérification et d'étalonnage est la norme NF EN ISO 8655 (2022).

2 CHAMP D'APPLICATION

Le présent protocole reprend les principales étapes décrites dans les procédures internes de Mettler-Toledo MET_230 et MET_243 et s'applique au laboratoire pipette situé à Béthune et sur site client. Ce protocole est à destination des clients de Mettler-Toledo.

3 REFERENCES

Ce protocole a été rédigé à l'aide des documents suivants :

- ISO 8655 : 2022 parties 1 à 7
- Cofrac LAB GTA 90 – Révision 02
- ISO/TR 20461 :2023 Détermination de l'incertitude de mesure pour les mesurages volumétriques des appareils volumétriques à piston au moyen de la méthode gravimétrique
- Guide pour l'expression de l'incertitude dans la mesure JCGM 100 :2008 (GUM 1995 avec corrections mineures)

4 DEFINITIONS ET TERMINOLOGIES

Étalonnage : ensemble des opérations établissant la relation entre le volume distribué et le volume nominal, ou sélectionné correspondant, de l'appareil.

Erreur systématique : différence entre la moyenne des volumes distribués et le volume nominal ou sélectionné d'un AVAP.

Erreur aléatoire : dispersion des volumes distribués autour de la moyenne de volumes distribués.

AVAP : Appareil volumétrique à piston

Types d'appareils volumétriques à piston (AVAP) :

- Pipettes à piston (monocanal ou multicanal, mécanique ou électronique)
- Mono-distributeur ou burettes
- Distributeurs répétitifs

Volume nominal : volume maximum spécifié par le fabricant et utilisé pour l'identification et l'indication de la plage de mesure.

Plage de volume : c'est la gamme de volume reconnue par le fabricant. La limite supérieure est toujours le volume nominal. La limite inférieure est 10% du volume nominal sauf indication contraire du fabricant.

Incertitude de mesure : paramètre non négatif associé au volume distribué, qui caractérise la dispersion des volumes qui pourrait être raisonnablement attribuée au volume distribué

5 PRINCIPE DE L'INTERVENTION

5.1 PRINCIPE DE LA METHODE PAR GRAVIMETRIE

Le principe de la méthode par gravimétrie consiste à déterminer un volume à partir du poids d'un échantillon d'eau délivré par l'AVAP. En utilisant la méthode de la simple pesée, on effectue une tare puis on dépose la quantité d'eau prélevée par l'AVAP. La balance affiche le poids du volume d'eau déposé, qui est alors converti en volume en tenant compte de la densité de l'eau à la température relevé. Le volume moyen obtenu après une série de 4 ou 10 pesées est représentatif de la justesse et de la répétabilité.

5.2 DESCRIPTIF DES OPERATIONS

5.2.1 Opération d'étalonnage

Ensemble d'opérations qui établit la relation entre le volume distribué et le volume nominal ou le volume sélectionné correspondant de l'appareil avec les incertitudes de mesure associées.

L'étalonnage sous accréditation 17025* permet de garantir le raccordement aux étalons internationaux et notamment d'assurer une traçabilité quant aux mesures effectuées. Afin de respecter cette traçabilité et conformément à la norme NF EN ISO/CEI 17025, il est préconisé de réaliser un étalonnage à réception avant une intervention du type : maintenance préventive, ajustage et/ou réparation.

Les EMT sont de trois types : Norme ISO 8655 (2022), EMT fabricants ou au choix de l'utilisateur (il est conseillé de ne pas sélectionner d'EMT inférieures aux EMT fabricants).

5.2.2 Opération de vérification

La vérification consiste à déterminer si les volumes délivrés par une pipette sont inférieurs aux erreurs maximales tolérées (EMT) définies. Il est préconisé de réaliser une vérification à réception avant une intervention du type : maintenance préventive, ajustage et/ou réparation.

5.3 VALIDATION SALLE METROLOGIQUE

Pour les étalonnages sous accréditation 17025* réalisés sur site client, une salle métrologique doit être mise à disposition du technicien. Celle-ci doit répondre aux exigences de la norme 8655 (2022). Une feuille d'engagement doit être signée par le client afin d'assurer que l'ensemble des conditions est respecté. Dans le cas où les conditions lors de l'intervention du technicien ne rempliraient pas les conditions listées ci-dessous, celui-ci ne pourra pas réaliser les prestations d'étalonnages et des frais liés au déplacement pourront être facturés selon les conditions commerciales.

5.4 ÉQUIPEMENT NECESSAIRE

Le technicien habilité doit :

- Sélectionner la balance adaptée aux étalonnages à réaliser.
- Effectuer un calibrage interne de la balance en début de journée.
- S’assurer du bon fonctionnement de la balance sélectionnée par l’enregistrement du suivi hebdomadaire.
- Sélectionner les cônes adaptés aux pipettes.
- Remplir le récipient réservoir d’eau en début de journée et le laisser se stabiliser.

5.4.1 Cônes

Les pointes utilisées sont les pointes du constructeur de l’AVAP ou les pointes fournies par le client.

5.4.2 Eau

L'eau utilisée est de l’eau de « degré 3 » stockée à température ambiante au laboratoire.

Avant le 1^{er} essai du jour, l’opérateur verse l’eau d’essai dans le récipient réservoir d'eau, il se sera assuré au préalable que l’eau utilisée n’est pas périmée.

Sur site client, la température de l’eau doit être en stabilisation en même temps que la stabilisation des balances.

5.4.3 Balances

Balances à utiliser :

Intervention	Type d’AVAP	Résolution de la balance
Hors accréditation 17025	AVAP monocanal de 0,1µl à 20µl	Balance 10 ⁻⁶ g avec Portée Max = 20g et d = 1µg
Hors accréditation 17025	AVAP monocanal > 20µl et distributeurs	Balance 10 ⁻⁵ g avec Portée Max = 200g et d = 0,01mg
Hors accréditation 17025	AVAP multicanaux	Balance 10 ⁻⁵ g avec Portée max = 100g et d = 0,01mg ou balance 10 ⁻⁶ g avec Portée max = 100g et d = 0,005 mg

Pour les prestations sous accréditation 17025, l’ensemble des moyens de mesure est renseigné directement dans la portée d’attestation d’accréditation n°2-1528 disponible sur le site de Mettler-Toledo (www.mt.com/qualite-fr).

5.5 VERIFICATION DU MATERIEL

	Au laboratoire de Béthune	Sur site client
Balances : test de justesse	1 fois par semaine	Tous les jours
Balances : test de répétabilité	Tous les 6 mois	À chaque début et fin d'intervention
ACC	1 fois par an	À chaque début et fin d'intervention
Balances : test d'évaporation	Non applicable	Début et fin d'intervention
Sondes environnementales	2 ans	2 ans

6 MOYENS DE VERIFICATION

6.1 TRAÇABILITE

Les moyens d'étalonnage employés ont fait l'objet d'un d'étalonnage.

Les étalons individuels et séries d'étalons sont certifiés par un laboratoire d'étalonnage accrédité par un organisme signataire de l'accord de reconnaissance multilatéral EA sur l'équivalence des certificats d'étalonnage.

6.2 PERIODICITE DU RACCORDEMENT

Les étalons utilisés sont étalonnés tous les ans.

L'évolution de la valeur est proportionnelle à son utilisation. Cette évolution est surveillée par l'écart de la valeur d'un certificat d'étalonnage à l'autre en comparant avec l'incertitude de mesure. En fonction de l'écart constaté, la périodicité d'étalonnage peut augmenter ou raccourcir.

6.3 CONDITIONS DE CONSERVATION ET DE MANIPULATION

Les poids et jeux de poids sont conservés à l'abri de la poussière. Les jeux de poids de classe E2 sont conservés dans des valises afin de les préserver de l'humidité, de la poussière et des chocs. Les poids sont manipulés avec une précaution adaptée (ex : gant, pince).

6.4 INCERTITUDE DES POIDS

Les incertitudes des poids correspondent aux classes de précision décrites dans la recommandation OIML R111. Les incertitudes des poids correspondent aux classes de précision suivantes :

- E2 pour les balances d'analyse utilisées pour les étalonnages d'AVAP.

7 CONDITIONS D'ESSAIS

7.1 AU LABORATOIRE DE BETHUNE

Au laboratoire de Béthune, l'étalonnage sera effectué dans une salle climatisée dont les conditions ambiantes (température, humidité, pression atmosphérique) sont suivies.

Ce local est exclusivement réservé à cette activité, il présente les caractéristiques suivantes :

- Température de l'air : $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,
- Température de l'eau : $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,
- Hygrométrie : de 45 à 80 %HR,
- Pression barométrique comprise entre 800 hPa et 1100 hPa,

Si une de ces conditions n'est pas respectée ($T^{\circ}\text{C} < 17^{\circ}\text{C}$, $T^{\circ}\text{C} > 23^{\circ}\text{C}$ ou $\text{H}\% < 45\%$), les étalonnages sont arrêtés.

Avant l'essai, l'instrument à étalonner doit avoir séjourné au moins 2 heures dans le laboratoire, afin de parvenir à un équilibre avec les conditions ambiantes du laboratoire.

La variation de la température de l'eau ne doit pas excéder $0,5^{\circ}\text{C}$ entre le début et la fin des pesées. Dans le cas contraire, la vérification de l'AVAP n'est pas validée. Après stabilisation des conditions ambiantes, la vérification est refaite.

7.2 SUR SITE CLIENT

Les vérifications et étalonnages des AVAP sont réalisés dans un local/laboratoire du client. Pour une intervention sous accréditation, le local doit être validé avant l'intervention et doit avoir les caractéristiques environnementales suivantes :

- Température de l'air : $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,
- Température de l'eau : $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$,
- Hygrométrie : de 45 à 80 %HR,
- Pression barométrique comprise entre 800 hPa et 1100 hPa,

Concernant l'hygrométrie, si elle n'est pas régulée dans le local du client, il nous faut l'autorisation d'installer un humidificateur.

Avant l'essai, l'instrument à étalonner doit avoir séjourné au moins 2 heures dans le local, afin de parvenir à un équilibre avec les conditions ambiantes du local.

La variation de la température de l'eau ne doit pas excéder $0,5^{\circ}\text{C}$ entre le début et la fin des pesées. Dans le cas contraire, la vérification de l'AVAP n'est pas validée. Après stabilisation des conditions ambiantes, la vérification sera refaite.

8 DEROULEMENT D'UNE OPERATION D'ETALONNAGE

8.1 OPERATION DE NETTOYAGE

La décontamination des pipettes doit être fait en amont de la prestation par le client (avant envoi ou avant arrivée du technicien pour les prestations sur site). Les pipettes ne seront pas traitées si la fiche de décontamination n'est pas fournie.

8.2 OPERATION DE MAINTENANCE

L'opération de maintenance peut se faire à deux niveaux (celle-ci n'étant pas obligatoire) :

- Maintenance préventive, incluant le remplacement des pièces d'usures si nécessaire (joints seuls, ...)
- Maintenance curative, celle-ci est réalisée uniquement après diagnostic et sur devis pour le remplacement de pièces spécifiques et critiques (piston, carte électronique, ...)

Attention, seule une vérification ou un étalonnage avant maintenance garantit la traçabilité de vos instruments.

8.3 DANS LE CAS DES PIPETTES A VOLUMES VARIABLES

La vérification des AVAP à volume variable peut s'effectuer sur 2 ou 3 volumes.

Nous réalisons :

- 10 ou 4 mesures à 10% du volume nominal ou le minimum spécifié par le constructeur (la plus grande valeur des deux),
- 10 ou 4 mesures au volume intermédiaire (50% du volume nominal).
- 10 ou 4 mesures au volume nominal (Volume maximum délivré par l'AVAP).

Attention lors d'étalonnage sous accréditation 17025 : la norme NF EN ISO 8655 préconise un étalonnage sur 3 volumes pour la déclaration de conformité de la pipette sur toute sa gamme de fonctionnement, l'étalonnage sur 1 ou 2 volumes est hors norme et la déclaration de conformité ne peut s'effectuer que sur le(s) volume(s) testé(s) et non sur les volumes intermédiaires.

8.4 DANS LE CAS DES PIPETTES A VOLUME FIXE

Dans le cas des pipettes à volume fixe, il est effectué 4 ou 10 mesures au volume nominal.

8.5 LES CONDITIONS D'ENVIRONNEMENT

Les conditions d'environnement sont enregistrées en début et à la fin de la série des pesées.

Les conditions d'environnement correspondent à la température de l'air en °C, la température de l'eau utilisée (au niveau du réservoir) en °C, l'humidité en % et la pression atmosphérique en hPa.

8.6 SYNTHES DES OPERATIONS D'ETALONNAGE

		Basic	Standard	Performance +
Réception	Nettoyage externe	*	*	*
	Décontamination avec un produit virucide, bactéricide et fongicide	*	*	*
Essais	Essais avant maintenance (traçabilité garantie)	*		*
	Essais après maintenance		*	*
	Nombre de volumes (1, 2 ou 3) et nombre de mesures (4 ou 10) au choix du client	*	*	*
	Certificat d'étalonnage ou constat de vérification (version électronique)	*	*	*
Maintenance	Nettoyage interne et changement des pièces d'usure : ✓ Joints seuls, si nécessaire, ✓ Graisse		*	*
	Changement de pièces complémentaires sur devis ¹		*	*
	Ajustage, si nécessaire		*	*
Expédition ²	Emballage dans une boîte navette	*	*	*
Traçabilité	Traçabilité des résultats garantie	*		*

1. Pièces constructeurs

2. Uniquement prestations au laboratoire

9 PRINCIPE DU CERTIFICAT D'ETALONNAGE

La méthode employée consiste à :

- déterminer les résultats de mesure
- écarts entre les valeurs moyennes mesurées et les valeurs de référence (erreurs de justesse)
- évaluation de la dispersion des mesures (écart-type) associée à la valeur moyenne (erreur aléatoire)
- déterminer l'incertitude de mesure associée au volume mesurée.
- Pour les constats de vérification, la conformité de l'AVAP est évaluée par comparaison de l'erreur de justesse et de l'erreur aléatoire avec les EMT définies par le client.
- Pour les étalonnages sous accréditation, la conformité de l'AVAP est évaluée en associant également les incertitudes de mesures aux erreurs de justesse.

10 DETERMINATION DES INCERTITUDES DE MESURES

Les incertitudes de mesures sont déterminées à partir de ISO/TR 20461 (2023) « Détermination de l'incertitude de mesure pour les mesurages volumétriques des appareils volumétriques à piston au moyen de la méthode gravimétrique » ainsi que du LAB GTA 90. Elles prennent en compte l'influence des variations des conditions atmosphériques, des effets thermiques liés à l'utilisation des AVAP, les performances des moyens de mesure (notamment celles des balances) ainsi que l'ensemble des paramètres pouvant impacter la reproductibilité des mesures (répétabilité, effet opérateur, ...).

Les incertitudes de mesures exprimées dans les certificats d'étalonnage sont les incertitudes élargies pour un niveau de confiance de 95 %. En général, la valeur prise pour le coefficient d'élargissement k est $k=2$ mais elle peut également être supérieure si le nombre de mesure est faible (typiquement 4) et la répétabilité importante.

11 APPROBATION

Ce document a été rédigé et approuvé respectivement par :

- Charles Cayron – Responsable Technique Métrologie Scientifique
- David Lesny – Directeur Métrologie et du Laboratoire d'étalonnage

12 HISTORIQUE DES REVISIONS

Date	Raison de la modification*	Rédacteur
01/10/2024	Rédaction du protocole AVAP	C. Cayron

* Les modifications sont identifiées par une barre verticale dans la marge du paragraphe modifié