CRITÈRES D'ACCRÉDITATION DES LABORATOIRES MÉTROLOGIE EN VOLUME

Préparé par : SADCAS Advisory Comité CLAS	**Approuvé par** : PDG de SADCAS	**Date d'approbation** : 2019-11-12 **Date d'entrée en vigueur** : 2019-11-12

Page de table des matières

1 OBJECTIF ET PORTÉE 3
2 ABRÉVIATIONS 3
3 DÉFINITIONS 3
4 EXIGENCES ENVIRONNEMENTALES 5
5 EXIGENCES GÉNÉRALES 6
6 EXIGENCES TECHNIQUES 7
6.1 Étalonnage des pipettes à piston 7
6.2 Étalonnage de la verrerie de laboratoire 9
6.3 Étalonnage des pipettes automatisées 10
7 RÉFÉRENCES 11
ANNEXE A : DOSSIER D'AMENDEMENT 12
ANNEXE B : EXEMPLE DE CALENDRIER D'ACCRÉDITATION 13
ANNEXE C : COEFFICIENTS CUBIQUES D'EXPANSION 14

1. OBJECTIF ET PORTÉE

L'objectif de ce document est de définir les exigences environnementales, générales et techniques spécifiques à satisfaire par les laboratoires accrédités dans le domaine de la métrologie des volumes.

Ce document s'applique aux laboratoires accrédités par le Système d'accréditation de la Communauté de développement de l'Afrique australe (SADCAS). Ce document ne traite pas des exigences d'accréditation pour la conformité à la législation nationale sur la métrologie légale.

2. ABRÉVIATIONS

2.1. **Ex** - Capacité nominale du volume à livrer.

2.2. **Dans** - Capacité nominale du volume contenu.

2.3. **CMC** - Capacité d'étalonnage et de mesure.

2.4. **OIML** - Organisation internationale de métrologie juridique.

2,5 % **Rh** - % Humidité relative.

2.6. **SANS** - Normes nationales sud-africaines.

2.7. **UoM -** Incertitude de la mesure.

2.8. **UUT** - Unité en test.

2.9. **ILAC** - Coopération internationale d'accréditation des laboratoires.

2.10. **IAF** - Forum international d'accréditation.

3. DÉFINITIONS

3.1. Critères d'accréditation

Les critères d'accréditation représentent ces exigences, y compris les exigences techniques auxquelles les organismes accrédités doivent se conformer en permanence.

3.2. Organisme accrédité

Organisme accrédité désigne une organisation ou une installation accréditée par SADCAS ou par un membre des arrangements de reconnaissance de la Coopération internationale d'accréditation des laboratoires (ILAC) ou du Forum international d'accréditation (IAF).

3.3. Diluants

Les diluants sont utilisés pour fournir des mélanges de liquides aux proportions volumétriques définies. [4]

3.4. Distributeurs

Les distributeurs sont utilisés pour la livraison répétée (dispensation) d'un volume mesuré de liquide. [4]

3.5. Micro-pipette

Une micropipette est une pipette conçue pour délivrer des volumes compris entre 0, 1 et 10 000 µl.

3.6. Valeur nominale

Valeur arrondie ou approximative d'une quantité caractéristique d'un instrument de mesure ou d'un système de mesure qui fournit des indications pour son utilisation appropriée. Par exemple, 1 000 ml comme valeur nominale de quantité indiquée sur une fiole volumique à une seule marque. [9]

3.7. Volume nominal (appareil à volume actionné par piston)

Volume spécifié par le fabricant et utilisé pour l'identification et l'indication de la plage de mesure. [4]

3.8. Volume nominal (appareil de volume en verre)

Le volume que la mesure est destinée à contenir ou à délivrer, et qui est défini par :

- le bord, où le bord est la ligne de référence ; ou
- sur les mesures de verre à valeur unique, la ligne de gradation qui indique le volume ; ou
- la ligne de graduation qui prétend être le volume nominal, indépendamment des lignes de gradation marquées au-dessus ou en dessous de cette ligne de volume nominal. [4]

3.9. Pipettes à piston

Les pipettes à piston sont conçues pour capter (ou aspirer) et délivrer des liquides. Les pipettes actionnées par piston peuvent être préréglées d'usine pour fournir un volume donné, ou avoir des volumes sélectionnables par l'utilisateur dans une plage de volumes utile. Les pipettes actionnées

par piston peuvent être de type déplacement positif ou déplacement d'air [4]. Cette définition inclurait les micropipettes de type à piston.

3.10. Pycnomètre

Un récipient standard utilisé pour mesurer et comparer les densités des liquides.

3.11. Température de référence

La température de référence standard, c'est-à-dire la température à laquelle l'article de laboratoire volumétrique est censé contenir ou délivrer son volume nominal (capacité nominale), doit être de 20 °C. [3]

3.12. Seringues

Les seringues utilisées dans les laboratoires se répartissent en deux grandes catégories : les instruments métalliques et en verre de haute précision, et les seringues en plastique jetables à usage général, de basse précision. [11]

3.13. Unité de volume

L'unité de volume doit être le centimètre cube (cm3) ou, dans des cas particuliers, le décimètre cube (dm3) ou le millimètre cube (mm3) pour lesquels les noms millilitre (ml), litre (l) ou microlitre (µl) peuvent être utilisés. [3]

4. EXIGENCES ENVIRONNEMENTALES

4.1. Lors de l'étalonnage des pipettes et de la verrerie de laboratoire, la température ambiante doit être maintenue entre 15 °C et 30 °C à condition que la température soit stable et qu'elle reste constante dans ± 0,5 °C pendant la période de mesure.

4.2. Lorsque les pipettes sont calibrées, l'humidité relative doit être maintenue au-dessus de 50 % d'humidité relative afin de minimiser les effets de l'évaporation. [4]. L'humidité relative n'est pas aussi critique lors de l'étalonnage de la verrerie de laboratoire en raison de la surface relativement plus petite du liquide exposé à l'atmosphère par rapport au volume du liquide.

4.3. Lorsque nécessaire, le laboratoire doit tenir des registres appropriés pour démontrer et confirmer à la fois la température et la stabilité de la température.

4.4. L'éclairage à l'intérieur du laboratoire doit être adéquat pour faciliter la bonne exécution des travaux d'étalonnage effectués. Il faut prendre en compte les niveaux minimaux d'éclairage spécifiés dans les règlements environnementaux locaux.

4.5. Les courants d'air en laboratoire causés par les portes, les ventilateurs et/ou les climatiseurs doivent être tels qu'ils n'ont pas d'effet négatif sur les résultats de mesure ; lorsque nécessaire, une isolation locale sous forme de boucliers de protection doit être utilisée.

4.6. Les instruments de mesure utilisés pour la mesure et l'enregistrement de la température ambiante, de l'humidité relative et/ou de la pression barométrique en laboratoire doivent être étalonnés par un laboratoire d'étalonnage conforme à SADCAS TR 09: Critères pour effectuer l'étalonnage et les contrôles intermédiaires sur les équipements utilisés dans les installations accréditées.

5. EXIGENCES GÉNÉRALES

5.1. Les laboratoires doivent avoir une politique et une ou plusieurs procédures qui déterminent la manière dont leurs propres normes et équipements, ainsi que ceux appartenant aux clients, doivent être manipulés, nettoyés et entretenus. Ces politiques et procédures doivent également traiter de la décontamination biologique et chimique.

5.2. Les laboratoires doivent être équipés de l'équipement de mesure calibré approprié nécessaire pour effectuer l'étalonnage par moyens gravimétriques, et doivent inclure :

- Un dispositif analytique, une micro-balance ou un dispositif de pesée équivalent selon les besoins ;
- Thermomètre ;
- Hygromètre ; et
- Baromètre.

Le tableau 1 ci-dessous spécifie la résolution minimale de l'appareil de pesée, adaptée au volume sélectionné de l'appareil à l'essai [5]

Tableau 1 - Résolution minimale Fou le dispositifde montage W, approprié à l'S Volume Of Lepparatus A sous test

Volume sélectionné de l'appareil testé	Résolution minimale de l'appareil de pesée (mg)
1 µl ≤ V ≤ 10 µl	0.001
10 µl < V ≤ 100 µl	0.01
100 µl < V ≤ 1000 µl	0.1
1 ml < V ≤ 10 ml	0.1
10 ml < V ≤ 200 ml	1

5.3. Les données brutes ne doivent pas être enregistrées au crayon ou à l'encre effaçable.

5.4. Le champ d'accréditation doit indiquer les types d'équipements de mesure et de distribution de volume que le laboratoire est compétent pour étalonner selon le paramètre « métrologie volumique ». Cette liste peut inclure les éléments suivants :

- Seringues ;
- des pipettes automatisées (en verre) ;
- Pipettes à piston ;
- Burettes;
- Flasques ;
- Mesurer les cylindres ;
- Pycnomètres ;
- Diluants ;
- Distributeurs ;
- Mesures simples autres que le verre ;
  - Mesures de frappe métallique ; et
  - Autres mesures métalliques.

Les méthodes internes et les méthodes de référence doivent être indiquées sur le calendrier d'accrochation.

6. EXIGENCES TECHNIQUES

6.1. Étalonnage des pipettes à piston

6.1.1. De l'eau distillée ou déionisée doit être utilisée pour calibrer les pipettes, et l'eau ainsi que l'équipement à calibrer doivent avoir été laissés à se stabiliser pendant une période d'au moins 2 heures avant la réalisation de l'étalonnage. [5]

6.1.2. Lors de la distribution de volumes particulièrement inférieurs à 50 µl, des erreurs dues à l'évaporation du liquide d'essai lors de la pesée doivent être prises en compte. Lorsque l'évaporation a été déterminée expérimentalement et corrigée, l'incertitude associée à la correction sera incluse dans le budget d'incertitude. [5]

6.1.3. Lorsque les volumes de distribution sont supérieurs à 50 µl, l'incertitude liée à l'évaporation peut encore influencer l'incertitude associée à la mesure. Lorsqu'il est considéré que l'incertitude liée à l'évaporation est insignifiante, le laboratoire doit disposer de preuves documentées pour étayer cette affirmation.

6.1.4. Lors de l'étalonnage des pipettes fournissant un volume variable sélectionné, elles doivent être calibrées à au moins 3 volumes différents, à savoir :

- Le volume nominal ;
- 50 % du volume nominal ; et
- 10 % du volume nominal ou la limite inférieure spécifiée par le fabricant.

Chaque canal d'une pipette multicanal doit être traité comme une pipette distincte.

6.1.5. Lors de l'étalonnage des pipettes selon la méthode gravimétrique, un minimum de 10 mesures à chaque volume d'essai doit être effectué [5]

6.1.6. Avant le début et après la livraison terminée, la pression barométrique, l'humidité relative, la température de l'air et la température du liquide d'essai doivent être enregistrées au 1 kPa le plus proche, 10 % et 0,2 ^{oC}. [5]

6.1.7. Le laboratoire doit disposer d'une procédure complète décrivant le processus d'étalonnage, et la procédure doit au minimum couvrir :

- Procédure de manipulation de la pipette ;
- L'ajout d'eau au navire de pesée ;
- Enregistrement des conditions de mesure ;
- Pré-mouillage de la pointe de la pipette ;
- L'aspiration du volume d'essai ;
- La livraison du volume de test ;
- Souffler ;
- La procédure de pesée ;
- Conversion de la masse en volume ;
- Évaporation ;
- Mesures par volume ;
- L'estimation de l'incertitude ; et
- Validation.

6.1.8. Le certificat d'étalonnage doit inclure :

- L'identification de la pipette, y compris le nom du fournisseur (ou du fabricant), le type ou numéro de modèle, le numéro de série (unique ou autre numéro d'inventaire), le volume nominal ou la plage de volume ;
- La température de référence ;
- Identification de la pointe de la pipette (ou description) ;
- Les conditions environnementales (pression barométrique, humidité relative et température) ; et
- Référence à la procédure utilisée.

6.1.9. Lorsque les dispositifs sont fabriqués à partir de matériaux composites (par exemple, des pipettes à piston), il est difficile d'indiquer une valeur précise pour le coefficient thermique d'expansion, et par conséquent, l'étalonnage doit être effectué à une température la plus proche possible de celle à laquelle la pipette doit être utilisée, et cette température doit être spécifiée sur le certificat d'étalonnage. Une valeur approximative du coefficient cubique d'expansion doit alors être utilisée pour estimer l'incertitude de la mesure. Voir l'annexe C.

6.1.10.Ce qui suit doit être considéré comme minimum lors du calcul de l'incertitude de Mesure :

- La masse (balance ou pièces de masse dépend de la méthode) ;
- L'évaporation et/ou la correction de l'évaporation ;

- La température de l'eau ;
- La densité de l'air déterminée à partir de la température, de la pression et de l'humidité relative de l'air ;
- Caractéristiques de l'instrument telles que le coefficient de dilatation thermique ;
- La répétabilité de la mesure ; et
- La conversion de masse en volume, y compris lorsque les facteurs de correction Z sont utilisés.

Toute déviation de ce qui précède sera techniquement justifiée et étayée par des preuves documentées. [8]

6.2. Étalonnage de la verrerie de laboratoire

6.2.1. En plus de l'équipement identifié dans la section 5.2, le laboratoire doit disposer d'un chronomètre nécessaire pour l'évaluation du délai de livraison.

6.2.2. La température de référence standard, c'est-à-dire la température à laquelle la verrerie volumétrique est censée contenir ou délivrer son volume nominal, est de 20 °C [3]. Si le laboratoire étalonne la verrerie à une température de référence autre que 20 °C, cela doit être clairement indiqué sur le certificat ou le rapport d'étalonnage.

6.2.3. Avant l'étalonnage, la verrerie doit être inspectée visuellement pour déterminer s'il y a des défauts visibles, les lignes de gradation doivent être nettes, permanentes et d'épaisseur uniforme, et disposer en plans perpendiculaires à l'axe longitudinal de la verrerie. Il ne doit y avoir aucune irrégularité dans l'espacement des files de remise des diplômes. [6] Si un défaut dans les lignes de verre ou de gradation est observé, cela doit être indiqué sur le certificat ou le rapport d'étalonnage.

6.2.4. Les mesures doivent être effectuées avec de l'eau distillée ou déionisée, adaptée à un usage général en laboratoire. [3]

6.2.5. La température du liquide doit être mesurée et des corrections de température par rapport à la température de référence doivent être appliquées.

6.2.6. La verrerie de laboratoire doit être correctement nettoyée avant l'étalonnage.

6.2.7. La procédure du laboratoire doit prendre en compte les points suivants :

- Le nettoyage des verrières ;
- Pesée des verrières ;
- Le remplissage de la verrerie ;
- Détails sur la façon dont le ménisque doit être placé et lu ;
- Délai de livraison ;
- Corrections à appliquer pour la flottabilité, la température, la dilatation thermique et la densité de l'eau ;
- La conversion de masse en volume ;
- L'estimation de l'incertitude ; et
- Validation.

6.2.8. Le certificat d'étalonnage doit inclure :

- L'identification et la description de la verrerie, du nom du fournisseur (ou des fabricants), du volume ou capacité nominale, du numéro de série (ou d'une autre identification unique) ;
- La température de référence ;
- Une indication si la verrerie est destinée à contenir (In) ou à délivrer (Ex) le volume indiqué ;
- Les conditions environnementales (pression barométrique, humidité relative et température) ; et
- Le coefficient cubique d'expansion utilisé. '(Annexe C)

6.3. Étalonnage des pipettes automatisées

6.3.1. En plus de l'équipement identifié dans la section 5.2, le laboratoire doit disposer d'un support capable de soutenir la pipette en position verticale.

6.3.2. Les pipettes automatiques sont normalement utilisées pour l'étalonnage des instruments volumétriques – y compris des étalons volumétriques d'ordre inférieur. [7]

6.3.3. La pipette automatique doit être gravée de :

- La capacité nominale ;
- Ex 20ºC ;
- Un numéro d'identification ;
- Le nom du fabricant ou fournisseur ; et
- Le délai de livraison.

6.3.4. La procédure d'étalonnage doit prendre en compte :

- Stabilité thermique du liquide ;
- Nettoyage de la pipette automatique ;
- Pré-mouillage des surfaces internes ;
- Le délai de livraison ;
- Pesée de l'échantillon volumétrique ;
- Collecte de gouttes ;
- Nombre de mesures à effectuer ;
- Corrections à appliquer, notamment la densité de l'eau, la flottabilité et la dilatation thermique ;
- L'estimation de l'incertitude ; et
- Validation de la méthode.

6.4. Les sources d'incertitude dans la détermination du volume utilisant la méthode gravimétrique sont les suivantes :

- Masse (pièces d'équilibre ou de masse) ;
- Évaporation ou correction de l'évaporation ;
- Température de l'eau ;

- Densité atmosphérique ;
- La répétabilité des mesures ;
- Lecture du ménisque ;
- Coefficient de dilatation thermique cubique ;
- Densité de l'eau ; et
- Densité de masse en pièces.

7. RÉFÉRENCES

1. EURAMET cg-19, Version 3.0 (09/2018) - Lignes directrices pour la détermination de l'incertitude dans l'étalonnage gravimétrique du volume.
2. ISO/IEC 17025:2017 - Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'essais et d'étalonnage.
3. ISO 4787:2010 Verrerie de laboratoire – Instruments volumétriques – Méthodes pour la capacité de test et pour l'utilisation.
4. ISO 8655-1:2002 - Appareil volumétrique à piston – Partie 1 : Terminologie, exigences générales et recommandations utilisateurs.
5. ISO 8655-6 : 2002 - Dispositifs volumétriques à piston – Partie 6 : Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure.
6. ISO 4788-2005 - Verrerie de laboratoire – Cylindres de mesure gradués.
7. OIML D26-1999 - Mesures de livraison du verre – Pipettes automatiques.
8. ISO/TR 20461 - Rapport technique – Détermination de l'incertitude pour les mesures de volume effectuées à l'aide de la méthode gravimétrique.
9. Guide ISO/IEC 99 (JCGM 200:2012) - Vocabulaire international de métrologie — concepts de base et généraux et termes associés (VIM), publié par BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP et OIML.
10. SANS 1698:2007 - Normes de vérification pour la vérification des instruments de mesure de volume, y compris les normes commerciales de volume. Édition 1.2 (ISBN 978-0-626-19459-8)
11. UKAS LAB 15 Traçabilité - Dispositif volumétrique éd. 2 mars 2009

ANNEXE A - DOSSIER D'AMENDEMENT

Statut de la révision	**Changement**			**Approuvé par**	**Date d'entrée en vigueur**
	Page	**Clause / Sous-clause**	**Description du changement**		
Numéro 1	-	-	-	PDG de SADCAS	2019-11-12

ANNEXE B : EXEMPLE DE CALENDRIER D'ACCRÉDITATION

S C H E D U L E OF A C C R E D I T A T I O N

MÉTROLOGIE DES VOLUMES

Numéro d'accréditation du laboratoire : CAL-9 ..... (ISO/IEC 17025:2017)

Adresse permanente du laboratoire	**Signataires techniques** : ....
Adresse postale	**Représentant nommé** : ....
Tel : .... **Cellule** : .... **Fax** : .... **Email** :	**N° de descendance** : .... **Date de délivrance** : .... **Date d'expiration** : ....

POINT	QUANTITÉ OU TYPE MESURÉ DE JAUGE OU D'INSTRUMENT	MÉTHODE	PLAGE DE QUANTITÉ MESURÉE	CAPACITÉ D'ÉTALONNAGE ET DE MESURE EXPRIMÉE SOUS FORME D'INCERTITUDE (±)
1	Micropipettes / Seringues	Interne : par exemple *P-NMI-xyz* Référence : par exemple *EURAMET cg-19*	1 µl à 10 µl	0,3 µl
			10 µl à 100 µl	0,9 µl
			100 µl à 200 µl	0,8 µl
			200 µl à 500 µl	2,8 µl
2	Verrerie	Interne : .... Référence :	10 ml à 5 l	0,05 %

Date originale d'accrochation : ....

La CMC, exprimée comme une incertitude élargie de mesure, est exprimée comme l'incertitude standard de mesure multipliée par un facteur de couverture k = 2, correspondant à un niveau de confiance d'environ 95 %.

…….

Responsable technique SADCAS

ANNEXE C : COEFFICIENTS CUBIQUES D'EXPANSION

Coefficients cubiques d'expansion de divers matériaux utilisés dans la fabrication de dispositifs de mesure et de distribution de volume

Matériel	**Coefficient cube de dilatation thermique**	**Source de référence**
Matériau plastique	0 000 300 $^{\circ C^{-1}}$ *	Guide NPL 69
Silice fusionnée (quartz)	0 000 001 6 $^{\circ C^{-1}}$	ISO 4787-1984
Verre borosilicaté (Pyrex)	0 000 010 $^{\circ C^{-1}}$	ISO 4787-1984
Verre à soda et chaux	0 000 025 $^{\circ C^{-1}}$	ISO 4789-1984
Acier doux	0 000 033 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Acier inoxydable	0 000 051 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Cuivre, laiton	0 000 053 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Aluminium	0 000 069 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005

* Le coefficient cubique d'expansion des matériaux « plastiques » peut varier considérablement en fonction de leur composition réelle.