

D O C U M E N T
I N T E R N A T I O N A L

OIML D 26

Edition 2010 (F)

(Edition 1999, références mises à jour)

Glass delivery measures - Automatic pipettes

Mesures en verre à délivrer - Pipettes automatiques

OIML D 26 Edition 2010 (F)



ORGANISATION INTERNATIONALE
DE MÉTROLOGIE LÉGALE

INTERNATIONAL ORGANIZATION
OF LEGAL METROLOGY



BIML, 2010-06-30

Mise à jour des références

OIML TC 8 a mis à jour les références suivantes dans cette Publication en 2010:

Chapitre	Référence	Document	Nouvelle référence ou référence complète
p.6, Références	ISO 383	Verrerie de laboratoire -- Assemblages coniques rodés interchangeables	ISO 383:1976
p.6, Références	ISO 384	Verrerie de laboratoire -- Principes de conception et de construction de la verrerie volumétrique	ISO 384:1978
p.6, Références	ISO 1042	Verrerie de laboratoire -- Fioles jaugées à un trait	ISO 1042:1998
p.6, Références	ISO 4787	Verrerie de laboratoire -- Instruments volumétriques -- Méthodes de vérification de la capacité et d'utilisation	ISO 4787:2010
p.6, Références	ISO 4788	Verrerie de laboratoire -- Éprouvettes graduées cylindriques	ISO 4788:2005
p.6, Références	OIML R 4	Fioles jaugées à un trait en verre	OIML R 4:1972
p.6, Références	OIML R 40	Pipettes graduées étalons pour agents de vérification	OIML R 40:1981
p.6, Références	OIML R 43	Fioles étalons graduées en verre pour agents de vérification	OIML R 43:1981
p.6, Références	OIML R 76-1:1992	Instruments de pesage à fonctionnement non automatique	OIML R 76-1:2006

Sommaire

Avant-propos	3
1 Objet et domaine d'application	4
2 Description des pipettes automatiques	4
3 Temps d'écoulement	4
4 Inscriptions	4
5 Erreurs maximales tolérées	4
6 Température de référence	5
7 Fabrication et installation	5
8 Capacités nominales	5
9 Étalonnage	5
10 Méthode d'utilisation	6
11 Entretien	6
12 Aspects administratifs	6
13 Références	6
Figure 1	7
Figure 2	8
Figure 3	9

Avant-propos

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

- les **Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;
- les **Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

La présente publication - référence OIML D 26, édition 1999 (F) - a été élaborée par le comité technique OIML TC 8 *Mesurage des quantités de fluides*. Elle a été approuvée par le Comité International de Métrologie Légale en 1995 pour publication finale.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France

Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82 et 42 85 27 11

Fax: 33 (0)1 42 82 17 27

E-mail: biml@oiml.org

Internet: <http://www.oiml.org>

Mesures en verre à délivrer

Pipettes automatiques

1 Objet et domaine d'application

Le présent Document International s'applique aux pipettes automatiques qui sont généralement utilisées en tant qu'étalons primaires nationaux de volume. Il fournit des conseils sur la fabrication et l'installation de ces étalons ainsi que sur leur étalonnage, leur utilisation et entretien.

Les pipettes automatiques sont utilisées par les laboratoires nationaux, les services de métrologie légale et les laboratoires de métrologie régionaux pour l'étalonnage des étalons volumétriques d'ordre inférieur et pour la vérification des instruments volumétriques, y compris la verrerie jaugée (fioles, etc.), domaine couvert par diverses Recommandations Internationales OIML et Normes ISO (voir article 13 pour les références aux Normes et Recommandations Internationales relatives à la verrerie de laboratoire).

2 Description des pipettes automatiques

Les mesures en verre à délivrer d'une capacité nominale ne dépassant pas 250 mL doivent être généralement conformes au schéma donné en Figure 1; celles d'une capacité supérieure à 250 mL doivent être généralement conformes au schéma donné en Figure 2.

Note: Des dispositions différentes de celles montrées en Figures 1 et 2 peuvent être utilisées, par exemple, des assemblages en verre rodé et des robinets de fermeture en nylon ou en Teflon®.

Les mesures doivent avoir une forme cylindrique avec des extrémités hémisphériques se terminant à chaque extrémité par des tubes formant un plan de référence à la partie supérieure et se rattachant à un robinet de fermeture avec pointe d'écoulement et tube de remplissage à la partie inférieure. Alternativement, les mesures d'une capacité nominale supérieure à 250 mL peuvent avoir un bulbe ellipsoïdal comme montré dans la Figure 2.

Une chambre de débordement doit être fixée au tube supérieur d'une manière qui empêche toute fuite d'eau hors de la chambre. La sortie de la chambre est placée de telle manière qu'elle soit en dessous du niveau du déversoir de référence, avec un trou d'entrée d'air rodé intérieurement près de la partie supérieure de la chambre et diamétralement opposé à la sortie.

Le déversoir de référence et le tube d'écoulement doivent aller en se rétrécissant graduellement vers leurs extrémités de telle manière qu'il n'y ait pas de resserrement soudain à l'orifice. L'extrémité doit être rodée perpendiculairement à l'axe et légèrement biseautée à l'extérieur. Le robinet de fermeture doit être du type à double écoulement oblique généralement conforme à ISO 383 et muni d'un dispositif de fermeture inoxydable ou de deux robinets de fermeture permettant un remplissage et une vidange appropriés. Lorsque le robinet est complètement ouvert en position d'écoulement, la mesure doit se vider de son eau avec un débit régulier et il ne doit pas y avoir d'air retenu à la pointe d'écoulement.

Le taux de fuite du robinet de fermeture, lorsqu'il est essayé sous une hauteur d'eau de 50 cm, le robinet étant exempt de toute graisse (voir aussi article 11), ne doit pas dépasser 0,006 mL par minute.

3 Temps d'écoulement

Le temps d'écoulement doit être considéré comme étant la période entre le moment où l'écoulement d'eau commence (le robinet étant en position pleinement ouverte) jusqu'à ce que la surface de l'eau en mouvement descendant semble s'arrêter à l'extrémité de la pointe d'écoulement.

Le temps d'écoulement doit être entre les limites supérieure et inférieure spécifiées dans le Tableau 1.

4 Inscriptions

Les inscriptions suivantes doivent être marquées de façon indélébile et lisible sur la mesure:

- la capacité nominale;
- EX 20 °C;
- un numéro d'identification (marqué également sur la poignée du robinet).

La mesure peut de plus porter le nom du fabricant ou du fournisseur et le temps d'écoulement.

5 Erreurs maximales tolérées

Les erreurs maximales tolérées (emt) sur le volume d'eau délivré par la mesure à 20 °C après avoir respecté le temps d'égouttage ne doit pas dépasser les valeurs spécifiées au Tableau 1.

Tableau 1
Temps d'écoulement et erreurs maximales tolérées

Capacité nominale	Temps d'écoulement		emt ±
	Minimum	Maximum	
5 mL	10 s	20 s	0,06 mL
10 mL	15 s	30 s	0,08 mL
20 mL	15 s	30 s	0,12 mL
25 mL	20 s	40 s	0,12 mL
50 mL	30 s	60 s	0,15 mL
100 mL	30 s	60 s	0,20 mL
200 mL	30 s	60 s	0,4 mL
250 mL	50 s	80 s	0,4 mL
500 mL	60 s	100 s	0,5 mL
1 L	60 s	100 s	1 mL
2 L	80 s	140 s	1 mL
2,5 L	80 s	140 s	1,2 mL
5 L	100 s	150 s	2,5 mL
10 L	120 s	180 s	5 mL

Notes du Tableau 1:

- 1) Il s'agit là de dimensions préférées. Le choix d'autres capacités peut être fait en conformité aux exigences légales nationales.
- 2) Les erreurs maximales tolérées pour les pipettes automatiques sont supérieures à celles pour les fioles comme décrit dans OIML R 43. Cela est dû au fait que, bien que les pipettes automatiques permettent des mesures hautement répétables, il est difficile de les ajuster; elles doivent donc être étalonnées et des corrections doivent être faites. Les fioles (OIML R 43) peuvent avoir des erreurs plus petites parce que la position du trait est facile à ajuster. Les fioles sont cependant d'une utilisation moins constante en raison des variations d'estimation par l'opérateur de la position du ménisque par rapport au trait.

6 Température de référence

La température à laquelle la mesure est destinée à délivrer un volume équivalent à sa capacité nominale est 20 °C.

7 Fabrication et installation

Les mesures doivent être fabriquées dans un verre clair de bonne qualité et doivent être correctement recuites et pratiquement libres de défauts visibles. En cours d'utilisation, les mesures doivent être montées verticalement et d'une manière sûre permettant le remplissage par le bas et un accès facile à la poignée du robinet. Une installation type est donnée en Figure 3.

Un réservoir d'eau distillée ou désionisée/déminéralisée doit être situé au-dessus des mesures installées et dans la même salle afin d'assurer la stabilité de température et un

remplissage par gravité; des dispositifs doivent permettre de mesurer la température de l'eau grâce à un thermomètre incorporé dans la ligne d'alimentation de la mesure.

8 Capacités nominales

Les capacités nominales préférées sont celles spécifiées dans le Tableau 1.

9 Étalonnage

9.1 Préparation

Il convient que la mesure soit nettoyée avec un détergent efficace et rincée complètement pour assurer que ses surfaces intérieures sont exemptes de saleté et de graisse. Ceci est important pour assurer un égouttage régulier.

Il convient que la mesure et l'eau à utiliser aient pu se stabiliser thermiquement dans le même environnement pendant environ dix heures avant que l'étalonnage ne commence.

Il convient ensuite que la mesure soit remplie à partir de la source stabilisée jusqu'à ce que l'eau déborde du déversoir, puis vidée pour humidifier toutes les surfaces internes. Suite à l'égouttage, il convient que les surfaces internes de la mesure soient exemptes de traces d'eau.

Il convient que le temps d'écoulement soit entre les limites inférieure et supérieure spécifiées dans le Tableau 1; il peut être établi à ce moment. Ce temps d'écoulement doit être enregistré et utilisé dans toutes les opérations ultérieures.

9.2 Procédure (ISO 4787, Annexe B)

Après la préparation décrite ci-dessus, la pipette est mise en fonctionnement pour qu'elle délivre un volume d'eau qui sera pesé en vue de la détermination du volume délivré. Il convient d'utiliser une convention sur le temps d'égouttage: par exemple, laisser s'écouler 15 secondes après que le débit principal ait cessé et recueillir la gouttelette (si existante) se trouvant au bout de la pointe d'écoulement en touchant celle-ci légèrement avec la surface interne du réceptacle.

L'instrument de pesage à utiliser doit être situé raisonnablement près de la mesure de telle manière que le pesage de l'eau délivrée puisse être fait aussi vite que possible après l'écoulement. Ce pesage doit être effectué dans le même environnement que celui dans lequel se trouve la mesure. Il convient de prendre la température de l'eau immédiatement après le pesage. Il convient que cette température ne diffère pas de plus que 0,2 °C de la

température de l'eau dans le réservoir. Il est recommandé d'effectuer au moins cinq mesurages pour déterminer la répétabilité de la mesure. Les calculs du volume délivré sont faits conformément à ISO 4787.

Note: L'instrument de pesage utilisé dans cette procédure doit être d'une portée appropriée et doit avoir une exactitude au moins égale à celle d'un instrument de pesage à fonctionnement non automatique de Classe II (voir OIML R 76-1).

9.3 Corrections (ISO 4787)

Il convient de faire des corrections au mesurage en ce qui concerne:

- la masse volumique de l'eau (fonction de la température);
- la dilatation de la mesure (si elle n'est pas étalonnée à 20 °C);
- la différence de poussée de l'air entre l'eau et les masses étalons utilisées dans la comparaison ou celles utilisées pour étalonner l'instrument de pesage.

9.4 Incertitudes

Il doit être possible d'étalonner les mesures avec une incertitude élargie (calculée avec $k = 2$) d'un tiers de l'émv appropriée du Tableau 1. Au-dessus d'une capacité d'un litre, cela donne une incertitude de 0,01 % et il convient qu'au maximum la moitié de ce chiffre résulte des composantes aléatoires de l'incertitude.

9.5 Fréquence

Il convient que les mesures d'un litre et plus soient réétalonnées à des intervalles de 1 à 5 ans en fonction de leur stabilité.

Il convient que les mesures en dessous d'un litre soient réétalonnées à des intervalles de 2 à 10 ans.

10 Méthode d'utilisation

Les pipettes automatiques sont utilisées en tant que mesures EX (à délivrer) pour délivrer du liquide dans des mesures IN (à contenir) telles que les étalons secondaires ou de travail (fioles jaugées) qui sont à leur tour utilisés pour vérifier les équipements de mesurage de liquides.

La méthode d'utilisation est similaire à la procédure d'étalonnage et la pipette doit toujours fonctionner au moins une fois avant utilisation pour la préparer et pour éliminer l'erreur systématique au premier essai causée par la rétention de liquide dans le tube d'écoulement.

11 Entretien

Les pipettes automatiques ne demandent que très peu d'entretien. Il convient qu'elles soient nettoyées de temps en temps et spécialement avant utilisation. Il peut être avantageux de les conserver remplies d'eau distillée ou désionisée même lorsqu'on ne les utilise pas et de les maintenir dans l'obscurité pour réduire la croissance d'algues. Il convient que le robinet de fermeture soit légèrement graissé (lorsque la pipette *n'est pas* en cours d'utilisation) et manoeuvré de temps en temps pour empêcher grippage ou collage.

12 Aspects administratifs

Il convient que les pipettes automatiques, en tant qu'éta-
lons primaires de volume, soient certifiées par l'autorité métrologique nationale (ou un organisme approuvé/accrédité par cette autorité) ayant les compétences requises. Il convient que le certificat délivré par l'autorité d'approbation spécifie:

- le volume nominal;
- le numéro de série;
- la période de validité;
- la méthode d'essai, y compris le temps d'écoulement, le temps d'égouttage, le nombre de mesurages et le coefficient de dilatation.

Il convient que la déclaration des résultats comprenne:

- la moyenne arithmétique du volume délivré à la température de référence (normalement 20 °C);
- l'étendue des résultats des mesurages effectués;
- l'incertitude élargie sur le volume moyen, calculée avec $k = 2$.

13 Références

ISO 383	Verrerie de laboratoire - Assemblages coniques rodés interchangeables.
ISO 384	Verrerie de laboratoire - Principes de conception et de construction de la verrerie volumétrique.
ISO 1042	Verrerie de laboratoire - Fioles jaugées à un trait.
ISO 4787	Verrerie de laboratoire - Verrerie volumétrique - Méthodes d'utilisation et de vérification de la capacité.
ISO 4788	Verrerie de laboratoire - Eprouvettes graduées cylindriques.
OIML R 4	Fioles jaugées à un trait de verre.
OIML R 40	Pipettes graduées étalons pour agents de vérification.
OIML R 43	Fioles étalons graduées en verre pour agents de vérification.
OIML R 76-1	Instruments de pesage à fonctionnement non automatique

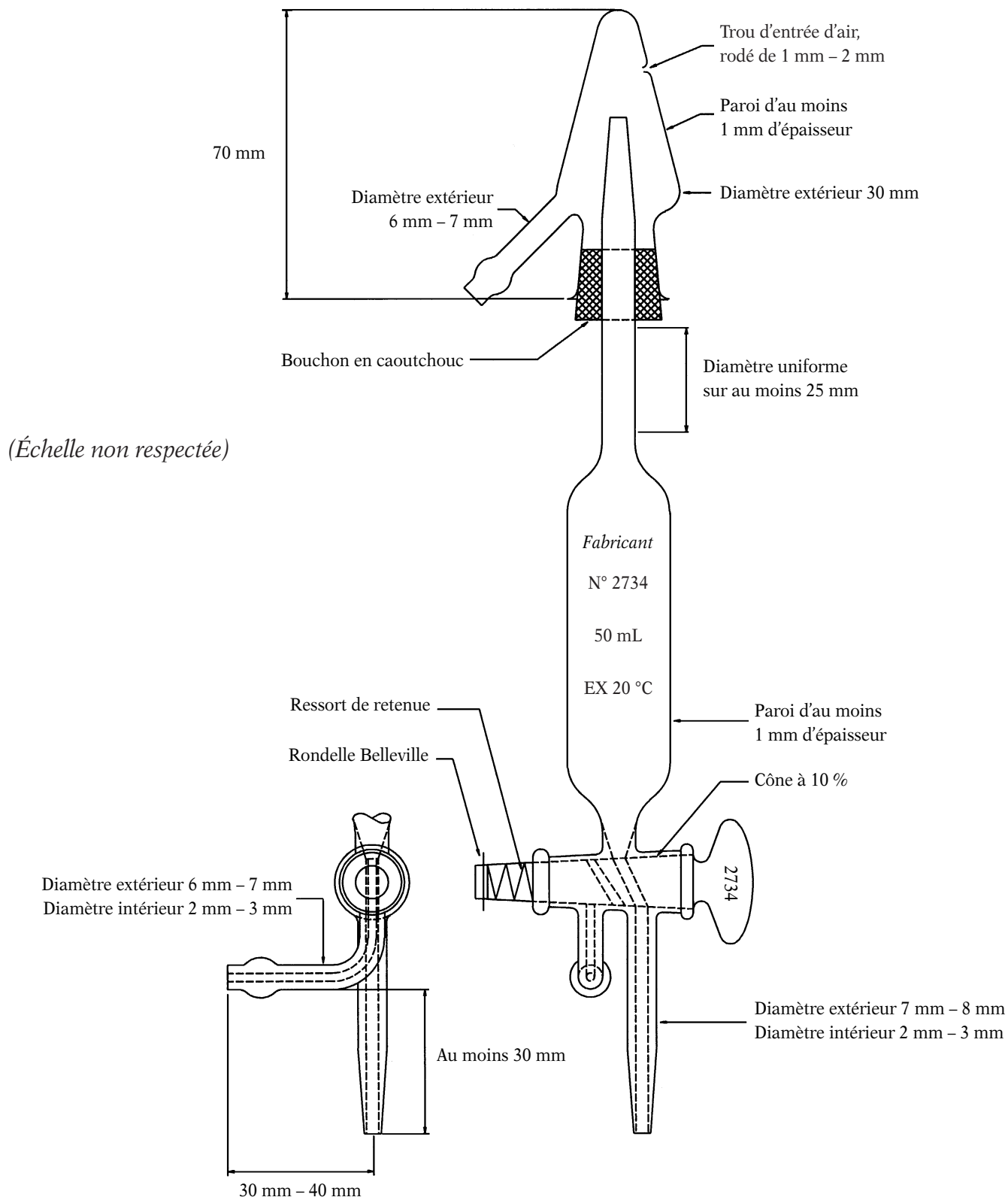


Figure 1 Mesure en verre à délivrer, volume nominal ne dépassant pas 250 mL

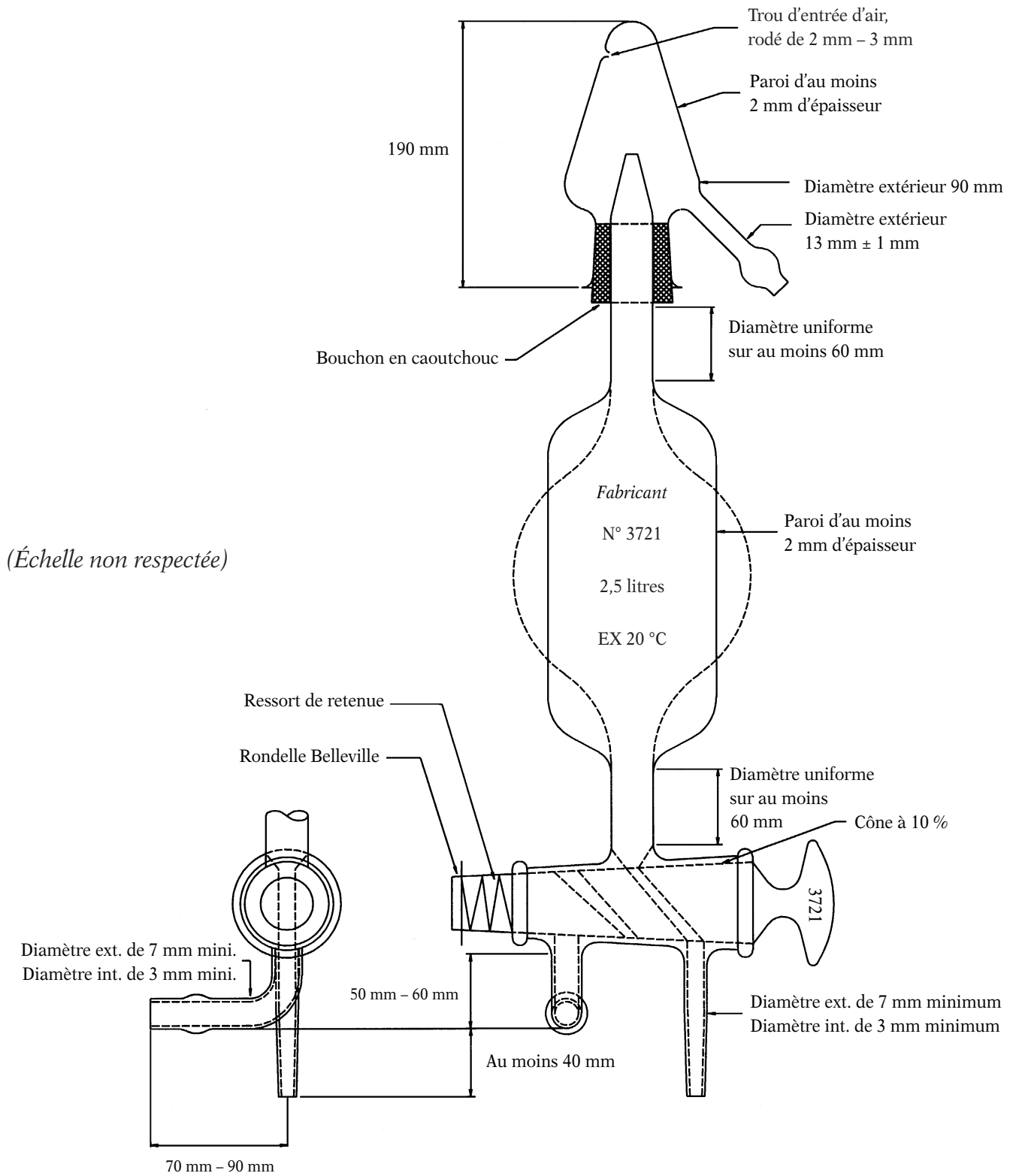


Figure 2 Mesure en verre à délivrer, volume nominal supérieur à 250 mL

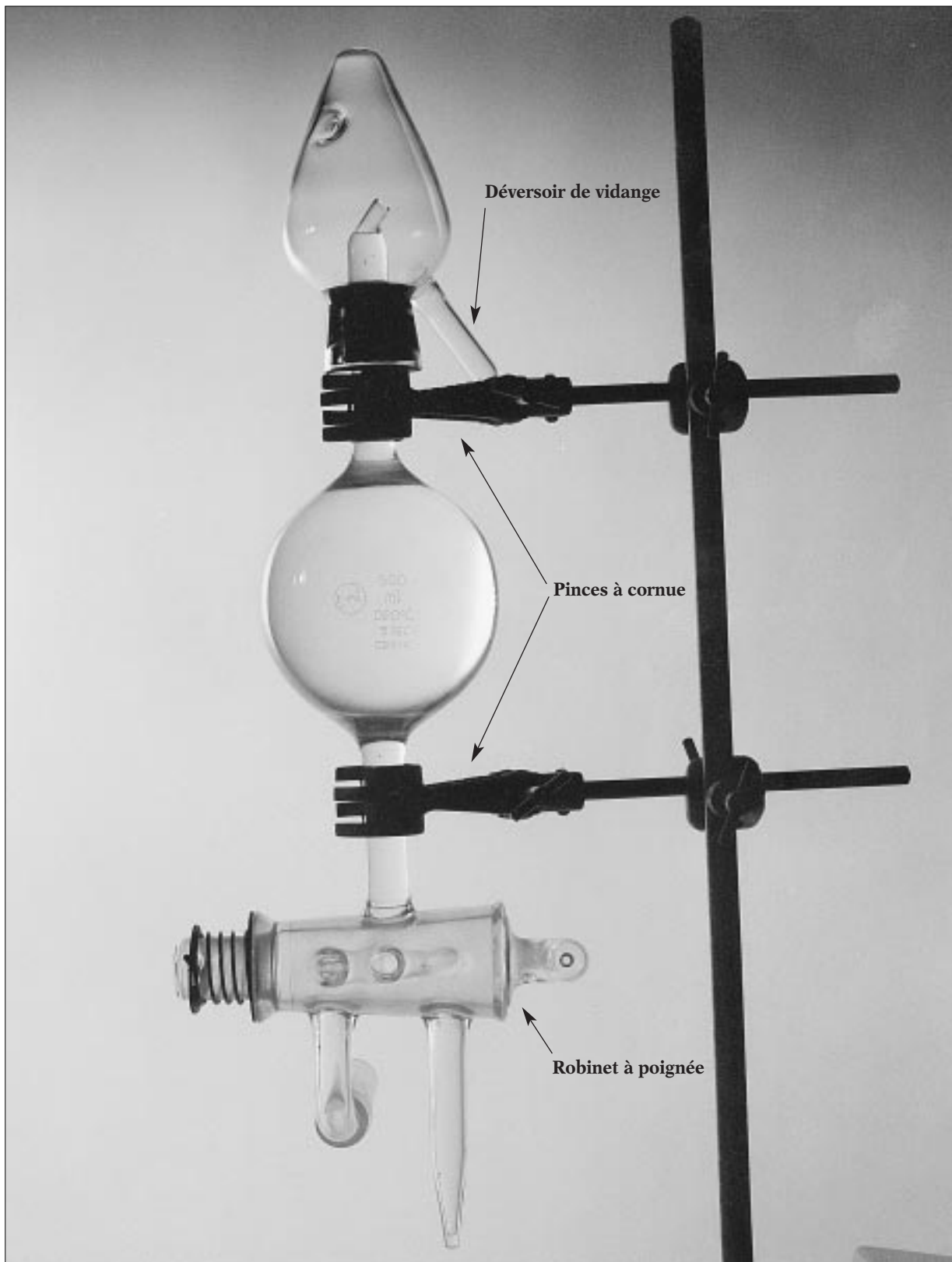


Figure 3 Mesure en verre à délivrer

