



# LAB GTA 90

## ÉTALONNAGE DES INSTRUMENTS VOLUMÉTRIQUES À PISTON (IVAP)



# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## État des lieux

- Aucune obligation d'accréditation
- 10 laboratoires accrédités à ce jour
  - *Reconnaissance de la compétence*
  - *Confiance sur la qualité de la prestation*
- 4 évaluateurs techniques qualifiés sur le domaine





# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Contexte et origine du guide

- Incohérences inexplicables constatées lors de comparaisons bilatérales
  - Organisation d'une CIL par le LNE
  - Confirmation de la définition de la méthode d'étalonnage
  - Nécessité d'harmoniser les pratiques
- *Élaboration d'un guide sur le domaine*





# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Pratiques fondamentales

- Validation et confirmation des méthodes
- Harmonisation des portées
- Évaluation harmonisée des incertitudes de mesure, notamment l'effet opérateur
- Contenu du rapport sur les résultats
- Comparaisons interlaboratoires
- Conditions de transport, stockage des micropipettes et consommables.





# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Définitions

### **Selon l'ISO 8655**

- Pipettes à piston
- Distributeurs
- Volume nominal
- Plage de volume
- Volume sélectionné
- Volume mort
- Robustesse d'une méthode



# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Étalonnage des IVAP

- Référentiel technique : ISO 8655 parties 1, 2, 5 et 6
- Méthode de mesure gravimétrique
- Recommandations du fabricant
- Recommandations émanant des pratiques usuelles
- Conditions ambiantes pour l'étalonnage





# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Présentation de la portée d'accréditation

À titre indicatif

Objet soumis à étalonnage	Mesurande	Étendue de mesure	Incertitude élargie (k=2) (nominal/50%/10%)	Principe de mesure et référence de la méthode	Moyens d'étalonnage (équipements, étalons)	Prestation en laboratoire (L) et/ou sur Site (S)
<b>Pipettes à piston de type monocanal (volume fixe et volume variable)</b>	Volume	10 000 µl	20 µl / 15 µl / 10 µl	Méthode gravimétrique Ref xxx	Balance de portée 210 g avec une résolution de 0.01 mg	L
		5 000 µl	9,0 µl / 5,0 µl / 3,0 µl			
		2 000 µl	5,5 µl / 3,0 µl / 2,0 µl			
		1 000 µl	2,0 µl / 1,5 µl / 1,0 µl			
		500 µl	0,80 µl / 0,75 µl / 0,75 µl			
		200 µl	0,50 µl / 0,45 µl / 0,40 µl			
		100 µl	0,40 µl / 0,40 µl / 0,35 µl			
		50 µl	0,21 µl / 0,21 µl / 0,20 µl			
		20 µl	0,11 µl / 0,11 nl / 0,11 nl			
		10 µl	70 µl / 65 nl / 60 nl			
		2 µl	75 nl / 60 nl / 60 nl			
		10 000 µl	55 µl / 45 µl / 30 µl	Méthode gravimétrique Ref xxx	Balance de portée 210 g avec une résolution de 0.01 mg	
		5 000 µl	24 µl / 7,5 µl / 4,5 µl			
		2 000 µl	15 µl / 6,0 µl / 3,5 µl			
		1 000 µl	3,5 µl / 3,0 µl / 1,5 µl			
		500 µl	2,5 µl / 2,0 µl / 1,5 µl			
		200 µl	0,90 µl / 0,65 µl / 0,50 µl			
		100 µl	0,45 µl / 0,45 µl / 0,40 µl			
50 µl	0,40 µl / 0,35 µl / 0,30 µl					
20 µl	0,20 µl / 0,15 µl / 0,15 µl	4 déterminations en simple pesée	Balance de portée 5,1 g avec une résolution de 0.001 mg			
10 µl	0,15 µl / 0,13 µl / 0,10 µl					
2 µl	0,13 µl / 0,10 µl / 0,08 µl					



# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Gestion des moyens et traçabilité

- Balances
- Masses
- Masse volumique de l'eau
- Instruments pour le mesurage de l'environnement







# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Assurer la qualité des résultats

- Cohérence externe : comparaison interlaboratoires
- Cohérence interne : évaluation de l'aptitude des opérateurs





## Étalonnage des IVAP

- Méthode par gravimétrie :

ISO/TR 20461 : volume délivré pour la température de référence de 20° C

$$V_{20^{\circ}\text{C}} = (m - m_0) \cdot \left( \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \right) \cdot (1 - \gamma(t - 20)) \cdot \left( 1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right)$$

Facteur Z x Y



# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Incertitudes d'étalonnage des IVAP Différentes composantes

- Incertitude d'étalonnage de la balance
- Perte de masse
- Température de l'eau
- Température de l'air
- Humidité de l'air
- Pression de l'air
- Coefficient d'expansion cubique de l'IVAP
- Effet inter opérateur
- Effet dû à la mise en application de la méthode : biais de la méthode
- Autres influences : hystérésis de l'indicateur numérique, reproductibilité de la course du piston
- Répétabilité des mesures



## Incertitudes d'étalonnage des IVAP

Incertitude type composée de l'étalonnage

$$u_{c(V20)} = \sqrt{(u_{\text{process}}^2 + u_x^2)}$$

Incertitude élargie,  $k = 2$

$$U_{(V20)} = 2 \cdot u_{c(V20)}$$





# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Constat de vérification

- Tolérance sur la non prise en compte de l'incertitude pour déclarer la conformité
- Règle à définir préalablement avec le client de la prestation et à stipuler de manière univoque dans le rapport concerné
- Dans tous les cas :
  - ▶ Document servant de référence à citer dans le constat
  - ▶ Incertitude à indiquer dans le certificat d'étalonnage



# LAB GTA 90 : Étalonnage des IVAP

## Intérêt et perspectives

- Guide développé à l'attention des laboratoires accrédités ou candidats à l'accréditation
  - Accélérer les études de recevabilité et faciliter la préparation des évaluation sur site
- Obligation faite aux laboratoires de biologie médicale d'être accrédités selon la norme NF EN ISO 15189 (avant fin 2016 pour une partie de leur activité)
  - Hausse attendue des demandes d'accréditation pour l'étalonnage des micropipettes