

Mars 2021

Mots clés :

Test intermédiaire, poids de référence, réétalonnage, rapport d'incertitude du test (TUR), valeur conventionnelle du poids, OIML R-111 | ASTM E617

Manipulation des poids de test

Sélection judicieuse et manipulation correcte des poids

Dr. Ellen Hage, Axel Taube, Dr. Julian Haller, Niclas Ludolph,

Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG, Otto-Brenner-Strasse 20, 37079 Göttingen

Correspondance

E-mail : metrology@sartorius.com

En résumé

Des valeurs de poids correctes sont extrêmement importantes pour les processus de pesée en production, ainsi que pour l'analyse (qualité). Mais comment l'utilisateur de la balance peut-il être sûr que le poids affiché à l'écran est identique à la masse de la substance pesée ?

Ce livre blanc décrit les possibilités pour l'utilisateur de contrôler et de tester une balance avec des poids de test. Des recommandations et des exemples pratiques sont donnés pour lesquels il est possible d'utiliser des poids pour tester une balance. Le document décrit également l'importance d'une manipulation correcte des poids et donne des conseils pratiques pour la manipulation.

En appliquant les mesures présentées ici, vous réduirez le risque d'erreur d'un processus de pesée et optimiserez les intervalles de réétalonnage.

En savoir plus : www.sartorius.com

Introduction

Pour une assurance qualité réussie, l'équipement de test doit être utilisé dans les plages de tolérance spécifiées. Il est également nécessaire de vérifier l'équipement de test (dans ce cas, les balances et les poids) à des intervalles appropriés. Mais comment vérifier les balances de laboratoire non automatiques ? Quels poids peut-on utiliser pour réaliser des tests intermédiaires de manière autonome, et comment réaliser ces tests ?

Existe-t-il des règles concernant les poids de test à utiliser et les conditions qui s'y appliquent ?

S'il existe des procédures réglementaires d'inspection des équipements de test pour des applications spéciales, elles doivent bien entendu être suivies. Cependant, étant donné que pour la majorité des applications de balance de laboratoire, il n'existe pas de procédures qui peuvent être simplement suivies par les utilisateurs, ce document explique et détaille les différents aspects. Le processus qui doit être utilisé pour chaque application fait l'objet d'une décision au cas par cas. Ce livre blanc vise également à fournir une assistance en la matière.

Manipulation des poids

Comment manipuler les poids de test ?

Les poids de test ne sont capables de tester parfaitement, c'est-à-dire aussi précisément, que leur propre poids. Cela signifie que les utilisateurs doivent veiller à ce que la masse de leurs poids de test soit la plus connue possible et change le moins possible.

Pour cette raison, les poids de test doivent toujours être manipulés avec précaution. Ils doivent toujours être conservés à l'abri d'influences environnementales et, lors de leur utilisation, ne doivent être posés que sur des surfaces propres. Toute rayure sur la surface pourrait entraîner des dépôts et une contamination ou pourrait indiquer une abrasion du matériau.

Avec des poids de grande qualité, il est particulièrement important de ne les manipuler qu'avec des gants ou des pinces brucelles/dispositifs de préhension propres et non pelucheux, car même une empreinte digitale peut peser environ 200 µg (2 d sur une échelle à quatre chiffres). Sans parler du fait que les empreintes attaquent la surface et, par conséquent, rendent le poids plus vulnérable aux influences environnementales.

Vous trouverez d'autres recommandations et conseils pour la manipulation, la conservation et le nettoyage dans la brochure sur les poids de Sartorius (1).

Même s'il est utilisé avec soin et peu souvent, chaque poids de test doit être régulièrement réétalonné par un fournisseur spécialisé afin que l'utilisateur dispose de la valeur conventionnelle de poids mise à jour et/ou que la valeur nominale du poids soit confirmée comme se trouvant dans la plage de tolérances. Les cycles de réétalonnage doivent être définis selon la criticité des applications de pesée.

Comment connaît-on exactement la masse d'un poids de test ?

D'une manière générale, il faut savoir si l'on parle de la valeur nominale du poids (par exemple 200 g), ou de la valeur conventionnelle de poids (par exemple $200\text{ g} + 0,05\text{ mg} = 200,000\text{ 05 g}$), qui peut être déterminée par étalonnage et indiquée en conséquence sur les certificats d'étalonnage des poids. Convertie à 20 °C et à une masse volumique de l'air de référence de 1,2 g/cm³, cette valeur correspond à la masse du poids et peut être considérée comme la valeur attendue ou réelle.

Cependant, la masse (et avec elle, la force de poids sur la balance) d'un poids n'est pas constante. Avec le temps, cette valeur va évoluer (usure, dépôts, etc.). Pour s'assurer de réduire au minimum cette modification, il est important de manipuler les poids avec précaution (voir rubrique précédente).

En outre, la force qu'un poids exerce sur la balance change en fonction des conditions environnementales. Par exemple, les différences de température entre le poids et le lieu d'application (poids conservé dans le bureau, testé en chambre froide) peuvent provoquer des effets de poussée aérostatique ou de convection et ainsi modifier la force de poids sur le plateau de pesée, même si la masse du poids est constante. Les différences de pression atmosphérique (pression atmosphérique différente entre le moment de l'étalonnage et le moment du test) conduisent également à des forces de poids différentes et donc à des résultats différents lors des mesures sur une balance. Ces effets étant souvent difficiles à quantifier, il convient de les éliminer autant que possible en conservant les poids idéalement dans le même local (c'est-à-dire dans les mêmes conditions climatiques) que les balances et en y assurant des conditions climatiques constantes.

Si la valeur nominale d'un poids est utilisée, il convient de noter que la valeur réelle ne peut s'écarter que des erreurs maximales possibles (EMT) pour cette classe (voir ci-dessous) selon la norme OIML R 111-1 2004. Par exemple, pour un poids de classe E₂ avec une valeur nominale de 200 g, l'erreur maximale possible serait de ± 0,3 mg (voir ci-joint) ; la valeur réelle du poids peut donc être comprise entre 199,999 7 g et 200,000 3 g (voir Fig. 1).

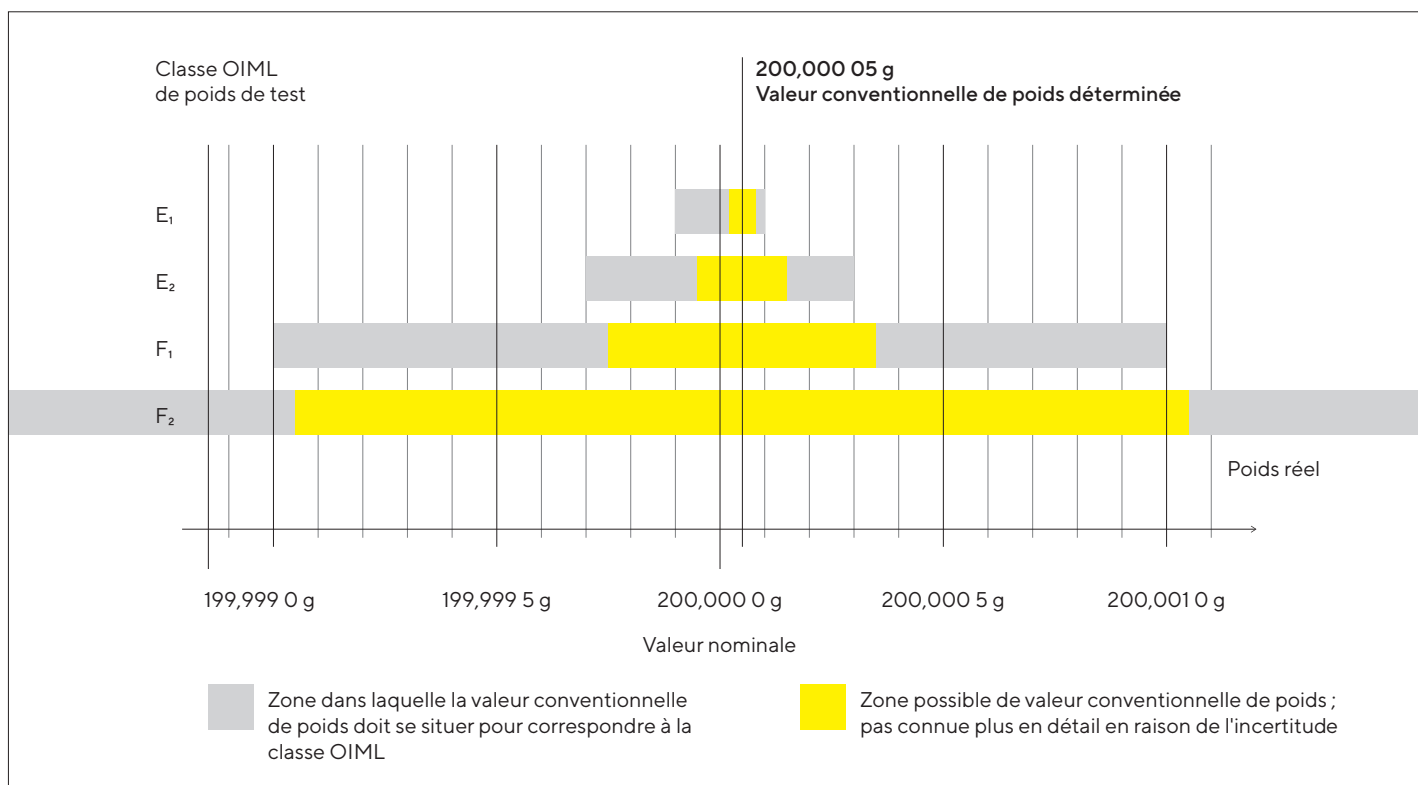


Figure 1 : Précision de la détermination du poids avec un exemple de poids de test d'une valeur nominale de 200 g pour différentes classes OIML.

Inversement, s'il existe un certificat d'étalonnage pour le poids, la valeur conventionnelle de poids (valeur attendue) qui y est spécifiée peut être utilisée. Cependant, cela reste sujet à incertitude. Celle-ci est indiquée comme une incertitude élargie U et montre la plage dans laquelle se trouve la valeur réelle (avec une probabilité de 95 %). Dans l'exemple de poids E_2 de la Fig. 1, U est de 0,1 mg, ce qui signifie que la valeur réelle est comprise entre $200,000\ 05\ \text{mg} - 0,1\ \text{mg} = 199,999\ 95\ \text{g}$ et $200,000\ 05\ \text{g} + 0,1\ \text{mg} = 200,000\ 15\ \text{g}$.

Comme la valeur réelle d'un poids n'est connue qu'avec un certain degré d'incertitude et peut changer avec le temps ou en raison de facteurs environnementaux, il est particulièrement important de garder ces facteurs à l'esprit lors du choix des tolérances pour les balances de test (voir également notre autre livre blanc à ce sujet) (2).

Comment puis-je être sûr que les poids de test sont toujours « corrects » ?

En cas de résultats douteux d'un test intermédiaire avec un poids de test, la cause peut être due aussi bien à un équipement de mesure qui ne fonctionne pas de manière optimale (par exemple, une balance mal réglée) qu'à un équipement de test non optimal (par exemple, un poids de test qui est tombé).

Afin de connaître la vraie cause, la mesure doit être répétée et il convient de s'assurer que les conditions externes sont conformes aux niveaux normaux (les balances sont stables

et de niveau, les influences environnementales telles que la température, les vibrations, le rayonnement thermique, etc. ne sont pas anormales, il n'y a pas de contamination, etc.).

Si le résultat douteux se reproduit malgré des conditions normales, il se peut que le poids de test ne soit pas équivalent aux données étalonnées. Afin de confirmer cela, vous pouvez utiliser un autre poids de référence pour mesurer, puis recommencer une troisième fois avec le poids de test douteux et l'autre poids.

Après toutes ces analyses, vous pouvez arriver à la conclusion que soit l'équipement de mesure (la balance), soit l'équipement de test (le poids de test d'origine) est défectueux.

En cas de doute raisonnable sur l'exactitude de l'équipement de test, il convient d'établir une déclaration quantitative concernant la différence entre le poids et un poids de référence. Pour cela, il faudra disposer de plus de poids avec des données d'étalonnage connues et une masse aussi proche que possible de celle du poids douteux. Lors d'une mesure dite EMM, également utilisée par des laboratoires d'étalonnage spécialisés pour l'étalonnage, la valeur de poids du poids douteux (M) peut être comparée à celle du poids de référence (E). Ce processus est décrit dans la recommandation internationale OIML R 111-1, dont voici une description approximative : les balances utilisées pour vérifier/comparer les poids E et M (où le poids de étalon E , dans ce cas, peut consister en plusieurs poids

individuels) doivent avoir une résolution aussi bonne que possible (c'est-à-dire petit échelon d). Le poids E est d'abord placé et pesé, puis c'est au tour du poids M, puis on recommence avec le poids M et enfin à nouveau avec le poids E. Entre chaque mesure individuelle, la balance doit toujours être remise à zéro et les quatre valeurs d'affichage doivent être notées. Les valeurs moyennes des deux différences $|E_1 - M_1|$ et $|M_2 - E_2|$ fournissent l'écart mesuré des masses. Plus la certitude avec laquelle la masse de E est connue est grande, plus la masse de M peut être déterminée avec précision par cette méthode, et les changements possibles détectés.

Choix des poids de test

Quels poids puis-je utiliser pour vérifier ma balance ?

Le terme « poids vérifiés » apparaît fréquemment dans ce contexte. Quelques commentaires à ce sujet d'abord : comme tous les autres équipements de mesure, les poids peuvent être vérifiés. La vérification est une confirmation souveraine que cet équipement de test est conforme à ses principales exigences et déclaré apte à l'emploi par un organisme pertinent. Jusqu'à récemment, la vérification était largement acceptée comme preuve de traçabilité et de tels équipements vérifiés étaient promptement utilisés pour mesurer/étalonner/tester. Cependant, l'ILAC (organisation internationale des organismes d'accréditation) a, depuis, exigé que chaque équipement de test dispose d'un étalonnage valide comme preuve de traçabilité à un étalon national (3). L'étalonnage présente un avantage par rapport à la vérification : il ne donne pas seulement une déclaration de conformité, mais fournit également l'état réel de l'équipement de test, prenant en

compte les conditions de mesure et l'incertitude, et donc beaucoup plus d'informations à l'utilisateur.

Dans la recommandation internationalement reconnue de l'OIML R 111 (4), les poids sont répartis en différentes classes. Plus la classe est fine plus les propriétés et les tolérances sont meilleures et faibles. La classe de poids la plus élevée est la classe E₁. Pour cette classe, les tolérances les plus faibles qui s'appliquent à la rugosité de la surface, la densité et les propriétés magnétiques, ainsi qu'à l'écart de la valeur de poids conventionnelle par rapport à la valeur nominale sont pertinentes. La valeur de poids déterminée d'un poids de cette classe est la plus précise, c'est-à-dire que sa vraie valeur est déterminée plus précisément qu'un poids d'une classe inférieure (incertitude de mesure plus faible). Les autres classes basées sur ces directives sont (par ordre décroissant) : E₂, F₁, F₂, M₁, M₁₋₂, M₂, M₂₋₃, M₃. Pour plus d'informations à ce sujet, consultez le tableau en annexe. De la même manière, la norme ASTM E617 (5) définit des classes de poids (000 à 7) en fonction d'exigences élevées relatives à la précision, la densité la rugosité de la surface, etc. La tolérance des poids de la norme ASTM classe 00 correspond à celle de la classe E₁ de l'OIML, par exemple.

Pour juger de la précision de l'affichage de la balance au moyen d'un poids de référence, la masse du poids de référence doit être connue aussi précisément que possible ; mais qu'est-ce que cela signifie en réalité ? Afin d'évaluer un résultat de test, il faut déterminer la plage de tolérance au sein de laquelle l'écart est tolérable. Pour une évaluation pertinente l'incertitude du poids de référence doit évidemment être inférieure à l'écart toléré de la balance. De manière générale, on s'attend à un rapport de 5:1. Cependant, un rapport ne devrait jamais être inférieur à 3:1, de sorte que l'évaluation reste judicieuse et plus proche de

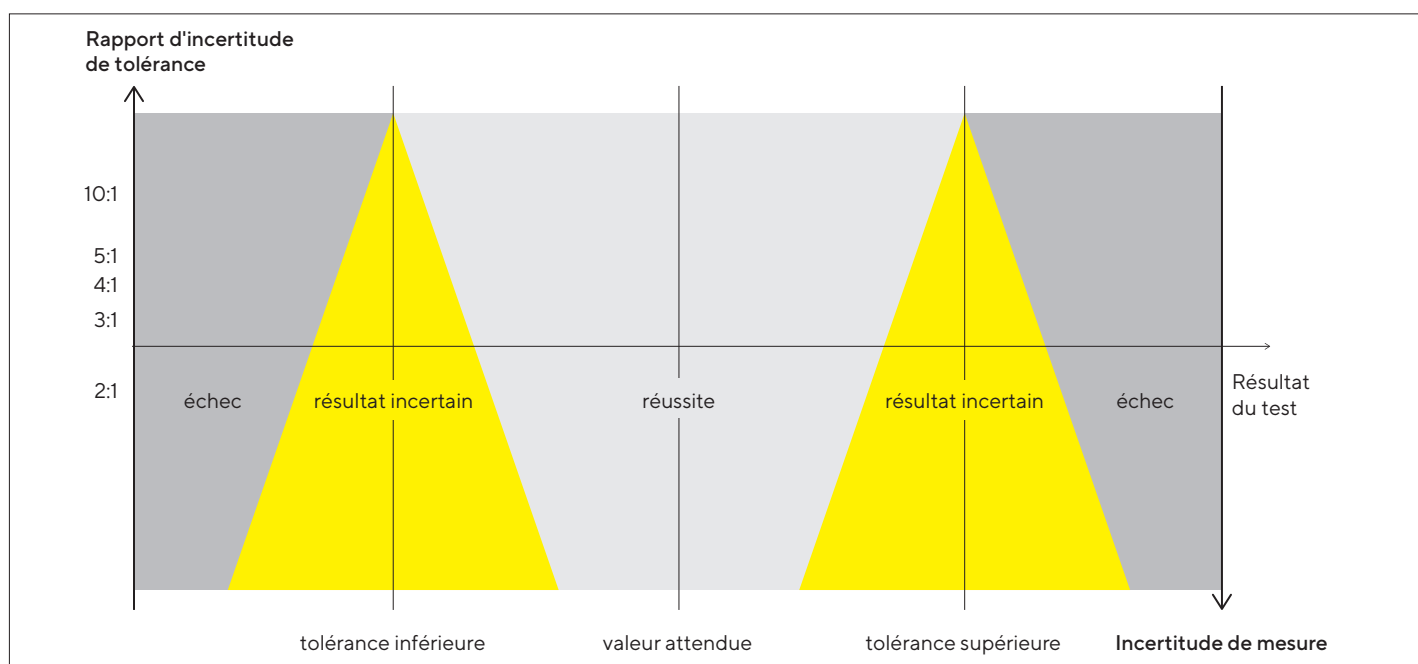


Figure 2 : Représentation de la plage de tolérance par rapport à l'incertitude de mesure (de plusieurs degrés).

refléter la réalité (pour plus d'informations à ce sujet, voir la Figure 2).

Ce rapport incertitude/tolérance est également connu au niveau international sous l'appellation "capabilité". Pour l'exemple de poids de 200 g de la classe E₂ mentionné ci-dessus, une tolérance à évaluer avec un tel poids ne devrait pas être inférieure à 0,9 mg (pour Capabilité = 3 = 0,9 mg : 0,3 mg), mais cela serait encore mieux de se limiter à 1,5 mg (pour Capabilité = 5 = 1,5 mg : 0,3), s'il faut utiliser la valeur nominale du poids est utilisée (valeur réelle : 200 g ± 0,3 mg), ou pas moins de 0,3 mg (ou encore mieux 0,5 mg), en cas d'utilisation de la valeur conventionnelle du poids (valeur réelle : 200,000 05 g ± 0,1 mg).

Bien sûr, dans la pratique, cela devrait se produire dans l'autre sens, c'est-à-dire que les utilisateurs devraient d'abord établir la tolérance sur l'équipement puis, à partir de là, déterminer à quel niveau la précision du poids de référence utilisé pour les tests doit être connue. Par conséquent, les exigences de précision des balances déterminent les exigences de précision, c'est-à-dire la classe, du poids qui peut être utilisé pour les tests.

Combien de poids sont nécessaires pour vérifier l'exactitude de l'affichage de la balance ?

Il n'est pas possible de répondre de manière générale, car cela dépend de l'utilisation. Au sens strict, un test d'un seul point de l'étendue de pesée ne peut évaluer précisément que cette charge spécifique. Plus un point de mesure est éloigné de cette charge, moins l'évaluation est précise à ce nouvel emplacement. Cependant, les balances de laboratoire modernes offrent une très bonne linéarité sur toute l'étendue de pesée, de sorte qu'en cas de petit écart en un point, on peut s'attendre à ce même petit écart en tous les autres points de l'étendue de pesée.

Et comme la linéarité d'une balance est une variable très stable, qui ne change pratiquement pas dans le temps ou en raison de facteurs environnementaux, il suffit généralement de tester la précision avec une seule charge. Dans ce cas, il convient de choisir une charge qui correspond soit à l'étendue de charge dans laquelle les balances sont le plus fréquemment utilisées /la pesée critique réalisée, soit à une valeur proche de la charge maximale, car c'est là que les écarts possibles sont les plus importants, en termes absolus. Ce principe (test à un seul point de mesure) est également utilisé, par exemple, lors de l'évaluation de la précision d'une balance selon la pharmacopée européenne (Ph. Eur.) ou américaine (USP) (pour plus d'informations, voir également le livre blanc (6) ou (7)).

En cas d'exigences de précision très élevées et pour des utilisations très critiques, un test peut être effectué en plusieurs points. En raison du comportement de linéarité stable et compte tenu des aspects économiques,

il convient également, dans de tels cas, d'utiliser un seul poids de référence connu avec précision dans une faible zone de pesée de la balance (par exemple ¼ max). Avec ces poids et, par exemple, deux tares, il est possible de tester la précision à trois points de l'étendue de charge.

Pour plus d'informations, consultez également la section suivante sur les différentes possibilités de test, en particulier le point sur les tests de justesse.

Utilisation de poids de test

Que puis-je vérifier moi-même en tant qu'utilisateur et quels tests nécessitent un prestataire spécialisé ?

Un prestataire externe n'est pas nécessaire pour chaque test de balance. En général, l'état réel de chaque équipement doit être déterminé à intervalles réguliers via un étalonnage par des prestataires de services spécialisés et, dans le meilleur des cas, accrédités. La maintenance technique et les réglages peuvent être effectués, si nécessaire. Les intervalles de ces interventions externes ainsi que les avantages des organismes de service accrédités sont décrits dans les livres blancs (2) et (8).

En plus des interventions réalisées par des prestataires indépendants, en tant qu'utilisateur, il est important de tester régulièrement la fonctionnalité de chaque équipement de test, c'est-à-dire de chaque balance. Il faut donc mettre sur pied une routine et documenter les tests intermédiaires. La fréquence et l'étendue de ces tests intermédiaires doivent être cohérentes avec l'utilisation et il convient d'établir des spécifications basées sur les risques pour chaque dispositif séparément.

Que dois-je garder à l'esprit concernant les balances utilisées dans des environnements réglementés par la loi/ soumis à d'autres réglementations ?

En plus des tests adaptés à l'utilisation et définis par l'utilisateur de l'équipement de test, il se peut que des spécifications externes nécessitent d'autres tests.

De nombreuses balances sont soumises à des vérifications requises par la loi, réalisées par des personnes habilitées à des intervalles définis réglementairement, indépendamment de vos propres spécifications de vérification même si celles-ci sont plus fréquentes et utilisent des tolérances plus faibles. Pour ces balances, les scellements ne peuvent être rompus par l'utilisateur pour, par exemple, effectuer un ajustage.

Dans la plupart des cas, les autres réglementations et spécifications de test sont semblables. Cependant, si certains tests peuvent être effectués par l'utilisateur, une vérification obligatoire peut généralement être considérée comme réussie si des tolérances distinctes et plus strictes sont utilisées.

De manière générale, les dispositions externes (légales/réglementaires) doivent être respectées et des modifications des tests intermédiaires internes peuvent en résulter.

Quelles sont les possibilités de test à ma disposition ?

La section suivante décrit trois méthodes assez différentes de tests intermédiaires et explique quand les utiliser.

1) Le type de test intermédiaire le plus simple consiste en un **ajustage interne** des balances. Presque toutes les balances de laboratoire modernes sont équipées d'un poids d'ajustage interne. Ce poids se trouve à l'intérieur du boîtier. Sa masse a été déterminée très précisément pendant le processus de production et a été enregistrée dans le logiciel de la balance. Ce poids est pesé avec le système de pesée par déclenchement soit manuel soit automatique des dispositifs d'ajustage interne (appelés "ISOCAL" chez Sartorius). L'indication de la balance peut être ajustée, c'est à dire ajustée à la valeur attendue.

Ce type d'ajustage interne peut s'effectuer très facilement et rapidement, ne nécessite aucun matériel de test supplémentaire et garantit une bonne compensation des influences changeantes exercées sur la balance. Dans tous les cas, il doit être effectué régulièrement par l'utilisateur, et particulièrement après un changement des conditions environnementales.

2) Un autre type de test intermédiaire consiste à tester la **précision** de l'affichage, c'est-à-dire de vérifier si l'équipement affiche correctement la masse de la substance pesée. Pour ce type de test, un poids de référence dont la masse est précisément connue est nécessaire. Ce test se présente comme suit :

Si possible, effectuez un ajustage interne de la balance puis, si elle n'est pas chargée, mettez-la à zéro à l'aide du bouton zéro (sur certains modèles, ce bouton est associé au bouton de tare). Placez ensuite le poids de test (un poids avec une masse connue, également appelé poids de référence) sur la balance et notez la valeur affichée. Comparez-la à la valeur de poids attendue du poids de test. Si la différence entre la valeur affichée et la valeur de poids se situe dans la plage de tolérance (déterminée par l'utilisateur), le test est considéré comme réussi et la balance peut continuer à être utilisée.

Selon la criticité de l'utilisation de la balance, ce type de test peut être effectué en un point de l'étendue de pesée avec un poids de référence, ou en plusieurs points de l'étendue de pesée (c'est-à-dire avec différents poids de référence ou un poids de référence et plusieurs tares). En règle générale, même dans les applications jugées très critiques, trois points de test suffisent généralement grâce à la bonne linéarité des balances modernes.

Plusieurs éléments doivent être pris en compte pour prendre cette décision. Bien entendu, la validité des tests

de précision augmente lorsque les balances sont testées en le plus de points possible. Cependant, cela nécessiterait plusieurs poids de référence très précis (ou au moins des poids de tare). L'étendue de mesure pour une pesée critique doit être considérée en conséquence.

De manière générale, de nombreuses erreurs possibles peuvent être considérées comme proportionnelles à la charge et, en tant que telles, sont plus facilement détectées à des charges plus élevées. Au su de ces informations, ces considérations sont mises en pratique dans diverses situations.

3) En cas de doute sur l'exactitude et/ou la reproductibilité des résultats de pesée, l'utilisateur peut également tester la **répétabilité** du dispositif. Lors d'un test de répétabilité, un même poids de référence est placé sur la balance de manière répétée, et dans la mesure du possible, de la même manière. Entre chaque charge, la balance doit être mise à zéro ou vous devez attendre que l'affichage revienne à zéro. Dans des conditions environnementales optimales, un dispositif fonctionnant correctement affichera presque la même valeur à chaque mesure. Si la valeur affichée varie, il s'agit soit d'un signe de conditions ambiantes défavorables, soit d'un dysfonctionnement, qui ne peut alors être résolu que par une réparation. La fluctuation est caractérisée généralement par l'écart-type des valeurs affichées.

Il n'est pas nécessaire de connaître la valeur réelle du poids de référence pour ce test complémentaire, car ce ne sont que les différences entre les différentes pesées qui sont observées. Cependant, afin de comparer les tests de répétabilité, il est important que le même poids soit toujours utilisé et que le nombre de répétitions reste le même. Pour une évaluation statistiquement significative, les balances doivent être chargées au moins 10 fois et il faut déterminer la valeur de l'écart type. Elle ne doit pas dépasser la tolérance spécifiée.

À quelle fréquence une balance doit-elle être vérifiée ?

Il n'y a pas qu'un seul intervalle de test qui convient pour toutes les situations. La fréquence est déterminée par l'utilisation et les différentes exigences. Le livre blanc « Intervalles et tolérances de test » (2) présente d'importants éléments dont il faut tenir compte ainsi que des outils pour aider à la prise de décision.

Les différents types de tests intermédiaires décrits dans la section précédente (ajustage interne, précision et répétabilité) sont cependant utilisés différemment, comme mentionné précédemment :

1) L'ajustage interne devrait être le type de test intermédiaire le plus fréquemment utilisé.

2) Le test de la précision devrait avoir lieu en cas de pesée critique ou à intervalles réguliers.

3) Le résultat du test de répétabilité d'une balance est pertinent pour l'échantillon minimum

(pour plus d'informations à ce sujet, voir également le livre blanc (7)). Il est particulièrement important de tester régulièrement les balances si de petites quantités doivent être pesées. De plus, des tests de répétabilité sont recommandés en cas de changements possibles des conditions environnementales ou de doutes concernant la fonctionnalité des balances.



Figure 3 : Vérification de la précision des balances de laboratoire avec des poids de test externes.

En quoi consiste un contrôle réalisé par l'utilisateur ?

Voici quelques exemples du type de poids à utiliser en fonction des exigences d'analyse.

Exemple 1 : balances de précision pour échantillonnage peu fréquent d'un processus critique, vérifiées.
Balance : Secura5102S-1CEU avec max. = 5 100 g, $d = 0,01$ g, poids typique de l'échantillon prélevé 1 000 g.

- Ajustage interne : avant chaque utilisation (malgré une utilisation peu fréquente)
- Test de la précision : tous les mois ; tolérance établie à 0,10 g dans une charge de test de 1 kg. Afin de réaliser un test par rapport à cette tolérance avec le plus de certitude possible, choisir une capacité de 5. Poids avec une incertitude de max. 20 mg nécessaire, donc poids de test de classe M_1 ou supérieur. Le certificat d'étalonnage du poids de test exemple indique une valeur conventionnelle de poids de 1 000,0073 g \pm 0,016 g. Il y a donc une probabilité de 95 % que la valeur de poids se situe dans l'intervalle 999,9913 g et 1 000,0233 g. En plaçant ce poids de test sur la balance, l'utilisateur s'attendrait donc à voir 1 000,01 g s'afficher sur l'écran, sur une balance sans écart dans les conditions de référence. Avec une tolérance autorisée de 0,10 g, le test de la balance est considéré comme conforme si les valeurs affichées sont comprises entre 999,91 g et 1 000,11 g.
- Test de répétabilité : uniquement en cas de doute sur les résultats de la pesée. Il est possible d'utiliser un poids non étalonné. Cependant, il doit être conforme aux réglementations de l'OIML concernant les poids M_1 ou

supérieurs afin d'assurer une stabilité suffisante de la valeur de poids (inconnue).

Exemple 2 : balances d'analyse pour peser une substance moins critique plusieurs fois par jour.

Balance : MSA324S avec max = 320 g, $d = 0,1$ mg, poids des échantillons en quantités variables entre 10 g et 320 g.

- Ajustage interne : tous les jours
- Test de la précision : tous les mois ; tolérance établie de 2 mg pour une charge de test de 200 g. Étant donné que la valeur conventionnelle d'un poids de 200 g de classe F_2 présente une incertitude d'au moins 1 mg, il faut utiliser un poids étalonné de classe au moins F_1 , pour les tests afin d'évaluer de manière fiable la tolérance de 2 mg et réaliser les tests conformément à la valeur conventionnelle de poids établie sur le certificat d'étalonnage.
- Test de répétabilité : également uniquement en cas de doute, voir exemple 1.

Exemple 3 : Microbalances pour analyse quotidienne d'une substance critique à différentes températures.

Balance : MCE10.6S avec max = 10,1 g = 10 100 mg, $d = 0,001$ mg = 1 μ g, poids des échantillons variables, parfois très faibles.

- Ajustage interne : avant chaque utilisation
- Test de la précision : toutes les semaines ; tolérance établie de 200 μ g pour une charge de test de 10 g. Un poids de 10 g de classe F_1 présente une incertitude sur la valeur conventionnelle d'au moins 60 μ g. En tant que tel, une capacité = $200/60 \approx 3,3$. Ainsi, dans cet exemple, il faut choisir un poids de test de classe E_2 pour lequel la valeur conventionnelle de poids est déterminée avec précision à 20 μ g près (dans ce cas Capacité = 10 et l'évaluation est nettement plus fiable). Il est encore une fois extrêmement important de ne pas vérifier par rapport à la valeur nominale de 10 g, mais par rapport à la valeur conventionnelle du poids, qui peut s'écarter jusqu'à 60 μ g de la valeur nominale pour la classe F_1 , ou jusqu'à 20 μ g pour la classe E_2 .

Le certificat d'étalonnage de l'exemple de poids de test E_2 indique une valeur conventionnelle de poids de 9 999,994 mg \pm 0,020 mg. Il y a donc une probabilité de 95 % que la valeur de poids se situe dans l'intervalle 9 999,974 mg et 10 000,014 mg. En plaçant ce poids de test sur la balance, l'utilisateur s'attendrait donc à voir 9 999,994 mg s'afficher à l'écran, sur une balance sans écarts dans les conditions de référence.

Avec une tolérance admissible de 0,200 mg, le test de la balance est considéré comme conforme si les valeurs affichées sont comprises entre 9 999,794 mg et 10 000,194 mg. Pour les balances à résolution fine, il est extrêmement important d'effectuer un ajustage interne avant le test et que le poids de test se soit suffisamment adapté à l'environnement.

- Test de répétabilité : tous les mois, afin de vérifier l'échantillon minimum au moyen de l'écart type de la mesure répétitive.

Recommandation de Sartorius

- Effectuez un ajustage interne de vos balances aussi souvent que possible, en particulier avant des pesées critiques.
- Définissez des intervalles et des tolérances individuellement pour chaque balance, ainsi que pour les tests intermédiaires internes et les contrôles réalisés par des prestataires de services spécialisés.
- Considérez toujours la plausibilité des résultats de pesée et vérifiez la balance en cas de doute.
- Choisissez la valeur nominale et la classe de votre poids de test en fonction des spécifications de tolérance des balances.
- Manipulez l'équipement de test avec soin et faites-le réétalonner à intervalles réguliers par des prestataires de service spécialisés.
- Des vérifications intermédiaires régulières de vos poids de test par rapport aux poids de référence sont utiles pour minimiser les risques.

Ce livre blanc fait partie de la série de livres blancs « Guide des bonnes pratiques : pesée en laboratoire ». Afin d'y ajouter des mises à jour et des corrections de manière dynamique tout en offrant aux utilisateurs le référencement le plus clair, par exemple dans leur documentation de gestion de la qualité, les livres blancs disposent d'un numéro de version.

Historique des versions


Version	Date	Modifications
1.0	Mars 2021	Version initiale

Bibliographie

1. Conseils pour la manipulation, la conservation et le nettoyage de poids et d'étalons de poids ; Sartorius, N° de publication : W--1508-d12091, N° de commande : 98649-013-62
2. Sartorius white paper Testing intervals and tolerances (how are testing intervals and tolerances defined practically and on the basis of risk), 2021 (à venir).
3. ILAC P10 07/2020 Politique sur la traçabilité des résultats de mesure
4. OIML R 111 Poids de classe E₁, E₂, ... M₃
5. ASTM E617 Standard Specification for Laboratory Weights and Precision Mass Standards
6. Livre blanc Sartorius Scales in a pharmaceutically controlled environment (chapitre <41> et <1251> de la pharmacopée américaine ainsi que chapitre 2.1.7 de la pharmacopée européenne), 2021 (à venir).
7. Livre blanc Sartorius Lowest sample weight according to USP <41>, OIML R76 et EURAMET cg-18 (taille minimale de l'échantillon pour obtenir des résultats de pesée fiables). 2020.
8. Livre blanc Sartorius Calibration certificates from accredited providers (what advantage does our accreditation offer the user), 2021.

Allemagne

Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG
Otto-Brenner-Strasse 20
37079 Göttingen, Allemagne
Téléphone +49 551 308 0

 Pour obtenir de plus amples informations, consultez le site www.sartorius.com.

États-Unis

Sartorius Corporation
565 Johnson Avenue
Bohemia, NY 11716
Téléphone +1 631 254 4249
Numéro gratuit +1 800 635 2906

France & Suisse Romande

Sartorius France S.A.S.
2, rue Antoine Laurent de Lavoisier,
Zone d'Activité de la Gaudrée
91410 Dourdan
Téléphone +33 170 62 50 00

Belgique

Sartorius Belgium N.V.
Rue Colonel Bourg 105
B-1030 Schaarbeek
Téléphone : +32 2 756 06 80

Annexe

Erreur maximale tolérée pour les poids selon l'OIML R111-1:2004

Tableau des erreurs maximales possibles (EMT) selon l'OIML R 111-1 : 2004, Tableau 1.

Informations sur tous les poids possibles et leurs erreurs ($\pm \delta m$ en mg).

Valeur nominale*	Classe E ₁	Classe E ₂	Classe F ₁	Classe F ₂	Classe M ₁	Classe M ₁₂	Classe M ₂	Classe M ₂₃	Classe M ₃
5 000 kg			25 000	80 000	250 000	500 000	800 000	1 600 000	2 500 000
2 000 kg			10 000	30 000	100 000	200 000	300 000	600 000	1 000 000
1 000 kg		1 600	5 000	16 000	50 000	100 000	160 000	300 000	500 000
500 kg		800	2 500	8 000	25 000	50 000	80 000	160 000	250 000
200 kg		300	1 000	3 000	10 000	20 000	30 000	60 000	100 000
100 kg		160	500	1 600	5 000	10 000	16 000	30 000	50 000
50 kg	25	80	250	800	2 500	5 000	8 000	16 000	25 000
20 kg	10	30	100	300	1 000		3 000		10 000
10 kg	5	16	50	160	500		1 600		5 000
5 kg	2,5	8	25	80	250		800		2 500
2 kg	1	3	10	30	100		300		1 000
1 kg	0,5	1,6	5,0	16	50		160		500
500 g	0,25	0,8	2,5	8	25		80		250
200 g	0,1	0,3	1	3	10		30		100
100 g	0,05	0,16	0,5	1,6	5,0		16		50
50 g	0,03	0,1	0,3	1,0	3,0		10		30
20 g	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5		8		25
10 g	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0		6,0		20
5 g	0,016	0,05	0,16	0,5	1,6		5,0		16
2 g	0,012	0,04	0,12	0,4	1,2		4,0		12
1 g	0,010	0,03	0,10	0,3	1,0		3,0		10
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8		2,5		
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6		2,0		
100 mg	0,005	0,016	0,05	0,16	0,5		1,6		
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4				
20 mg	0,003	0,010	0,03	0,10	0,3				
10 mg	0,003	0,008	0,025	0,08	0,25				
5 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				
2 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				
1 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				

* d'autres valeurs de charge ne sont pas autorisées selon l'OIML R 111-1.

