

Référence: PA/PH/Exp. MG/T (19) 14 ANP R1

XXXX:20107

## 2.1.7. BALANCES

Le présent chapitre porte uniquement sur les balances utilisées à des fins analytiques. Il ne s'applique pas aux balances utilisées pour la fabrication ou à d'autres fins. Toute pesée réalisée dans le cadre d'essais prescrits pour démontrer la conformité à une monographie de la Pharmacopée Européenne doit l'être dans le respect des principes énoncés dans le présent chapitre.

Les informations relatives aux chiffres significatifs et aux arrondis des valeurs de masse prescrites dans les monographies ou les chapitres de la Pharmacopée Européenne figurent dans la section « Prises d'essai » des Prescriptions générales.

### PRINCIPE

Une balance est un instrument servant à déterminer la masse d'un objet. Le kilogramme est l'unité SI de la masse, mais ses sous-multiples ( $\mu\text{g}$ ,  $\text{mg}$  ou  $\text{g}$ , par exemple) sont souvent utilisés.

Bien que les instruments de pesage puissent utiliser différents principes physiques de détermination de la masse, la plupart de ces principes reposent sur le poids, c'est-à-dire la force gravitationnelle  $F_G$  (exprimée en newtons) exercée par la Terre sur l'objet à peser. Le poids est défini par l'expression suivante :

$$F_G = m \cdot g \quad (1)$$

$m$  = masse de l'objet, en kilogrammes,

$g$  = accélération gravitationnelle locale, en mètres par seconde carrée ( $\approx 9,81 \text{ m.s}^{-2}$  au niveau de la mer).

Les deux principes de pesage reposant sur la force gravitationnelle les plus courants sont la compensation des forces (généralement utilisée dans les balances électroniques) et la comparaison avec une masse connue (généralement utilisée dans les balances mécaniques).

Selon le principe de mesure de la balance, la masse est soit mesurée directement (balance à fléau, par exemple), soit calculée à partir du poids grâce à l'équation (1) (balance à compensation électromagnétique des forces, par exemple).

### BALANCES ÉLECTRONIQUES

La plupart des balances utilisées pour des applications pharmaceutiques sont électroniques et reposent sur la compensation des forces. Dans la pratique, la force gravitationnelle exercée sur l'objet à peser peut être compensée par :

- la déformation élastique : l'objet à peser exerce une pression sur un ressort qui réagit par une force de compensation  $F_c$ , exprimée en newtons, et donnée par l'équation suivante :

$$F_c = c \times \Delta s \quad (2)$$

$c$  = constante de raideur du ressort, en newtons par mètre,

$\Delta s$  = variation de longueur due à la déformation élastique, en mètres ; des jauges de déformation permettent de la mesurer et de la convertir en résistance électrique,

- une force électromagnétique qui maintient la cellule de pesée en équilibre. Dans la plupart des balances à haute résolution, il s'agit de la force de Lorentz qui est générée par un courant circulant dans une bobine autour d'un aimant permanent.

## 1 *BALANCES MÉCANIQUES*

2 Les balances mécaniques sont, pour la plupart, des balances à bras égaux. Une balance à bras  
3 égaux permet d'effectuer une comparaison de masses au moyen d'un fléau et de deux plateaux  
4 de pesée. La masse de l'objet pesé est compensée par des contrepoids de masse connue à  
5 l'extrémité opposée du fléau. Les contrepoids sont choisis de manière à pouvoir maintenir la  
6 position d'équilibre.

## 7 *ÉQUIPEMENT*

8 Les balances peuvent être classées selon leur pas de graduation  $d$ , également appelé échelon ou  
9 résolution. Il s'agit du plus petit incrément de masse pouvant être indiqué par la balance.

10 <b>Type (sous-type) de balance</b>	<b>Résolution, <math>d</math> (en grammes)</b>
11 de précision	1 à $10^3$
12 analytique	$\leq 10^4$
13 <i>semi-micro</i>	$10^5$
14 <i>micro</i>	$10^6$
15 <i>ultra-micro</i>	$10^7$

16 La plupart des balances utilisées aujourd'hui affichent le résultat de la pesée sur écran numérique.  
17 Les balances mécaniques qui ne disposent pas de ce type d'affichage, comme les balances à  
18 fléau, par exemple, sont rarement utilisées.

19 Les balances disposent généralement d'un système permettant de voir si l'indication est stabilisée  
20 et peut être enregistrée ou imprimée. Les balances peuvent être connectées à d'autres appareils  
21 servant à consigner le résultat de la procédure de pesage, par exemple une imprimante ou un  
22 système de gestion de l'information du laboratoire.

23 Les balances peuvent être incorporées dans un appareil d'analyse servant à évaluer, dans des  
24 conditions définies, les propriétés d'un échantillon se traduisant par une modification de sa  
25 masse, comme par exemple lors d'essais de perte à la dessiccation, de thermogravimétrie,  
26 de gravimétrie d'adsorption de vapeur d'eau, etc. Les balances utilisées à ces fins entrent  
27 également dans le champ d'application du présent chapitre général, mais d'autres exigences plus  
28 spécifiques peuvent en outre être applicables. Inversement, tous les paramètres abordés dans  
29 ce chapitre ne sont pas nécessairement pertinents pour de tels systèmes.

## 30 *INSTALLATION ET EMBLACEMENT*

31 Il est recommandé de respecter les instructions du fabricant lors de l'installation d'une balance.  
32 Il importe en particulier de veiller à ce que les conditions d'installation et l'emplacement ne  
33 perturbent pas le bon fonctionnement de la balance.

34 Les paramètres environnementaux ayant une influence sur la performance des balances sont les  
35 suivants :

- 36 – température, y compris les changements de température causés par une exposition directe  
37 au rayonnement du soleil,
- 38 – humidité ambiante ainsi que ses variations prononcées : l'humidité relative optimale  
39 (pourcentage HR) pendant une pesée se situe entre 40 et 60 pour cent,
- 40 – pression barométrique,
- 41 – courants d'air : générés par des radiateurs, des climatiseurs ou des appareils équipés de  
42 ventilateurs (par exemple, ordinateurs ou appareils de laboratoire volumineux), ou tout flux  
43 d'air au niveau des embrasures de porte, dans les zones très passantes (couloirs) ou encore  
44 dans une sorbonne (pour la pesée des substances toxiques ou autre substances spéciales),
- 45 – poussière,
- 46 – forces électrostatiques : la charge électrostatique peut être considérablement réduite en  
47 utilisant des récipients de pesage métalliques ou des dispositifs antistatiques. Les balances  
doivent toujours être mises à la terre (via la prise électrique, par exemple). Une humidité  
relative faible augmente le risque de charge électrostatique,

1 – forces magnétiques (par exemple, générateurs de signaux RF, champs magnétiques d'autres  
2 appareils de laboratoire),

3 – vibrations.

4 Quels que soient les matériaux utilisés pour sa fabrication, le support de pesage doit être stable,  
5 amagnétique et résistant aux vibrations. Il doit également être protégé de l'électricité statique  
6 (par exemple, par mise à la terre).

7 Une balance utilisée à des fins d'analyse est conçue pour mesurer de faibles masses. Le  
8 plateau de pesée de ces balances est généralement placé à l'intérieur d'une cage pour prévenir  
9 l'accumulation de poussière et éviter que les courants d'air n'affectent le bon fonctionnement  
10 de la balance.

11 Il importe de mettre les balances de niveau. Les balances sont le plus souvent dotées d'un niveau  
12 à bulle dont la bulle doit être centrée en modifiant la hauteur des pieds de la balance ; d'autres  
13 sont équipées d'un système électronique de mise de niveau. Une fois de niveau, les balances  
14 doivent être ajustées à l'aide de poids intégrés (le cas échéant) ou de poids étalons externes.

15 Un temps de préchauffage est nécessaire après la mise sous tension d'une balance. Il peut être  
16 de l'ordre d'une demi-heure pour les balances de précision et aller jusqu'à plusieurs jours pour les  
17 ultra-microbalances, selon le modèle. Une balance électronique doit toujours être laissée sous  
18 tension car cela lui permet de conserver son équilibre thermique.

### 18 *RÉCIPIENTS DE PESÉE*

19 Il convient de prendre des précautions particulières pour s'assurer que le récipient de pesée  
20 et le bouchon sont fabriqués dans un matériau inerte compatible avec l'échantillon. La taille  
21 du récipient de pesée utilisé ne doit pas compromettre l'exactitude de la pesée. Une meilleure  
22 exactitude des résultats est souvent obtenue avec de petits récipients de pesage. Il peut toutefois  
23 être parfois plus pratique d'utiliser des récipients de pesée plus grands, comme par exemple  
24 une fiole jaugée dans le cas d'échantillons devant être dilués après la pesée, afin d'éviter une  
25 possible erreur due au transfert.

26 Il importe également de veiller à ce que les récipients de pesée composés de matériaux dont le  
27 degré d'isolation électrique est élevé (verre ou plastique, par exemple) ne soient pas chargés  
28 d'électricité statique.

29 Les récipients sont fabriqués avec des matériaux amagnétiques pour éviter toute interférence  
30 magnétique avec les composants de la balance électronique.

31 Parmi les récipients appropriés pour peser des matières solides figurent le papier à peser, les  
32 coupelles et les entonnoirs, ou encore des récipients fermés (bouteilles, flacons, fioles). Ces  
33 deniers peuvent aussi être utilisés pour peser des liquides.

34 Les coupelles de pesée sont généralement fabriquées à partir d'un polymère, de verre ou d'un  
35 métal comme l'aluminium. Il existe des coupelles antistatiques pour mesurer des matériaux  
36 sensibles à l'électricité statique.

37 Les entonnoirs de pesée sont généralement en verre ou fabriqués à partir d'un polymère. La  
38 conception de ce type de récipient de pesée combine les attributs d'une coupelle et d'un entonnoir  
39 de transfert, ce qui permet de simplifier le transfert d'une poudre pesée vers un récipient à col  
40 étroit, comme une fiole jaugée.

41 Le récipient de pesée et l'échantillon qu'il contient doivent avoir la même température que la  
42 balance et son environnement.

### 42 *PERFORMANCE DE L'ÉQUIPEMENT*

43 Les instruments de pesage doivent être périodiquement étalonnés et vérifiés afin de garantir  
44 leur conformité aux exigences prédéfinies. Entre deux étalonnages, l'utilisateur doit effectuer  
45 des contrôles de performance. Les exigences minimales pour les contrôles de performance  
46 sont indiquées ci-après.

47 La fréquence des contrôles de qualification et de performance est définie dans le système de  
management de la qualité de chaque utilisateur.

## ÉTALONNAGE

L'étalonnage fait partie de la qualification de la balance. Il est effectué par l'utilisateur ou par un organisme compétent approprié. Il a pour but d'établir la traçabilité des résultats de mesure aux unités SI. Les résultats d'étalonnage comprennent l'incertitude de mesure et sont consignés dans un certificat d'étalonnage. Pour assurer la traçabilité, il est recommandé d'effectuer un étalonnage avant toute opération de maintenance de la balance altérant de manière significative ses performances de mesure. Ces opérations « significatives » comprennent les réparations, le transfert de la balance vers un autre emplacement ou le réglage mécanique d'un ou plusieurs paramètres de pesage. La balance doit être réétalonnée après toute opération significative. Un réétalonnage n'est pas nécessaire après des opérations moins importantes, comme la mise de niveau de la balance ou les ajustements à l'aide de poids intégrés.

## CONTRÔLES DE PERFORMANCE

Des contrôles de performance sont effectués pour évaluer l'erreur aléatoire et l'erreur systématique de la balance ; les résultats obtenus sont comparés à des critères d'acceptation prédéfinis. Une balance est considérée satisfaisante si aucune de ces erreurs ne dépasse 0,10 pour cent.

Dans la pratique, les contrôles de performance portent principalement sur les deux paramètres de pesage les plus importants pour la performance de l'instrument, à savoir la répétabilité et la sensibilité. L'essai de répétabilité évalue l'erreur aléatoire de la balance tandis que l'essai de sensibilité évalue la principale composante de l'erreur systématique de la balance.

D'autres paramètres, comme l'excentration, influent également sur l'erreur systématique des balances et sont évalués de manière approfondie lors de l'étalonnage. Toutefois, la contribution à l'erreur systématique de ces autres paramètres étant généralement moindre, on peut considérer qu'il est suffisant de ne vérifier que la sensibilité pendant un contrôle de performance. Dans ce cas, le critère d'acceptation est fixé à la moitié de l'erreur systématique globale admise de 0,10 pour cent, soit 0,05 pour cent (voir ci-après).

### Répétabilité

Dans la plupart des cas, la masse nette de la matière à peser est nettement inférieure à la portée maximale de la balance. Par conséquent, l'une des plus importantes contributions à l'incertitude de mesure lors du pesage d'aussi faibles quantités est l'erreur aléatoire. Elle est estimée par l'écart type des indications obtenues selon la procédure suivante.

Utilisez un poids de valeur unitaire inférieure à 5 pour cent de la portée maximale de la balance. Toutefois, si cette limite correspond à une valeur inférieure à 100 mg, utilisez un poids de 100 mg car les poids plus petits sont difficiles à manipuler. Réglez le zéro de la balance, placez la charge d'essai choisie sur le plateau de pesée et notez le résultat indiqué. Répétez toute la procédure au moins 10 fois, y compris le réglage du zéro.

La répétabilité est satisfaisante si :

$$\frac{2 \times s}{m_{pppn}} \times 100 \leq 0,10 \quad (3)$$

REMARQUE : si  $s < 0,41 \times d$ ,  $d$  étant la résolution (échelon) de la balance, remplacez  $s$  par  $0,41 \times d$ .

$s$  = écart type des valeurs indiquées (en grammes, par exemple).

$m_{pppn}$  = plus petit poids net (en grammes, par exemple). Cette valeur est définie par l'utilisateur comme la plus petite quantité nette d'échantillon qui sera pesée sur la balance.

La pesée minimale ( $m_{\min}$ ) de la balance peut être déterminée sur la base du résultat de l'essai de répétabilité. La pesée minimale est la plus petite masse nette d'échantillon qui peut être pesée sur la balance en respectant le critère de l'essai de répétabilité. Elle est donnée par l'équation suivante :

$$m_{\min} = 2000 \times s$$

REMARQUE : si  $s < 0,41 \times d$ , remplacez  $s$  par  $0,41 \times d$

## Sensibilité

L'essai de sensibilité évalue la composante principale de l'erreur systématique de la balance.

Il est de pratique courante d'effectuer cet essai dans des conditions normales d'utilisation, c'est-à-dire en utilisant une charge d'essai représentative d'une application typique. Toutefois, cette pratique n'est plus appropriée si la charge d'essai se situe à l'extrémité inférieure de la plage de mesure (moins de 5 pour cent de la portée maximale de la balance), en raison de l'influence dominante de l'erreur aléatoire. L'écart de sensibilité augmente de manière approximativement linéaire par rapport à la charge ; il est donc plus important dans la partie supérieure de la plage de mesure.

Évaluez la sensibilité selon la procédure suivante en utilisant une seule charge d'essai dont la masse est comprise entre 5 pour cent et 100 pour cent de la portée maximale de la balance.

Réglez le zéro de la balance, placez la charge d'essai choisie sur le plateau de pesée et notez le résultat indiqué.

La sensibilité est satisfaisante si :

$$\frac{m - I}{m} \times 100 \leq 0,05 \quad (4)$$

$m$  = poids nominal de la charge d'essai, ou sa masse conventionnelle (voir conditions ci-après), en grammes, par exemple,  
 $I$  = indication, en grammes, par exemple.

En règle générale, le poids nominal est suffisant comme charge d'essai pour l'évaluation, sous réserve que l'erreur relative maximale admissible de la charge d'essai (c'est-à-dire l'erreur maximale admissible de la charge d'essai divisée par le poids nominal) ne dépasse pas un tiers de la valeur spécifiée dans l'essai de sensibilité (0,05 pour cent). Si ce rapport ne peut être atteint, la valeur de la masse conventionnelle de la charge d'essai (indiquée sur le certificat d'étalonnage du poids) doit être utilisée pour l'évaluation. Dans ce cas, l'utilisateur doit veiller à ce que l'incertitude du poids divisée par le poids nominal ne soit pas supérieure à un tiers de 0,05 pour cent.

## UTILISATION DE POIDS DE RÉFÉRENCE

Les poids de référence utilisés pour l'étalonnage et l'essai de sensibilité sont conformes aux normes OIML R-111 ou ASTM E-617. D'autres poids peuvent être utilisés pour l'essai de répétabilité, sous réserve que leur masse ne varie pas pendant l'essai.

## UTILISATION DES POIDS INTÉGRÉS

Outre le contrôle des instruments de pesage à l'aide de poids externes, il est d'usage d'ajuster les instruments à l'aide des poids intégrés. Cette pratique permet de réduire la fréquence des essais de sensibilité avec des poids de référence externes. Pour les balances électroniques dotées de poids intégrés, il n'est pas jugé nécessaire de réaliser chaque jour un essai de sensibilité avec un poids de référence externe, mais cet essai doit néanmoins être effectué périodiquement car il permet de détecter d'éventuels problèmes liés aux poids intégrés.

## PROCÉDURE DE PESAGE

La balance et le récipient de pesée doivent être propres, secs et adaptés à la quantité à peser et à la performance souhaitée. Le poids brut du récipient de pesée avec l'échantillon à peser ne doit pas dépasser la portée maximale de la balance.

Pour éviter les erreurs de pesée, il est important que les échantillons et les récipients de pesée soient à la température ambiante du laboratoire. Par exemple, une fiole plus chaude que l'air ambiant réchauffe cet air, qui s'écoule ensuite vers le haut le long de la fiole et réduit le poids apparent du contenu par frottement.

1 Poser le récipient de pesée sur la balance en prenant soin de le centrer sur le plateau de pesée.  
2 Évitez de manipuler le récipient à mains nues car cela pourrait affecter la température et l'humidité  
3 relative ; utilisez plutôt des pinces. Une fois l'affichage de la balance stabilisé, tarez la balance  
4 et ajoutez la quantité d'échantillon souhaitée dans le récipient de pesée, sans en renverser.  
5 Laissez l'affichage de la balance se stabiliser, puis notez la masse. Si un transfert de substance  
6 est nécessaire, veillez à l'effectuer quantitativement ou, s'il n'est pas possible de garantir que la  
7 totalité de la quantité a été transférée, pesez à nouveau le récipient et notez la différence.

## 8 ÉCHANTILLONS

9 Pour les échantillons volatils, déliquescents ou hygroscopiques, il peut être avantageux pour  
10 l'analyste d'utiliser un récipient à ouverture réduite ou un récipient muni d'un bouchon étanche  
11 aux gaz, en veillant à sa mise en place rapide après la pesée. L'analyste peut également tarer au  
12 préalable le récipient et le bouchon, puis ajouter la substance, fermer le récipient et enregistrer  
l'indication.

## 13 ÉCHANTILLONS ÉLECTROSTATIQUES

14 Le pesage d'échantillons électrostatiques est susceptible de poser des problèmes car les forces  
15 électrostatiques peuvent rendre la manipulation difficile et donner lieu à des résultats incorrects et  
16 non reproductibles. Dans de tels cas, l'utilisation d'un système antistatique peut être utile. Les  
17 récipients en plastique et en verre sont à éviter. En général, les récipients en métal réduisent ou  
18 empêchent la charge électrostatique. Un environnement de travail à faible humidité relative (par  
19 exemple, en dessous de 40 pour cent HR) augmente le risque d'effets électrostatiques.

## 20 ÉCHANTILLONS MAGNÉTIQUES

21 Les forces magnétiques entre un échantillon magnétique et l'environnement ou certaines parties  
22 de la balance augmentent la gravité et peuvent donner lieu à des résultats erronés et non  
23 reproductibles. Par conséquent, une attention particulière devrait être prise lors de la pesée de  
24 ces échantillons en les protégeant, par exemple, par un matériau approprié, comme du mu-métal.  
25 Il peut également être utile d'augmenter la distance entre l'échantillon et les parties métalliques  
26 de la balance car la force magnétique diminue à mesure que la distance augmente.

27  
28  
29  
30  
31  
32  
33  
34  
35  
36  
37  
38  
39  
40  
41  
42  
43  
44  
45  
46  
47