Balances Partie II. Confirmation métrologique d'une balance

Commission SFSTP, D. Louvel C. Barbier, M.-D. Blanchin, M.-C. Bonenfant, X. Chavatte, C. Chmieliewski, X. Dua, R. Dybiak, C. Imbernon, C. Lebranchu, L. Louvet, M. Vandenhende

et article est le résultat des travaux de la commission SFSTP « Petit matériel » et a pour but d'éclairer l'utilisateur sur les moyens à mettre en œuvre et le traitement des données pour réaliser la confirmation métrologique d'une balance. Le lecteur pourra s'inspirer du présent document pour adapter et mettre à jour ses procédures internes et intégrer l'incertitude des balances de son parc tout en maîtrisant les incertitudes du processus. Du certificat d'étalonnage, il sera possible de déterminer leur aptitude à satisfaire le besoin de l'utilisateur.

Mots clefs: Métrologie – Instrument de pesage à fonctionnement non automatique – Balance d'analyse – Pesage – Étalonnage – Incertitude de mesure – Formation – Performance.

I Objectif

Le présent document a pour objet de fixer les règles essentielles pour réaliser la confirmation métrologique d'une balance.

1. CONFIRMATION MÉTROLOGIQUE NOUVELLE APPROCHE

Les documents normatifs sur les instruments de pesage ayant évolué après le 1er janvier 1993, de nouveaux textes sont apparus [5-7, 10]. Ils permettent d'évaluer les balances et bascules comme tout autre instrument de mesure en associant l'incertitude de mesure à la mesure de la balance pour évaluer sa conformité selon les règles de la métrologie industrielle. La balance n'est plus considérée comme une exception dans la gestion d'un parc d'instruments de mesure.

En proposant le guide Cofrac 2089 [6] ainsi qu'une accréditation pour l'étalonnage de balances, le Cofrac a officialisé une méthode de référence pour déterminer l'incertitude de mesure des balances. Le contrôle des instruments de pesage peut désormais intégrer l'incertitude de mesure.

Balances Part II. Metrological confirmation for a balance

his paper is the result of the SFSTP commission "Petit materiel". Its goal is to clarify the equipment to implement and the data process in order to carry out a calibration. The reader may find in this document a basis for adapting its internal procedures in order to include the uncertainty of his analytical balances of a same plant while controlling process uncertainties. From the calibration certificate, it will be possible to determine their ability to satisfy user's requirement.

Keys words: Metrology – Non automatic weighing instrument – Analytical balance – Weighing – Calibration – Uncertainty of measurement.

I Purpose

This document is intended to specify the essential rules for carry out the metrological confirmation for a balance.

1. NEW APPROACH FOR THE METROLOGICAL CONFIRMATION

The normative documents on weighing instruments having evolved after January 1st 1993, new texts have emerged [5-7, 10]. They can be used to assess scales and balances like any other measuring instrument involving the measurement uncertainty for the balance measurement to assess its compliance according the industrial metrology rules. The balance is no longer seen as an exception in the management of measuring instruments pool.

With the guide 2089 [6] and an accreditation for the balances calibration, Cofrac formalized a reference method for evaluating the balances measurement uncertainty. The weighing instruments control can now integrate the measurement uncertainty.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



PHARMA
PRATIQUES

En conséquence

En conséquence, le guide Cofrac 2089 [6], la norme ISO17025 [8] et la norme ISO10012 [10] obligent tout laboratoire accrédité par le Cofrac à évaluer l'incertitude de ses moyens de mesure.

1.1. Risque

L'incertitude de mesure est une composante qui s'ajoute à la valeur mesurée. Le risque serait que cet accroissement place la mesure hors des limites acceptables (cas 3 de la *figure 1*). Une telle situation peut remettre en cause les *emt* appliquées jusqu'à maintenant.

1.2. Solution

Pour ne pas remettre en cause l'instrument de pesage et son incertitude, une solution consiste à corriger l'instrument de ses erreurs d'indication (cas 5 de la *figure 1*).

2. CONFIRMATION MÉTROLOGIQUE CLASSIQUE

La confirmation métrologique classique des balances consiste à s'assurer que la valeur cible est à l'intérieur des *emt* (cas 1 de la *figure 1*). Ce contrôle se décline en plusieurs essais métrologiques comme la justesse, la fidélité et l'excentration. La conformité

était déclarée si chaque résultat individuel montre une erreur inférieure à l'*emt* (cas 2 de la *figure 1*). Cette pratique est identique à celle suivie en métrologie légale.

Reprenant les protocoles existants décrits dans la norme EN45501 [1], le guide Afnor FDX07-017-1 [2] et la recommandation OIML R76 [3] sur le contrôle des balances, cet article montre comment mettre en place cette confirmation.

Important: sans évaluation de l'incertitude, la

Accordingly, Cofrac guide 2089 [6], standard ISO17025 [8], standard ISO10012 [10]] require any accredited laboratory by Cofrac, to evaluate the uncertainty of measurement equipments.

1.1. **Risk**

The measurement uncertainty is a component to add to the measured value. The risk is that this increase places far beyond acceptable limits (see case 3, *Figure 1*). Such situation may jeopardise the applied *mpe* until now.

1.2. Solution

In order to not jeopardize the weighing instrument and its uncertainty, a solution is to correct the instrument from its indication errors (see case 5, *Figure 1*).

2. CLASSICAL METROLOGICAL CONFIRMATION

The classical metrological confirmation of balances consists to ensure that the target is within *mpe* (case 1, *Figure 1*). This control is carried out in several metrological tests as trueness, repeatability and off-centre load control. Compliance would be

declared if every single result shows an error less than the *mpe* (case 2, *Figure 1*). This practice is the same as the one carried out by legal metrology.

Echoing existing protocols described in the standard EN45501 [1], Afnor guide FDX07-017-1 [2] and OIML R76 recommendation [3] on the balances control, this article shows how to implement this confirmation.

Important: without uncertainty evaluation, compli-

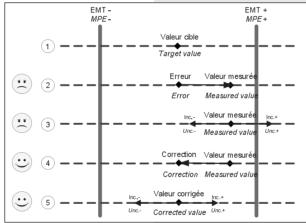


Figure 1. Valeur mesurée à l'intérieur de limite. Figure 1. Measured value within limit.

Tableau 1. Confirmation métrologique nouvelle approche et classique. Table 1. Metrological confirmation new and classical approaches.

	Confirmation nouvelle approche Confirmation new approach	Confirmation classique Confirmation classical
1	réaliser les essais métrologiques carry out metrological tests	réaliser les essais métrologiques carry out metrological tests
2	déterminer l'incertitude de mesure (étalonnage) evaluate the measurement uncertainty (calibration)	confronter uniquement les erreurs de mesure avec les <i>emt</i> (vérification) compare only the measurement errors with the <i>mpe</i> (verification)
3	confronter les erreurs de mesure associées à l'incerti- tude avec les <i>emt</i> (vérification) compare the measurement errors associated to uncertainty with the <i>mpe</i> (verification)	juger de la conformité (décision) declare the conformity (decision)
4	juger de la conformité (décision) declare the conformity (decision)	agir en conséquence (action) act accordingly (action)
5	agir en conséquence (action) act accordingly (action)	





conformité peut être remise en cause (cas 3 de la figure 1).

CONTENU DE L'ARTICLE

Pour réaliser la confirmation métrologique d'une balance, les éléments suivants sont présentés :

- les essais métrologiques (chapitre III) ;
- le choix des poids étalons (chapitre IV);
- la détermination des erreurs maximales tolérées emt (chapitre V);
- le contrôle complet d'une balance (chapitre VI) ;
- le contrôle de routine d'une balance (chapitre VII) ;
- la détermination de l'incertitude de mesure d'une balance (chapitre VIII).

Essais métrologiques

1. Protocoles à suivre

Les protocoles décrits dans les chapitres suivants proviennent de la norme EN45501 [1] et de la recommandation OIML R76 [3]. Il est primordial que chacun (exemple: professionnel du pesage, détenteur de balance, opérateur, technicien métrologue) applique des protocoles identiques afin d'éviter que des jugements contraires soient portés par les différents intervenants.

Il est aussi primordial que chacun applique des tolérances ou emt identiques et ne se contente pas des seules emt de la norme EN45501 [1] et de la recommandation OIML R76 [3].

2. TEMPS À CONSACRER

Appliquer les essais ci-dessous nécessite du temps, des moyens et un personnel qualifié. De plus en plus d'entreprises sous-traitent ces essais à des professionnels du pesage. Tout en conservant la connaissance permettant de contrôler les documents émis par leur sous-traitant, elles continuent de démontrer la maitrise de leur équipement et le bon fonctionnement de leur balance.

3. Principaux essais à effectuer

Les essais principaux suivants suffisent pour s'assurer du bon fonctionnement d'une balance :

- essai de fidélité,
- essai de justesse,

louvel 3 201

- essai d'excentration.

L'ordre proposé dans les chapitres suivants est guidé par un souci de limiter le temps de manipulation et d'immobilisation de la balance. Les relevés se font par lecture directe de l'affichage.

3.1. Fidélité ou répétabilité

C'est l'aptitude de la balance à fournir des résultats concordants entre eux pour une même charge ance can be called into question (cases 3, Figure 1).

CONTENT OF THE ARTICLE

To carry out metrological confirmation of balance, the following elements are presented:

- the metrological tests (chapter III);
- the choice for standards weights (chapter IV);
- the determination of the maximal permissible errors mpe (chapter V);
- the complete balance control (chapter VI);
- the routine balance control (chapter VII);
- the determination of the balance measurement uncertainty (chapter VIII).

METROLOGICAL TESTS

1. Protocols to Apply

Protocols described in the following chapters derive from the standard EN45501 [1] and the OIML recommendation R76 [3]. It is essential that everyone (e.g. weighing professional, balance owner, operator, technician in charge of metrology) apply the same protocols to prevent opposite judgments provided by various stakeholders.

It is also essential that everyone applies the same tolerances and is not only content to EN45501tolerances [1] and the OIML recommendation R76 [3].

2. DEVOTED TIME

Applying tests below requires time, resources and qualified personnel. More and more companies outsource these tests to weighing professionals. While keeping the knowledge to control documents issued by subcontractor, they continue to demonstrate, the control of its equipment and proper operation of their balances.

3. MAIN TESTS TO CARRY OUT

Following main tests are enough to ensure the balance efficient operation:

- repeatability test,
- trueness test,
- off-centre load test.

The described order in the following chapters is guided by a desire to limit the balance handling and restraint time. Readings are done directly on the display.

3.1. Repeatability

Its corresponds to the balance ability to provide results in agreement between them for a same load

STP PHARMA PRATIOUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





27/07/09 19:13:24



déposée plusieurs fois et d'une manière pratiquement identique sur le plateau de la balance, dans des conditions d'essais constantes.

Si l'instrument est utilisé à des charges connues et constantes au lieu des charges préconisées, cet essai peut être effectué à certaines de ces charges.

3.1.1. Moyens d'essais

Les valeurs nominales des poids étalons sont choisies de manière à réaliser l'essai à la moitié de la portée maximale (Max/2) et à la portée maximale d'utilisation (Max.) sur six (6) pesées consécutives pour les balances d'analyse et de précision et trois pesées (3) consécutives pour les balances et bascules industrielles.

3.1.2. Conditions de relevé des mesures

La même répartition des charges sur le plateau est conservée lors de chaque application, afin de ne pas engendrer d'erreur d'excentration. La balance peut être remise à zéro avant le dépôt de la charge. À chaque dépôt de charge, la répétition des mesures a lieu dans une courte période de temps et sans interruption. La durée respective d'application d'une même charge est sensiblement identique.

La charge à peser doit toujours être placée à l'intérieur de repères centrés sur le plateau pour éviter toute erreur liée à l'excentration. Ces repères peuvent être tracés sur le plateau s'ils n'existaient pas.

3.1.3. Démarrage des mesures

La balance est mise à zéro au début de l'essai. Entre chaque dépôt de la charge, la balance peut être remise à zéro si nécessaire.

3.1.4. Valeurs à relever

On relève à chaque charge (3, 6) les valeurs lues, après stabilisation de la balance. On corrigera les valeurs de mesure de la dérive du zéro, si elle existe.

3.1.5. Exploitation des mesures

L'erreur de fidélité est l'écart entre le plus grand et le plus petit résultat obtenus au cours des pesées de la charge. L'écart ne doit pas être supérieur à la valeur absolue de l'emt à la charge déposée sur le plateau.

3.1.6. Remarque

Cet essai peut être réalisé sans poids étalons car c'est la différence entre deux indications qui est recherchée. Utiliser des poids étalons permet de gagner du temps.

3.2. Essai de justesse

C'est l'aptitude de la balance à fournir des résultats concordants entre la valeur lue (indication de la

laid down several times and of a practically identical manner on the balance pan, in conditions of constant

If the instrument is used for known and constant loads, instead of the recommended charges, this test can be carried out to some of these charges.

3.1.1. Test equipments

The nominal values of the standards weights are chosen in order to carry out the test close to half of the maximal capacity (Max /2) and close to the maximal capacity of use (Max.) for six (6) consecutive weighing for the analytical and precision balances and three (3) consecutive weighing for the industrial balances.

3.1.2. Conditions of measurements record

The same load distribution on the pan is kept during each application, in order to not generate an off-centre load error. The balance display can be set to zero before the deposit of the load. For every load deposit, the repetition of the measurements takes place in a short period of time and without interruption. The respective duration of application of a same load is appreciably identical.

The load to weigh must always be placed inside reference marks centred on the pan to avoid any error bound to off-centre load. These reference marks can be drawn on the pan if they didn't exist.

3.1.3. Measurements starting up

The balance display can be set to zero at the beginning of the test. Between each load, the balance display can be set to zero if necessary.

3.1.4. Values to record

One records for each load (3, 6) the values read on the display, after stabilisation of the balance. One can correct the values by the zero drift, if it exists.

3.1.5. Measurements assessment

The repeatability error corresponds to the deviation between the largest and smallest result gotten during the load weighing. The deviation must not be greater than the absolute value of tolerance to the load laid down on the pan.

3.1.6. Remark

This test can be carried out without standard weights because one looks for the difference between two indications. Use standard weight saves time.

3.2. Trueness test

It corresponds to the balance faculty to provide the results agreeing between the read value (balance

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009







balance) et la valeur vraie (poids étalon), dans des conditions normales de fonctionnement.

3.2.1. Moyens d'essais

Selon le mode d'utilisation de la balance, l'essai peut être effectué :

- en charges croissantes;
- en charges décroissantes;
- en charges croissantes et décroissantes.

Cinq valeurs de charge sont normalement suffisantes. Les valeurs nominales des poids étalons sont choisies de manière à permettre le relevé des valeurs réparties sur l'étendue de mesures comme suit :

- un point proche de la charge minimale (Min),
- un point proche du quart de la charge maximale (Max/4),
- un point proche de la moitié de la charge maximale (Max/2),
- un point proche des trois quarts de la charge maximale (3/4 *Max*).
- un point proche de la charge maximale (Max).

3.2.2. Conditions de relevé des mesures

La même répartition des charges sur le plateau de la balance est conservée lors de chaque application, afin de ne pas engendrer une erreur d'excentration. Les durées des phases de chargement sont sensiblement identiques. La balance peut être remise à zéro avant le dépôt de la charge.

3.2.3. Démarrage des mesures

La balance est mise à zéro au début de l'essai. Entre chaque dépôt de charge, la balance ne doit pas être remise à zéro.

3.2.4. Valeurs à relever

On relève à chaque charge les valeurs lues, après stabilisation de la balance.

3.2.5. Exploitation des mesures

L'erreur de justesse est la différence entre la valeur indiquée par la balance et la valeur vraie du poids étalon. L'erreur ne doit pas être supérieure à l'*emt* pour chaque charge déposée sur le plateau.

3.2.6. Remarque

Cet essai est à réaliser à l'aide de poids étalons. L'essai de justesse peut être réalisé dans la plage d'utilisation de la balance.

3.3. Essai d'excentration

C'est l'aptitude de la balance à fournir des résultats concordant entre la valeur lue (indication de la balance) et la valeur vraie (poids étalon), en modifiant le point d'application d'une même charge.

indication) and the true value (standard weight), in normal conditions of work.

3.2.1. Test equipments

According the balance mode of use, the test can be carried out:

- in increasing loads,
- in decreasing loads,
- in increasing and decreasing loads.

Five values of load are normally enough. The nominal values of the standards weights are chosen in order to record values distributed on the measurement range as follows:

- one point close to the minimum load (Min),
- one point close to the quarter of the maximal capacity (Max/4),
- one point close to half of the maximum capacity (Max/2),
- one point close to the three-quarter of the maximum capacity (3/4 *Max*),
- one point close to the maximum capacity (Max).

3.2.2. Conditions of measurements record

The same load distribution on the balance pan is kept during each application, in order to not to generate an off-centre load error. The respective duration of application of a same load is appreciably identical. The balance display can be set to zero before the load deposit.

3.2.3. Measurements starting up

The balance display can be set to zero at the beginning of the test. Between each load, the balance display can not be reset to zero.

3.2.4. Values to record

One records for each load the values read on the display, after stabilisation of the balance.

3.2.5. Measurements assessment

The error is the difference between the value indicated by the balance and the true value of the standard weight. The error must not be greater than the tolerance for each load laid down on the pan.

3.2.6. Remark

This test has to be carried out with standards weights. The test can be carried out in the measuring range of the balance.

3.3. Off-centre load test

It corresponds to the balance faculty to provide results agreeing between the read value (balance indication) and the true value (standard weight), while modifying the application point of a same load.







Cet essai est essentiel sauf pour les instruments pour lesquels la probabilité d'excentration de charge en cours d'utilisation est minimale (par exemple : réservoirs, trémies, balance à plateau librement suspendu, etc.).

3.3.1. Moyens d'essais

Les valeurs nominales des charges sont choisies de manière à réaliser l'essai aux alentours du tiers de la portée maximale.

3.3.2. Conditions de relevé des mesures

Le récepteur de charge est décomposé en quatre parties égales, la charge est appliquée au centre des quatre zones définies. La répartition des charges sur les différentes parties du plateau de la balance est conservée lors de chaque application. À chaque charge, les mesures ont lieu dans une courte période de temps et sans interruption. La durée respective d'application d'une même charge est sensiblement identique.

3.3.3. Démarrage des mesures

La balance est mise à zéro au début de l'essai. Entre chaque dépôt de charge, la balance ne doit pas être remise à zéro.

3.3.4. Valeurs à relever

On relève à chaque point de charge (quatre « coins ») les valeurs lues, correspondant au schéma du plateau de la balance montrant les emplacements où la charge a été placée.

3.3.5. Exploitation des mesures

L'exploitation des mesures est identique à celle de l'essai de justesse.

L'erreur est la différence entre la valeur indiquée par la balance et la valeur vraie du poids étalon. L'erreur ne doit pas être supérieure à l'emt de la charge déposée sur le plateau.

3.3.6. Remarques

Les balances à plateau suspendu ne sont pas soumises à cet essai (charge centrée systématique-

L'essai d'excentration de charge permet de déterminer un défaut mécanique du système de transmission de la charge.

Il n'est pas recommandé de tester les charges excentrées à la portée maximale car cela risque d'endommager la balance.

Tester les charges excen-

This test is essential except for the instruments where the probability of off-centre load during use is minimal (e.g. tanks, hoppers, flat-bed balance freely suspended, etc.).

3.3.1. Equipments test

The nominal values of the loads are chosen in order to carry out the test close to the third of the maximum capacity.

3.3.2. Conditions of measurements record

The load receptor is decomposed in four equal parts; the load is applied in the centre of the four defined areas. The loads distribution on the different parts of the balance pan is kept during each application. For each load, the measurements take place in a short period of time and without interruption. The respective duration of application of a same load is appreciably identical.

3.3.3. Measurements starting up

The balance display can be set to zero at the beginning of the test. Between each load, the balance display can not be reset to zero.

3.3.4. Values to record

One records for each load point (centre and four "corners") the read values, corresponding to the diagram of the balance pan showing places where the load has been placed.

3.3.5. Measurements assessment

The measurements assessment is the same as for the trueness test.

The error is the difference between the value indicated by the balance and the true value of the standard weight. The error must not be greater than the tolerance of the load laid down on the pan.

3.3.6. Remark

The suspended flat-bed balances are not concerned by this test (load centred systematically).

This test allows determining a mechanical default of the load transmission system.

It is not recommended to test the off-centre load at the maximum capacity because it may damage the balance.

Test off-centre load with

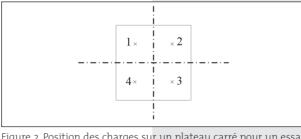


Figure 2. Position des charges sur un plateau carré pour un essai d'excentration.

Figure 2. Position of the loads on square pan for the off-centre load test.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009







trées à une charge inférieure à Max/3 ne permet pas de mettre en évidence une erreur significative.

4. ESSAIS COMPLEMENTAIRES

Ces essais complémentaires ne sont pas indispensables car il n'est pas courant de constater qu'une balance juste, fidèle et sans défaut d'excentration flue ou dérive, ou ait un défaut de mobilité ou soit insensible. Mais s'il est nécessaire de les réaliser, voici leur protocole.

4.1. Essai de sensibilité

Cet essai n'est à effectuer que pour des applications devant mettre en évidence l'évolution de la masse d'un échantillon (pesée différentielle). La vérification de la sensibilité consiste à s'assurer que l'accroissement de l'indication initiale correspond à la valeur de la surcharge.

L'opérateur tare une charge (creuset, fiole, etc.) placée au centre du plateau. Ensuite, il place une surcharge (équivalente à la valeur de la variation de la masse étudiée durant une pesée différentielle, ou par exemple 100d). La vérification de la sensibilité consiste à s'assurer que l'accroissement de l'indication initiale correspond à la valeur de la surcharge.

4.1.1. Moyens d'essais

Cet essai est à réaliser à l'aide d'un poids étalon.

4.1.2. Environnement

L'environnement doit être stable durant les essais.

4.1.3. Conditions de vérification

La même répartition des charges sur le plateau de la balance est conservée lors de chaque application, afin de ne pas engendrer une erreur d'excentration.

4.1.4. Valeurs à relever et à reporter sur le relevé de mesures

Après stabilisation de la balance, on relève après le dépôt de la surcharge la valeur lue.

4.1.5. Résultat

L'erreur de sensibilité est l'écart d'indication entre l'indication initiale et l'indication obtenue après le dépôt de la surcharge. L'écart ne doit pas être supérieur à la valeur vraie de la surcharge déposée sur le plateau.

4.1.6. Remarque

Cet essai n'est à effectuer que pour des applications devant mettre en évidence l'évolution de la masse d'un échantillon (pesée différentielle).

load smaller than Max/3 does not underline a significant error.

4. Additional tests

These additional tests are not necessary because it is not usual to see a balance accurate, repeatable, and without off-centre load error, that drifts or creeps, or has a discrimination error or is insensitive. But if it is necessary to carry out them, here's their protocol.

4.1. Sensitivity test

This test is to be carried out only for applications that highlight the evolution of sample mass (differential weighing). The sensitivity verification is to ensure that the increase in the initial indication corresponds to the overload value.

The operator tares a load (crucible, flask, etc.) placed on the pan centre. Then, he places an overload (equivalent to the value of the mass change studied during a differential weighing, or for example 100d). The sensitivity verification is to ensure that the increase of the initial indication is the value of the overload.

4.1.1. Test equipments

This test requires a standard weight.

4.1.2. Environment

This test requires a stable environment.

4.1.3. Conditions of measurements record

The same load distribution on the balance pan is kept during each application, in order to not to generate an off-centre load error.

4.1.4. Values to record

After stabilisation of the balance, record the values read on the display, after deposit of the overload.

4.1.5. Measurements assessment

The error corresponds to the deviation of indication between the initial indication and the indication gotten after the deposit of the overload. The deviation must not be greater than the true value of the overload placed on the pan.

4.1.6. Remark

This test is only carried out for applications having to underline highlight the evolution of sample mass (differential weighing).

STP PHARMA PRATIOUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





4.2. Essai de fluage ou dérive sous charge

Cet essai n'est à effectuer que pour des applications devant mettre en évidence une évolution de la masse d'un échantillon maintenu sur le récepteur de charge (sans repasser par le zéro de la balance) pour une période de temps importante (de 30 min à 1 h). Dans ce cas, il faut :

- définir la durée de l'essai de fluage en fonction de l'utilisation habituelle,
- charger l'instrument à la portée maximale ou à la charge de travail habituel,
- noter l'écart entre l'indication relevée aussitôt après la stabilisation et celle relevée en fin d'essai.

4.2.1. Valeurs à relever et à reporter sur le relevé de mesures

On relève la valeur lue, après stabilisation de la balance, puis après la durée du temps défini de l'essai.

4.2.2. Résultat

L'écart entre l'indication obtenue au moment du dépôt de la charge et l'indication obtenue après un temps déterminé ne doit pas être supérieur à la valeur absolue de l'emt de la balance à la charge considérée

4.2.3. Remarques

- Cet essai est à réaliser à l'aide d'une charge constante dans le temps.
- L'essai de fluage permet de déterminer un défaut du système de compensation en température de la balance.
- L'essai de fluage est à effectuer pour des applications devant mettre en évidence une évolution de la masse d'un échantillon maintenu sur le plateau de la balance.
- Le défaut de fluage peut être intégré en tant que valeur corrective pour les pesées de longue durée.

4.3. Essai de mobilité

Cet essai consiste à vérifier que la balance bascule bien d'un digit à l'autre. Cet essai est impossible à réaliser pour des balances ayant un échelon réel d inférieur à $1\,\mathrm{mg}$.

4.3.1. Moyens d'essais

Les valeurs nominales des poids étalons sont choisies de manière à réaliser l'essai proche de la moitié de la portée maximale et à la portée maximale. Dix poids additionnels équivalents à 1/10d sont nécessaires.

4.3.2. Conditions d'essai

Veiller à ce que la housse ne soit pas en contact avec le plateau.

4.2. Creep test

This test is only carried out for applications having to underline evolution of mass sample mass maintained on the load receptor (without going back to the balance zero) for a long period of time (from 30 min to 1 h). In this case, it must:

- define the duration of the creep test according the usual use,
- load the instrument to the maximal capacity or to the usual working load,
- record deviation between indication recorded just after stabilisation and the one recorded at the end of the test.

4.2.1. Values to record

One records the values read on the display, after stabilisation of the balance and after the defined duration of the test.

4.2.2. Measurements assessment

The creep error corresponds to the deviation between the initial indication and the indication gotten after the fixed time. The deviation must not be greater than the absolute value of tolerance to the load laid down on the pan.

4.2.3. Remarks

- This test requires a constant load in the time.
- This test allows determining a default of the temperature compensation system of the balance.
- This test is only requested for applications having to underline evolution of mass sample mass maintained on the load receptor.
- The creep error can be integrated as corrective error for long time weighing.

4.3. Discrimination test

This test allows checking the ability of the balance to react to small change of load. This test cannot be carried out for balance with a readability d lower than 1 mg.

4.3.1. Equipments test

The nominal values of the weights are chosen in order to carry out the test close to half of the balance maximal capacity and at the maximal capacity. Ten additional weights equal to 1/10d are necessary.

4.3.2. Tests conditions

Check that the plastic cover does not touch the pan.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009









4.3.3. Démarrage des mesures

La balance est mise à zéro au début de l'essai si nécessaire.

4.3.4. Valeur à relever

Aucune

4.3.5. Mesures

Après le dépôt de la charge + $10 \times 1/10d$, les poids additionnels sont successivement enlevés jusqu'à ce que l'indication numé-

rique initiale I diminue d'un échelon réel. L'un des poids additionnels est ensuite replacé sur le plateau, puis une charge équivalente à 1,4d est placée doucement sur le plateau.

4.3.6. Résultat

Le dépôt de la charge équivalent à 1,4d doit donner une indication numérique de pesée augmentée d'un échelon réel au-dessus de l'indication initiale.

4.3.7. Remarque

L'essai de mobilité n'est à effectuer que pour des balances à affichage numérique ayant un échelon réel $d \ge 5$ mg. En dessous de cette valeur, l'utilisation de poids additionnels devient difficile, voire impossible (exemple : d = 0.1 mg).

5. AUTRES ESSAIS

Si nécessaire, la norme [1] propose d'autres essais nécessitant beaucoup de temps (3 à 4 semaines) et d'équipements :

- exactitude de la mise à zéro ; exactitude de la tare ; retour à zéro ; dénivellement ;
- temps de chauffage ; fatigue ou endurance ; stabilité de la pente ; stabilité de l'équilibre ;
- température ; chaleur humide ; variation de tension;
- essais électriques (décharges électrostatiques, salves, réduction de courte durée de l'alimentation);
- immunité aux champs électromagnétiques rayonnés de fréquence radio.

6. Essais simultanés

Dans le cas où la mise en œuvre des moyens est contraignante, des essais simultanés peuvent être réalisés (par exemple, pendant l'essai de justesse, il est possible de tester la sensibilité). Il est cependant nécessaire de s'assurer qu'il n'y a pas combinaison des erreurs de chaque essai.

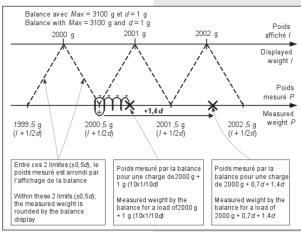


Figure 3. Déroulement de l'essai de mobilité. Figure 3. Process for the discrimination test.

4.3.3. Test starting up

If necessary, the balance display is set to zero at the beginning of the test.

4.3.4. Value to record

None

4.3.5. Measurements

A load plus sufficient additional weights (e.g. ten times 1/10d) are placed on the balance pan. The additional weights are then be removed successively until

the initial indication I decreases unambiguously by one scale interval. One of the additional weights is placed back on the pan and a load equal to 1.4d is then **gently** placed on the pan.

4.3.6. Result

The load equal to 1.4d and placed on the pan, must provide a result increased by one actual scale interval above the initial indication.

4.3.7. Remark

The discrimination test is only to carry out to for balances with numerical display with an actual scale interval $d \ge 5$ mg. Below this value, the use of additional weights becomes difficult even impossible (e.g. d = 0.1 mg).

5. OTHER TESTS

If necessary, the standard [1] describes other tests requiring a lot of time (3 to 4 weeks) and a lot of equipments:

- accuracy of zero setting; accuracy of tare setting; zero return; tilting;
- warm-up time, test endurance; span stability; equilibrium stability;
- temperature; damp heat; voltage variation;
- electrical tests (electrostatic discharge, surge, bursts, power dips and power short interruptions);
- immunity to conducted radio frequency fields.

6. SIMULTANEOUS TESTS

When settings of equipments is binding, simultaneous tests can be carried out (for example, during the trueness test, it is possible to test the sensitivity). However, it is necessary to ensure there is no combination of errors for each test.

27/07/09 19:13:26





7. Traçabilité des mesures

Un ticket de pesée doit être imprimé pour chaque mesure, sauf si l'acquisition et le traitement des mesures sont réalisés à l'aide d'un logiciel dès lors où :

- les résultats des calculs sont vérifiés « manuelle-
- la connexion entre PC et balance est vérifiée.

MOYENS DE VÉRIFICATION

Les moyens de vérification employés sont des poids étalons (le poids étalon est le seul moyen de transfert pour raccorder une balance aux étalons nationaux, raccorder directement une balance étalon à une balance à étalonner n'est pas encore possible sans poids) ou des jeux de poids étalons ayant fait l'objet de certificat d'étalonnage et indiquant la classe de précision suivant la recommandation OIML R111

1. Traçabilité des étalons

Conformément aux exigences des systèmes qualité (exemple: BPF, BPL, ISO, etc.), le certificat d'étalonnage délivré par un laboratoire d'étalonnage accrédité est la preuve du raccordement du moyen de mesure aux étalons nationaux.

Ce laboratoire doit être accrédité par un organisme d'accréditation signataire de l'accord multilatéral EA (European Cooperation for the Accreditation of Laboratories, voir le site Internet www.european-accreditation.org pour connaître les organismes signataires) sur la reconnaissance de l'équivalence des certificats d'étalonnage.

2. INTERVALLES DE RACCORDEMENT

Ces poids sont réétalonnés périodiquement. L'évolution de la valeur de la masse est proportionnelle à son utilisation. Elle est déterminée par l'écart de la valeur de la masse conventionnelle (un poids monobloc a une masse constante dans le temps, un accroissement de sa masse d'un étalonnage à l'autre démontre un problème de conservation/utilisation, par exemple l'encrassement sur la surface du poids) d'un certificat d'étalonnage à l'autre, comparé avec l'incertitude de mesure. En fonction de l'écart constaté entre deux vérifications, la périodicité d'étalonnage peut augmenter. Elle peut être portée de un à deux ans (ou plus), aux conditions suivantes:

- la variation de la masse conventionnelle doit rester inférieure aux incertitudes de mesure entre le certificat initial et le dernier réalisé (l'évolution étant étudiée sur au moins trois certificats);
- le classement des étalons n'évolue pas de façon défavorable entre le certificat initial et le dernier réalisé.

208

7. MEASUREMENTS TRACEABILITY

A weighing print-out must be provided for each measurement, except if recording and data processing steps are carried out using software if:

- the calculations results have been checked "manu-
- the connection balance to PC is checked.

EQUIPMENT FOR THE VERIFICATION

Equipments used for the verification are standards weights (the standard weight is the only transfer method to rely a balance to national standards, rely directly to a standard balance to a balance to calibrate is not possible without weights) with a calibration certificate and indicating the accuracy class according to OIML R111 recommendation [9].

1. STANDARDS WEIGHTS TRACEABILITY

In accordance with the requirements of quality systems (e.g. GMP, GLP, ISO, etc.), the calibration certificate issued by a calibration laboratory accredited is the proof of the relationship between measuring equipment to national standards.

This laboratory must be accredited by an accreditation body signatory to the Multilateral Agreement EA (European Cooperation for the Accreditation of Laboratories, visit website www.european-accreditation.org to know organisms having signed the EA agreement) on the recognition of equivalence of certificates of calibration.

2. CALIBRATION INTERVALS

These weights are re-calibrated periodically. The evolution of the mass value depends of its use. It is determined by the conventional (a solid weight has a constant mass day after day, an accession of its mass from a calibration to the other shows an issue storage/ use, e.g. weigh surface becomes dirty) mass deviation from a calibration certificate to another, compared with the uncertainty of measurement. According the deviation between two checks, the calibration frequency may increase. It can be increased from one to two years (or more), with the following conditions:

- conventional mass change must remain lower than the measurement uncertainties between the original certificate and the last carried out (the evolution being studied with at least three certificates);
- the classification of the standards does not change between the original certificate and the last carried







3. CONDITIONS DE CONSERVATION **ET DE MANIPULATION**

Les poids et jeux de poids sont conservés à l'abri de la poussière. Les jeux de poids de classe M₁, F₁ et E, sont conservés dans des valises ou des coffrets afin de les préserver de l'humidité, de la poussière et des chocs. Les poids sont manipulés avec une précaution adaptée. Avant chaque utilisation, l'opérateur effectue un contrôle des points suivants :

- examen visuel de l'état de l'étalon et de l'emballage (si présent);
- examen de la validité du certificat d'étalonnage (date d'émission);
- examen de la classe de précision des poids correspondant à la classe de précision requise pour la vérification.

L'apparition de trace de choc est mentionnée sur la fiche de vie. Dans la mesure du possible, la manipulation d'un étalon se fait à l'aide soit d'une pince synthétique, soit de gants (peau ou coton), soit d'élingues synthétiques (charge lourde). Le contact d'un étalon à doigts nus est déconseillé pour les étalons de faibles valeurs et plus particulièrement les poids de classe E, et F,, car cela provoque un dépôt de sébum (le dépôt de sébum d'une empreinte digitale représente 40 µg) oxydant la surface de l'étalon.

4. INCERTITUDES

Les poids étalons et jeux de poids utilisés pour la vérification ne doivent pas être entachés d'une incertitude supérieure à un tiers de l'emt de la balance à la charge considérée (le facteur de un tiers correspond à la loi normale de Gauss pour couvrir un niveau de risque de 0.3% = 100% - 99.7%).

L'incertitude élargie d'un poids (mentionnée sur le certificat d'étalonnage) correspondra à un tiers de l'emt de la classe de précision M₁, F₁, E₂

Ainsi, en utilisant un poids classé, l'incertitude due à l'étalonnage est négligeable par rapport à l'emt de la balance (rapport de 1/9).

Le tableau 2 permet de déterminer la classe de précision des poids en fonction de la classe de précision de la balance ou son nombre d'échelons.

Tableau 2. Classe de précision des poids.

Classe de précision des poids étalons	Classe de précision de la balance	Nbre éche- lons de la balance	Catégorie de la balance
E ₂	Classe I ou précision spéciale	au-delà de 100 000 échelons	Balance d'analyse avec chambre de pesée
F,	Classe II ou précision fine	jusqu'à 100 000 échelons	Balance de précision à plateau supérieur
M,	Classe III ou précision moyenne	jusqu'à 10 000 échelons	Balance/ bascule industrielle

3. STORAGE AND HANDLING CONDITIONS

Weights and weight sets are stored to keep them from dust-free. The weight sets of M₁, F₁ and E₂ class are stored in cases or boxes to protect them from humidity, dust and shocks. Weights are handled with appropriate caution. Before each use, the operator is monitoring the following points:

- visual examination of the standard and packaging condition (if present);
- visual examination of the calibration certificate validity (issue date);
- visual examination of the weight accuracy class corresponding to the required accuracy class for verification.

The appearance of impact trace is mentioned on the life form. If possible, the handling of a standard is carried out using either synthetic tweezers or gloves (skin or cotton) or synthetic slings (heavy load). Touch a standard with bare hands is not recommended for standards of low values especially weight of class E, and F₁, because it causes a deposit of sebum (the sebum deposit from a fingerprint represents 40 µg) oxidizing the surface of the standard.

4. Associated uncertainties

The standards weights and weights sets used for verification should not have an uncertainty higher than a third of the balance mpe for the load to test (the one third ratio corresponds to the Gauss law to cover a risk level of 0.3 % = 100 % - 99.7 %).

The expanded uncertainty of a weight (indicated in the calibration certificate) will correspond to a third of the mpe of the accuracy class M₁, F₁, E₂.

Thus, using a classified weight, uncertainty due to the calibration is negligible compared to the balance mpe (ratio of 1/9).

Table 2 allows determining the weights accuracy class according the balance accuracy class or number of intervals.

Table 2. Accuracy class of weights.

Accuracy class of the standards weights	Accuracy class of the balance	Number of scale intervals of the balance	Balance category
E ₂	Class I or special accu- racy	over 100,000 scale inter- vals	Analytical balance with weighing chamber
F,	Class II or high accu- racy	up to 100,000 scale intervals	Precision balance with top pan
M ₁	Class III or medium accuracy	up to 10,000 scale inter- vals	Industrial balance/scale



V DÉTERMINATION DES ERREURS MAXIMALES TOLÉRÉES (*EMT*)

Tout système qualité demande que les performances des moyens de contrôle soient adaptées au besoin. Dans la plupart des situations, trois cas se présentent :

- l'utilisateur connaît son besoin (exemple : information décrite dans la norme à appliquer, fournie par un constructeur),
- l'utilisateur ne connaît pas son besoin,
- l'utilisateur s'assure de la conformité réglementaire de sa balance.

1. BESOIN CONNU

Cette situation est idéale car elle permet de déterminer toute la chaîne de mesure depuis le besoin jusqu'au poids qui servira à contrôler la balance.

1.1. Détermination de l'emt

La *figure 4* montre le processus de détermination de la chaîne complète de mesure. Des exemples de calcul sont proposés dans l'annexe 1.

Le facteur de sécurité de l'étape 2 permet, en cas de non-conformité, de réduire le risque de prendre en compte un produit ou un résultat qui remettrait en cause ceux effectués depuis le dernier contrôle.

Le facteur de sécurité de l'étape 4 est fixé dans la documentation métrologique [1-3]. Dans cette documentation, il est écrit que l'*emt* d'un poids doit être trois fois plus petite que celle de la balance à vérifier à la charge considérée.

1.2. Facteur de sécurité

Il n'existe pas de documents où vous pourrez lire la valeur du facteur de sécurité selon telle ou telle situation.

Ce facteur provient de votre analyse de risque, prenant en compte les changements de conditions de travail, les différentes personnes travaillant avec les instruments, les données d'historique de vérification de la balance, sans oublier bien sûr les considérations économiques.

Au final, c'est votre responsabilité sur la base de votre évaluation des risques et la criticité de votre processus de pesage.

En règle générale, dans un contexte industriel, un facteur de sécurité d'au

DETERMINATION OF THE MAXIMAL PERMISSIBLE ERRORS (MPE)

Any system of quality demands that equipments for the control of performances be adapted to the need. In most situations, three cases arise:

- the user knows his need (e.g. information described in the standard to apply, provided by a manufacturer).
- the user does not know his need,
- the user ensures compliance of its balance to regulation

1. NEED KNOWN

This situation is ideal because it allows determining the complete chain of measurement from the need to the weight that will be used to control the balance.

1.1. Determination of the mpe

Figure 4 shows the process of determining the complete chain of measurement. Examples of calculation are listed in appendix 1.

The safety factor shown in step 2 allows, in case of deviation, reducing the risk of taking into account a product or a result that would bring into question those made since the last inspection.

The security factor shown is the step 4 is defined in the metrological documentation [1-3]. In this documentation, it is written that the weight *mpe* has to be three times smaller than ten balance *mpe* to verify for the considered load.

1.2. Security factor

Today, there is no table where you can read the value of security factor.

It comes from your risk analysis, taking into account changes during working conditions, different people working with the instruments, historical data verification of the balance, without forgetting, of course, economic considerations.

By the end, it is your responsibility based on your risk assessment and criticality of your weighing process.

Typically, in an industrial context, a security factor of at least two is always

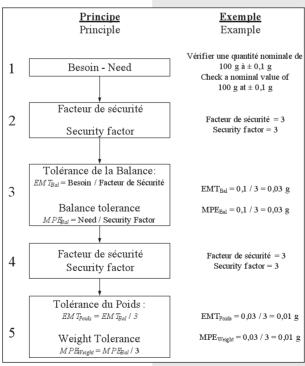


Figure 4. Processus simple pour la détermination d'une *emt*. Figure 4. Simple process for the *mpe* determination.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



moins 2 est toujours suggéré – même si tout semble être sous contrôle.

Quand vous travaillez dans des conditions instables, comme par exemple si des changements de température ou des vibrations irrégulières sont présentes et si beaucoup d'opérateurs différents utilisent la même balance et que la pesée est extrêmement critique du point de vue de la qualité, il faudra alors prendre un facteur de sécurité plus grand.

Il faudra aussi vous demander ce qui se passe si l'erreur déterminée lors d'une prochaine vérification augmente beaucoup. Si ces questions sont cruciales, il faut prendre un facteur de sécurité entre 3 et 5.

2. Besoin non défini

La figure 4 montre une progression logique et idéale de la chaîne de contrôle d'une balance avec un besoin et un facteur de sécurité fixés par l'utilisateur. Quand les points 1 et 2 ne sont pas connus, une solution intermédiaire consiste à déterminer une *emt a priori*.

Le besoin final correspondra à la valeur de l'*emt* de la balance multipliée par un facteur de sécurité au minimum de 2.

2.1. Détermination de l'emt

Le principe de ce chapitre correspond à celui présenté dans le fascicule de documentation Afnor FDX 07-017-1 [2]. Son application permet à l'utilisateur de créer lui-même l'échelon de vérification de sa balance en fonction de son besoin.

Cet échelon de vérification est calculé en appliquant cette formule : $e = k \times d$ avec k facteur > $\hat{1}$ et d l'échelon réel de la balance (pour les instruments à échelons multiples de type balances DeltaRange, DualRange, MultiRange et PolyRange, k est déterminé pour chaque étendue) (appliquer ce calcul n'est pas autorisé quand la balance est utilisée conformément à un des usages réglementés définis dans le décret n° 91-330 du 27 mars 1991, relatif aux instruments de pesage à fonctionnement non automatique, par exemple: transactions commerciales, vente directe au public, fabrication de médicaments sur ordonnance en pharmacie). Il est nécessaire de rappeler que l'emt ainsi calculée est théorique. En modifiant la valeur de k, l'utilisateur peut adapter l'emt de la balance aux conditions ambiantes et à l'incertitude issue de l'étalonnage.

L'emt est calculée sur le principe proposé dans la norme EN45501 [1] et la recommandation OIML R76 [3] et décrite dans le *tableau 3*.

On constate que les *emt* de la balance et toutes les inégalités dépendent de l'échelon de vérification *e*.

suggested – even if everything seems to be under

When you work in unstable conditions, such as whether changes in temperature or vibration, irregular vibrations are present and if a lot of different operators using the same balance and that weighing is very critical from the quality point of view, then one will have to take a greater security factor.

It will be also necessary to ask what happens if the error determined during a next verification increases greatly. If these issues are crucial, one must take a security factor from 3 to 5.

2. NEED UNKNOWN

Figure 4 shows a logical and ideal progression of the chain of control for a balance with a need and a security factor defined by the user. When items 1 and 2 are not known, an intermediate solution is to determine an *mpe a priori*.

The final need corresponds to the value of the balance mpe multiplied by a security factor of at least 2.

2.1. Determination of the mpe

The principle developed in this section corresponds to the one presented in the Afnor standard FDX 07-017-1 [2]. The application of this guide allows the user creating his own level of verification of its balance according to his needs.

This verification intervalvii is calculated with this formula: $e = k \times d$ with the factor k > 1 and d the actual scale interval of the balance (for the instruments with multiple intervals, e.g. DeltaRange, DualRange, MultiRange and PolyRange, k is defined for each range) (it is not allowed to apply this calculation when the balance is used according to one of the regulated legal uses defined in the decree n° 91-330, March 27^{th} 1991, related to non-automatic weighing instruments, e.g. commercial transactions, direct sales to public, manufacturing of medicines on prescription in a drugstore). It is necessary to remind that mpe calculated by this way is theoretical. By changing k value, the user can adjust the balance mpe to ambient conditions and uncertainty after calibration.

The *mpe* is calculated according to the principle defined in the EN45501 standard [1] and the OIML R76 recommendation [3] and described in *Table 3*.

Note that the balance *mpe* and all inequalities depend on the verification scale interval *e*. In *Table 3*,

211

Tableau 3. Tableau réglementaire des *emt* d'une balance. Table 3. Table of balance tolerance defined by regulation.

emt/ <mark>mpe</mark>	Classe/ <mark>Class</mark> I	Classe/ <mark>Class</mark> II	Classe/ <mark>Class</mark> III
±1×e	0 ≤ m ≤ 50 000 x e	0 ≤ <i>m</i> ≤ 5 000 x e	0 ≤ <i>m</i> ≤ 500 x <i>e</i>
± 2 X <i>e</i>	50 000 x e < m ≤ 200 000 x e	5 000 x e < m ≤ 20 000 x e	500 x e < m ≤ 2 000 x e
± 3 × e	200 000 x e < m	20 000 X e < m ≤ 100 000 X e	2 000 X e < m ≤ 10 000 X e

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



Dans le *tableau 3*, *m* représente la charge déposée sur le plateau.

Si la classe de précision n'est pas indiquée sur la plaque d'identification (en cas d'absence de cette plaque, vous pouvez contacter le constructeur de la balance), les règles suivantes s'appliquent :

- une balance d'analyse avec une cage de pesée solidaire de la carrosserie et un échelon réel *d* inférieur à 1 mg correspond à la classe de précision I ;

- une balance de précision sans cage de pesée solidaire de la carrosserie et un échelon réel *d* entre à 1 g et 1 mg correspond à la classe de précision II;

- une balance poids-prix ou une bascule industrielle correspond à la classe de précision III.

Des exemples de calcul sont donnés dans l'annexe l

2.2. Détermination de *k* en l'absence d'historique

Tout produit fabriqué en série évolue entre des limites d'*emt*. Aucun produit ne sera à 100% identique à un autre. Il y aura toujours une dispersion ou un écart par rapport à l'objectif fixé. Le mathématicien allemand Gauss a découvert que cette dispersion obéissait à une loi qu'il a nommée « distribution normale » (courbe en cloche ou courbe de Gauss).

Il définit alors l'écart type s comme mesure des écarts. Selon la courbe de Gauss pour une distribution normale, l'erreur est comprise dans l'intervalle $1 \cdot s$ (k = 1) avec un niveau de confiance de 68,3%. Elle est comprise dans l'intervalle $2 \cdot s$ (k = 2) avec un niveau de confiance de 95,5%, et dans l'intervalle $3 \cdot s$ (et k = 3) avec un niveau de confiance de 99,7%.

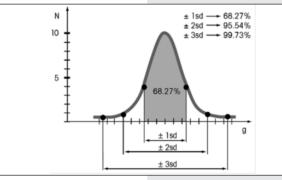


Figure 5. Courbe de Gauss. Figure 5. Gauss's curve.

2.3. Détermination de *k* avec historique de la balance

Sur la base des relevés de mesures réalisés lors des contrôles :

- déterminer la plus grande valeur de poids indiquée pour la charge déposée (balance acceptée),
- déterminer la plus petite valeur de poids indiquée pour la charge déposée (balance acceptée),
- déterminer l'étendue de la dispersion selon cette formule : Étendue = Plus grande valeur - Plus petite valeur.
- calculer k avec cette formule:

arrondi par excès (k) = Étendue/ $(2 \times d)$

La valeur finale *k* sera égale à l'arrondi par excès. (*d*) est l'échelon réel, ou précision d'affichage, ou résolution de la balance. Un exemple de calcul est donné dans l'annexe 1.

m represents the load placed on the pan.

If the accuracy class is not indicated on the identification plate (if this plate is not present, you can contact the balance manufacturer), the following rules apply:

- analytical balance with a weighing chamber part of the housing and an actual scale interval *d* lower than 1 mg corresponds to accuracy class I;
- precision balance without weighing chamber part of the housing and an actual scale interval *d* between 1 g and 1 mg corresponds to accuracy class II;
- retail or industrial scale corresponds to accuracy class III.

Examples of calculation are given in appendix 1

2.2. Determination of k without history

Any product manufactured in large quantity varies between limits of tolerance. No product will be 100% identical to another. There will always be dissemination or a deviation from the target. Gauss, a German mathematician, discovered that the dispersion follows a rule and named it "normal distribution" (Gauss's curve or bell curve). He then defines

the standard deviation s as a measurement of differences. According to the Gauss's curve for a normal distribution, the error is within $1 \cdot s$ (k = 1) with a confidence level of 68.3%. It is within the interval $2 \cdot s$ (k = 2) with a confidence level of 95.5%, and within the interval $3 \cdot s$ (k = 3) with a confidence level of 99.7%.

2.3. Determination of k with the balance history

Based on the measurements records carried out during controls:

- determine the highest value of weight for the load placed on the pan (balance accepted),
- determine the lowest value of weight for the load placed on the pan (balance accepted),
- determine the range of the dispersion with this formula: Range = Highest value Smallest value,
- calculate *k* with this formula:

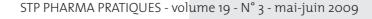
Rounded by excess $(k) = \text{Range}/(2 \times d)$

The final value for k will be equal to the rounding by excess. (d) is the actual scale interval, or readability, or balance resolution. An example of calculation is given in appendix 1.





27/07/09 19:13:27





3. CONFORMITE RÉGLEMENTAIRE

Cette méthode est obligatoire pour toute balance utilisée conformément à un des usages réglementés (les usages réglementés applicables aux balances sont définis dans l'article 1er, al. 1 du décret n° 91-330 du 27 mars 1991, JO du 3 avril 1991, p. 4459).

L'échelon de vérification e est toujours supérieur ou égal à 1 mg. Les balances de classe I possèdent cependant une résolution d inférieure à 1 mg. Le rapport *eld* peut varier de 1 à 10 000 selon les balances (exemple: microbalance).

Dans un souci de simplification, beaucoup d'entreprises appliquent cette méthode pour leurs balances d'analyse et de précision. Malheureusement, elle est inadaptée car la réglementation ne prend pas en compte la valeur de l'échelon différencié d_a ou de l'échelon réel d pour établir l'emt. Appliquer cette méthode pour les balances d'analyse et de précision revient à dégrader leurs performances (voir tableau 6 de l'annexe 1). Il est donc indispensable pour elles de mettre à jour leur procédures internes et de s'équiper en poids étalons adéquats. De cette façon, elles disposeront enfin de moyens de mesure et d'équipements de contrôle à la hauteur des investissements financiers réalisés.

3.1. Détermination de l'emt

À partir de la valeur de l'échelon de vérification e et de la classe de précision (une, deux ou trois barres verticales inscrites dans un ovale) relevées sur la plaque d'identification de la balance, on détermine les emt à l'aide du tableau 3.

3.2. Remarques

Avec cette méthode, on obtient les valeurs d'emt les plus grandes (voir tableau 6 de l'annexe 1), car la réglementation n'exige qu'une seule vérification par an et tient compte de la dérive de l'instrument sur cette période.

Les emt du tableau 3 sont celles utilisées en vérification périodique (instrument en service). Quand la balance est neuve ou après une réparation, ces emt sont deux fois plus petites (vérification primitive ; cette tolérance particulière est applicable uniquement par les professionnels du pesage).

4. Application de l'emt au poids net/brut

4.1. Règle

Conformément à la norme EN45501 [1] et à la recommandation OIML R76 [3], les emt s'appliquent au poids net pour toute valeur possible de tare, excepté les valeurs de tare prédéterminées. Cette règle s'applique à tout instrument de pesage sans exception.

4.2. Exemple

Le tableau 2 de l'annexe 1 propose les emt suivantes pour une balance d'analyse :

3. CONFORMITY TO REGULATION

This method is mandatory for any balance used according to uses defined in the regulation (the regulated uses applicable to the balances are defined in the first article, al. 1, of the decree No. 91-330, March 27th 1991).

The verification scale interval *e* is always higher or equal to 1 mg. Balances of class I have, however, a d resolution lower than 1 mg. The ratio e/d may vary from 1 to 10,000 according to balances (e.g. microbalance).

So as simplicity, many companies apply this method for their analytical and precision balances. Unfortunately, it is inappropriate because the regulation does not take into account the value of the differential interval d_d or the actual scale interval dto define mpe. Applying this method for analytical and precision balances comes to degrade their performance (see Table 6 of appendix 1). It is therefore essential for these companies, to update their internal procedures and to acquire adequate standards weights. Then, they will have finally measuring and monitoring equipments of the same level of financial investments made.

3.1. Determination of the mpe

From the value of the verification scale interval e and the accuracy class (one, two or three vertical bars placed in an oval) indicated on the identification plate of the balance, one determines the mpe with the Table 3.

3.2. Remarks

With this method, one gets greater values of tolerance (see Table 6 in appendix 1), because regulation requests only one verification per year and takes into account the drift of the instrument for this period.

mpe in Table 3 are used for subsequent verification (instrument in use). When the balance is brand new or after a repair, these mpe are two times lower (initial verification; this particular tolerance is only applicable for the people in the trade of weighing instruments).

4. Application of mpe to net/gross weight

4.1 Rule

In accordance with the EN45501 standard [1] and the OIML R76 recommendation [3], mpe apply to net weight for any possible value of tare, except the values of preset tares. This rule applies to all weighing instrument all and some.

4.2. Example

Table 2 of appendix 1 provides the following tolerances for an analytical balance:

STP PHARMA PRATIOUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





- étendue 1 : de 0 à 15 g \pm 0,3 mg,

- étendue 2 : de 15 g à 60 g ± 0.6 mg,

- étendue 3 : de 60 g à 210 g \pm 0,9 mg.

Pour une prise d'essai de 1,2 g (poids net) déposée dans un creuset taré de 150 g (tare), l'emt applicable est de \pm 0,3 mg (étendue 1).

L'emt de ± 0.9 mg (étendue 3) est valable seulement si le creuset n'est pas taré (affichage remis à zéro)

Rappel: Poids net = Poids brut - Tare.

4.3. Conseil

Pour cette raison, il est recommandé de toujours contrôler la balance en routine avec les récipients (tares) habituellement pesés. Ainsi la balance sera testée dans les mêmes conditions que lors de son utilisation quotidienne.

5. ASTUCE

À partir d'un poids certifié (incertitude mentionnée dans son certificat d'étalonnage), vous pouvez déterminer l'emt minimale d'une balance. Il suffit alors de suivre les étapes proposées (1 à 5) dans le sens inverse (5 à 1) avec un facteur de sécurité minimal de 2.

VÉRIFICATION COMPLÈTE

1. Protocole

Le protocole décrit dans ce chapitre consiste à :

- 1) réaliser les essais métrologiques ;
- 2) confronter uniquement les erreurs de mesure avec les emt (vérification);
- 3) juger de la conformité (décision);
- 4) agir en conséquence (action).

Aucun étalonnage/évaluation de l'incertitude n'est effectué.

2. ESSAIS

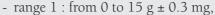
La vérification complète consiste à effectuer les trois essais suivants : justesse, excentration, fidélité.

3. PÉRIODICITÉ DE VÉRIFICATION **DE LA BALANCE**

La périodicité de vérification de la balance est liée à son utilisation. L'opérateur pourra appliquer cette procédure générale par exemple tous les ans ou tous les six mois. L'intervalle de vérification peut être augmenté à condition qu'aucune non-conformité n'ait été constatée sur une période de quatre vérifications consécutives. Dans le cas contraire, il sera réduit.

4. OPÉRATIONS PRÉLIMINAIRES

Ces opérations ont pour but d'assurer la validité de la vérification ; celles répertoriées ci-après sont recommandées:



- range 2 : from 15 g to $60 \text{ g} \pm 0.6 \text{ mg}$,

- range 3 : from 60 g to 210 g \pm 0.9 mg.

For an amount of material of 1.2 g (net weight) placed in a tared crucible of 150 g (tare), the applicable mpe is \pm 0.3 mg (range 1).

The mpe of \pm 0.9 mg (range 3) is only valuable of the crucible is not tared (balance display reset to

Reminder: Net weight = Gross weight - Tare.

4.3. Advice

For this reason, it is always recommended to control the balance in routine with containers (tares) usually weighed. Thus, the balance will be tested in the same conditions as daily use.

5. TRICK

With a certified weight (uncertainty indicated in the calibration certificate), you can determine the balance minimum mpe. Simply follow the steps (1 to 5) in the opposite direction (5 to 1) with a minimum safety factor of 2.

COMPLETE VERIFICATION

1. Protocol

The protocol described in this chapter is to:

- 1) carry out metrological tests;
- 2) compare only measurement errors to mpe (verification);
- 3) declare conformity (decision);
- 4) act accordingly (action). No calibration or evaluation of the uncertainty.

2. TESTS

The complete verification is to carry out the three following tests: trueness, off-centre load, repeatabil-

3. VERIFICATION PERIODICITY FOR THE BALANCE

The periodicity of verification for the balance is related to its use. The operator may apply this general procedure for instance every year or every six months. The periodicity of control may be increased if no non-conformity has been recorded over a period of four consecutive controls. Otherwise, the periodicity will be reduced.

4. Preliminary actions

These actions are intended to ensure the verification validity, the one listed below are recommended:

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





louvel 3 214



- - s'assurer de l'identification de la balance,
 - s'assurer de l'absence de défauts évidents,
 - s'assurer de la propreté et du bon état du plateau de la balance.
 - s'assurer que la balance est dans la position dans laquelle l'ajustage de son fonctionnement est effectué (par exemple : mise de niveau),
 - si nécessaire, faire le réglage (calibrage) de la ba-
 - la balance est sous tension avant le début des essais (le temps de chauffage préconisé par le constructeur est écoulé),
 - le zéro est réglé, si nécessaire au début de chaque
 - l'environnement des essais (température, pression atmosphérique, humidité) doit être stable, si possi-

La balance doit toujours être de niveau : il faut vérifier que la bulle d'air du niveau est bien centrée par rapport au repère (cercle du centre). Au besoin, corriger le niveau en réglant la hauteur des pieds (tous les pieds sont en contact).

5. RÉALISATION DES ESSAIS MÉTROLOGIQUES

Suivre les protocoles décrits dans le chapitre III.

6. EXPLOITATION DES RÉSULTATS

Pour chacun des essais, comparer l'écart à l'emt. Si cet écart est supérieur à l'emt, le résultat de l'essai est jugé non conforme. S'il est inférieur ou égal à l'emt, le résultat de l'essai est jugé conforme.

7. CONDITIONS D'ACCEPTATION DE LA BALANCE

La vérification est acceptée lorsque tous les critères de vérification sont respectés. Une seule non-conformité rend la balance non conforme. Ce jugement est reporté sur le constat de vérification.

7.1. Conformité et non-conformité

Quand les critères retenus sont vérifiés, cette situation est mentionnée sur la fiche de vie. Quand les critères retenus ne sont pas vérifiés, l'opérateur peut effectuer un réglage de la balance sur la base des instructions et recommandations fournies par le constructeur (voir mode d'emploi de la balance). Une seconde série de mesure sera alors effectuée. Cette situation est mentionnée sur la fiche de vie.

7.2. Réparation

Quand la nouvelle série de mesures n'a pas montré d'amélioration, l'opérateur demande la réparation de la balance auprès du service technique du fabri-

En attendant la remise en état de la balance, une étiquette « hors service » est apposée sur la balance afin d'informer les utilisateurs de son état et interdire son utilisation pour des opérations nécessitant sa

- ensure the balance identification;
- ensure that there are no obvious defects;
- ensure cleanliness and good condition of the bal-
- ensure that the balance is in the position where the adjustment of its operation is carried out (e.g. levelled);
- if necessary, adjust the balance;
- the balance is warmed-up before tests begin (warm-up time recommended by the manufacturer is elapsed;
- zero is set, if necessary at the beginning of the each
- tests environment (temperature, air pressure, humidity) has to be stable, as far as possible.

The balance must always be levelled: it must make sure that the level air bubble is clearly centred inside the mark (in the centre of the circle). If necessary, adjust the level by adjusting the height of the feet (all feet are in contact).

5. CARRYING OUT THE METROLOGICAL TESTS

Apply protocols described in chapter III.

6. Assessment of the results

For each test, compare deviation to the mpe. If this deviation is greater than mpe, the test result is considered non-compliant. If it is lower or equal to the *mpe*, the test result is considered as compliant.

7. ACCEPTANCE CRITERIA FOR THE BALANCE

Verification is accepted when all verification criteria are respected. Only one non conformity makes the balance non-compliant. This evaluation is reported on the verification report.

7.1. Conformity and non-conformity

When criteria are confirmed, this situation is mentioned on the life form. When defined criteria are not verified, the operator can carry out the adjustment of the balance according manufacturer's instructions and recommendations provided (see balance user's manual). A second set of measurements will be carried out. This situation is reported on the life form.

7.2. Repair

When a new set of measurements shows no improvement, the operator asks to repair the balance by the manufacturer service engineer.

Pending the balance repair, a label "out of order" is placed on the balance in order to inform users about the balance status and prohibit its use for operations requiring his monitoring. After repair, a new verifica-

STP PHARMA PRATIOUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



surveillance. À la suite de la réparation une nouvelle vérification sera effectuée.

7.3. Déclassement et réforme

Quand la réparation n'a pas permis de rendre la balance conforme à ses critères de fonctionnement, le déclassement est envisageable (exemple : augmentation des emt). La réforme de la balance consiste à s'en débarrasser ou à ne plus l'utiliser pour des opérations nécessitant sa surveillance. Dans les deux cas, l'opérateur mentionne la situation sur la fiche de vie.

8. RAPPORT DE VÉRIFICATION

Un exemple de rapport de vérification est fourni en annexe 5.

9. CONSTAT DE CONFORMITE ET FICHE DE VIE

L'opérateur mentionne sur la fiche de vie la date de l'opération.

10. VALIDATION DES RÉSULTATS

L'opérateur valide les résultats en y apposant sa signature.

11. Archivage de la feuille d'acquisition **ET DE CALCUL**

Les feuilles d'acquisition et de calcul sont conservées dans le classeur de la balance.

12. Traçabilité

Un ticket de pesée doit être imprimé pour chaque mesure. Il portera au moins les informations suivan-

- la date et l'heure;
- le numéro de série ou le code d'identification de la balance.

Ce ticket n'est pas nécessaire si l'acquisition et le traitement des mesures à l'aide d'un logiciel sont réalisés dès lors que

- les résultats des calculs sont vérifiés « manuelle-
- la connexion entre PC et balance est vérifiée.

13. Sous-traitance de la vérification COMPLÈTE

Elle est envisageable à ces conditions quand le sous-traitant:

- applique les mêmes emt que celles de l'utilisa-
- applique les mêmes protocoles que ceux de l'utilisateur (EN45501, R76);
- exploite les données de la même façon que l'utilisateur:
- fournit une procédure détaillée de ses protocoles;

tion has to be carried out.

7.3. Downgrading and discharge

If the repair does not allow returning the balance compliant with its performance criteria, downgrading is possible (e.g. increase the mpe). The discharge of the balance is to get rid of the balance or not to use it for operations requiring his monitoring. In both cases, the operator reports the situation on the life

8. VERIFICATION REPORT

An example of verification report is provided in appendix 5.

9. CONFORMITY REPORT AND LIFE FORM

Operator reports on the life form the date of the control.

10. VALIDATION OF THE RESULTS

Operator validates the results with his visa.

11. FILING DATA AND CALCULATION REPORT

Data and calculation report are filed in the balance binder.

12. TRACEABILITY

A weighing printout must be provided for each measurement. It will bear at least the following in-

- date and time;
- balance serial number or ID.

This printout is not necessary, if the measurements acquisition and assessment is carried out with a software if:

- calculations results are verified "manually",
- connection between PC balance is verified.

13. OUTSOURCING THE COMPLETE **VERIFICATION**

It is possible if the following conditions are fulfilled with the subcontractor:

- applies the same tolerances as the user;
- applies the same protocols as the user (EN45501,
- assess data by the same way as the user;
- provides a detailed procedure of his protocol;
- provides a qualification certificate of the engineer who fills the verification report.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009







- fournit une attestation de qualification du personnel ayant rempli le rapport de vérification.

À ces conditions, elle est considérée comme une comparaison interlaboratoire et permet de conforter la confiance dans le fonctionnement de la balance (méthode, personnel, moyens de mesure).

VÉRIFICATION SIMPLIFIÉE

La vérification simplifiée permet de s'assurer que la balance est adaptée au besoin par un contrôle rapide. Un exemple de fiche de contrôle à compléter est présenté dans l'annexe 6. Cette fiche peut être complétée avec des informations et des critères propres à l'utilisateur.

Ce contrôle seul est insuffisant, il est nécessaire de réaliser ou de sous-traiter la vérification complète de la balance.

1. Protocole

Le protocole décrit dans ce chapitre est identique dans le principe à celui de la vérification complète :

- 1) réaliser les essais métrologiques ;
- 2) confronter uniquement les erreurs de mesure avec les emt (vérification);
- 3) juger de la conformité (décision);
- 4) agir en conséquence (action).

Aucun étalonnage/évaluation de l'incertitude n'est

2. Principe de la méthode

La méthode employée consiste à lire l'indication de la balance après dépôt d'un poids étalon sur le plateau et s'assurer que cette indication reste dans la limite des emt.

3. Poids étalons et récipients de pesée

La balance est vérifiée à l'aide de deux poids :

- le premier simule la plus forte prise d'essai nette pesée sur la balance (exemple : dilution d'un produit dans 100 mL d'eau distillée),
- le second simule la plus petite prise d'essai nette pesée sur la balance (exemple : pesée de 10 mg d'un principe actif pour la préparation d'une solution

Le contrôle est effectué avec des récipients identiques à ceux pesés habituellement :

- le premier poids est utilisé avec une fiole (exemple : récipient utilisé pour recevoir les 100 mL),
- le second poids est utilisé avec un sabot (exemple : récipient utilisé pour peser le principe actif de

Le récipient est taré (affichage remis à zéro) avant de déposer le poids sur le plateau de la balance. Les poids sont à la même température que celle de la balance ; ils sont manipulés et conservés avec des moyens adaptés.

In these circumstances, it is considered as an inter-laboratory and helps to reinforce confidence in the balance operation (method, personnel and equipments of measurement).

SIMPLIFIED VERIFICATION

The simplified verification ensures that the balance is adapted to the need by a rapid control. An example of control report to fill is presented in the appendix 6. This form can be added with specific information and criteria defined by the user.

This control alone is not sufficient; it is necessary to carry out or subcontract the complete verification of the balance.

1. PROTOCOL

The protocol described in this chapter follows the same principle as the previous one (complete verification):

- 1) carry out metrological tests;
- 2) compare only measurement errors to mpe (verification);
- 3) declare conformity (decision);
- 4) act accordingly (action).

No calibration or evaluation of the uncertainty.

2. METHOD PRINCIPLE

The method used is to read the balance indication after placing a weight on the balance pan and ensure that this information remains within the limits of tolerance.

3. STANDARDS WEIGHTS AND WEIGHING **CONTAINERS**

The balance is verified with two weights:

- the first weight represents the largest net amount of material to weigh on the balance (e.g. dilution of product in 100 mL of distilled water),
- the second weight represents the smallest net amount of material to weigh on the balance (e.g. weighing 10 mg of API in order to prepare a standard solution).

Control is carried out with the same containers as the one use daily:

- the first weight is used with a flask (e.g. container use to receive the 100 mL),
- the second weight is used to weigh the 10 mg of API

For both cases, after placing the container on the balance pan, the display is set to zero, before to place the weights on the balance pan. Weights are at the same ambient temperature as the weighing chamber; they are handled with suitable manner and stored with adapted tools.



STP PHARMA PRATIOUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



4. CONTRÔLE ET CRITÈRE D'ACCEPTATION

La vérification simplifiée consiste à effectuer un essai de justesse pour s'assurer que les indications obtenues après dépôt d'un poids sont à l'intérieur de limites définies, dans les conditions d'utilisation. L'indication ne doit pas être supérieure à la limite pour la charge déposée sur le plateau. Si cette indication est supérieure à la limite tolérée, la balance est jugée non conforme. Si elle est inférieure ou égale à la limite tolérée, la balance est jugée conforme.

5. PÉRIODICITÉ DU CONTRÔLE

L'intervalle de la périodicité de la vérification simplifiée est fixé par **l'utilisateur** de la balance. La périodicité est liée au risque de remettre en cause (en cas de non-conformité) les travaux effectués depuis le dernier contrôle.

Pour cette raison, un contrôle rapide et qualifiant réalisé tous les jours ou avant la première pesée réduit le risque de dérive de la balance dans le temps.

6. CONDITIONS D'ENVIRONNEMENT **ET DE VÉRIFICATION**

Les conditions sont celles du lieu habituel d'utilisation de la balance. La balance est sous tension avant le début du contrôle. La même répartition des poids sur le plateau est conservée lors de chaque application. La balance est de niveau, ses pieds sont en contact avec son support. Elle est remise à zéro au début de l'essai.

7. FICHE DE CONTRÔLE

Un exemple de fiche de contrôle est donné en annexe 6. La limite supérieure et inférieure correspond à l'emt de la balance à la charge déposée. Ces limites sont établies en fonction de la masse conventionnelle ou nominale du poids étalon. La fiche de contrôle est conservée à proximité de la balance.

VIII DÉTERMINATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE D'UNE BALANCE

Comme indiqué dans le chapitre I.1, l'incertitude de mesure est nécessaire. Les chapitres suivants proposent un protocole pour évaluer cette incertitude.

En raison de l'importance du sujet, un article complet est consacré à la détermination de l'incertitude de mesure d'une balance (à paraître dans STP Pharma Pratiques, n° 4, juillet-août 2009).

IX Pesée minimale

On la calcule en utilisant la formule suivante :

Min = Inc./Besoin (%)

4. CONTROL AND ACCEPTANCE CRITERIA

The simplified verification is to carry out a test just to ensure that the indications after placing a weight are within defined limits in the conditions of use. Indication should not exceed the limit for the charge placed on the pan. If this information is greater than the tolerance limit, the balance is considered noncompliant. If it is lower or equal to the tolerance limit, the balance is compliant.

5. PERIODICITY CONTROL

The periodicity control of the verification simplified is defined by the balance's user. The periodicity is linked to the risk of calling into question (in case of non-compliance) work done since the last verifica-

For this reason, a rapid and qualifying control made every day or before the first weighing reduces the risk of drift in the balance over time.

6. VERIFICATION AND AMBIENT CONDITIONS

The conditions are those in the usual place of use of the balance. The balance is switched on before the start of control. The same distribution of weight on the pan is kept for each application. The balance is levelled; its feet are in contact with his support. The balance is set to zero at the beginning of the test.

7. CONTROL FORM

An example of control form is provided in appendix 6. The upper and lower limits correspond to the balance mpe for the load. These limits are based on the conventional mass or the nominal weight. The control form control is filed close to balance.

Assessment of the balance **MEASUREMENT UNCERTAINTY**

As indicated in chapter I.1, the measurement uncertainty is necessary. Following chapters provide a protocol to assess this uncertainty.

Because of the subject, an article is devoted to evaluate the measurement uncertainty of a balance (to be published in STP Pharma Pratiques, No. 4, july-august 2009).

MINIMUM WEIGHT

It is calculated with this formula:

Min = Unc./Need(%)

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009







avec *Inc.* l'incertitude déterminée durant l'étalonnage (elle dépend si l'utilisateur corrige ou pas les erreurs d'indication), *Besoin* fixé par l'utilisateur (en valeur relative) et *Min* la pesée minimale.

Pour réduire les risques, on multiplie la pesée minimale d'un facteur de sécurité FS :

$$Min = [Inc./Besoin (\%)] \times FS$$

Le facteur *FS* prend en compte tout changement qui pourrait affecter les mesures durant le fonctionnement quotidien.

Une pesée minimale avec un facteur FS =1 reflète l'incertitude de la balance seulement en un point et au moment où elle a été étalonnée pour la dernière fois avec des poids étalons. Dans le pire des cas, par exemple, il peut arriver qu'en cas de variations de température au lendemain de l'étalonnage, l'incertitude de mesure augmente tant que le processus pourrait déjà être en dehors du besoin admis.

En conséquence, un facteur FS > 1 apporte de la sûreté au processus (production ou analyse). En général, un facteur entre 3 et 5 est recommandé.

Remarque: sans besoin fixé par l'utilisateur, la pesée minimale n'a pas de signification.

Quand l'incertitude de mesure d'une balance est fournie sous la forme $U = \alpha + \beta$. W, où W représente la charge à peser, la pesée minimale sera calculée selon la formule suivante :

$$Min = (\alpha \times FS)/(Besoin_{\%} - \beta \times FS)$$

Tableau 4. Pesée minimale d'une balance étalonnée. Table 4. Minimal weight of a calibrated balance. where *Unc.* is the uncertainty evaluated during the calibration (it depends if the user corrects or not the indication errors), *Need* is defined by the user (as relative value), and *Min* is the minimal weight.

To reduce risks, one multiplies the minimal weight by a security factor *SF* :

$$Min = [Unc./Need (\%)] \times SF$$

The factor *SF* takes into account any change that may affect measurements during daily operation.

A minimal weight with a security factor SF = 1 shows the balance uncertainty only for one point and when it has been calibrated for the last time with standard weights. In the worst case, for example, it can happen after changes in temperature after calibration, measurement uncertainty increases as the process could already be outside permissible need.

Accordingly, a factor SF > 1 provides security to the process (production or analysis). In general, a factor between 3 and 5 is recommended.

Nota: when no need is defined by the user, minimal weight has no meaning.

When the balance uncertainty is given as $U = \alpha + \beta$. W, where W represents the load to weigh, the minimum weight is calculated with this formula:

$$Min = (\alpha \times SF)/(Need_{\%} - \beta \times SF)$$

Inc. Cofrac/ <mark>Cofrac L</mark>	Jnc.			Besoin	/Need		
U = 0,00017 g + 0,000004 . W		5%	2%	1%	0,5%	0,2%	0,1%
Facteur de sécurité Safety factor	1 2 3 5	3,3 mg 6,7 mg 10 mg 17 mg	8,3 mg 17 mg 25 mg 42 mg	17 mg 33 mg 50 mg 83 mg	33 mg 67 mg 100 mg 167 mg	83 mg 167 mg 251 mg 420 mg	167 mg 335 mg 505 mg 849 mg

Tableau 5. Incertitude relative de la balance étalonnée. Table 5. Relative uncertainty of a calibrated balance.

Charg	e/Load	0,002 g	0,005 g	0,01 g	0,02 g	0,05 g	0,1 g	0,2 g	0,5 g	1 g
Inc./	Unc.	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg	0,17 mg
Inc. rel. Rel. unc.	FS/SF = 1 FS/SF = 2 FS/SF = 3 FS/SF = 5	8,3% 17% 25% 42%	3,3% 6,7% 10% 17%	1,7% 3,3% 5,0% 8,3%	0,83% 1,7% 2,5% 4,2%	0,33% 0,67% 1,00% 1,67%	0,17% 0,33% 0,50% 0,83%	0,08% 0,17% 0,25% 0,42%	0,03% 0,07% 0,10% 0,17%	0,02% 0,03% 0,05% 0,09%

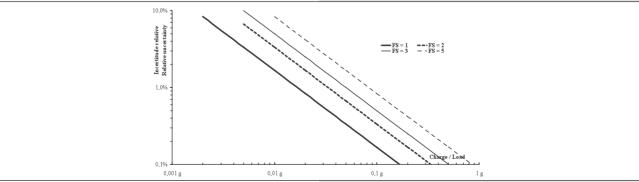


Figure 6. Tracé de l'incertitude relative de la balance étalonnée à différents Facteurs de Sécurité. Figure 6. Flowchart of the relative uncertainty of a calibrated balance with different security factors.

27/07/09 19:13:28





Annexe 1 – Exemples d'erreurs maximales tolérées

1. Besoin connu

Vérifier le volume d'une micropipette de 2 000 µL à 0,1% avec un facteur de sécurité de 3.

Tableau 1. emt d'une balance pour vérifier le volume d'une micropipette. Table 1. Balance mpe to check the micropipette volume

Appendix 1 - Examples of maximal permissible errors

1. Need known

Check the volume of a 2,000-µL micropipette with 0.1% and a safety factor of 3.

Quantité à vérifier/Value to check	Besoin/Need		Facteur de sécurité Security factor	emt _{Bal} mpe _{Bal}	emt _{Poids} mpe _{Weight}	
2 000 µL	0,1% ± 2 μL		± 2 mg	3	± 0,7 mg	±0,7/3 mg

 \bigcirc

2. Besoin inconnu

2.1. Balance mono-échelon

Déterminer les emt d'une balance d'analyse de classe I ayant un échelon réel d de 0,1 mg avec un facteur k = 3. En appliquant les critères du tableau 3 (chapitre V), on obtient les emt suivantes.

Tableau 2. *emt* applicables à une balance mono-échelon. Table 2. Applicable tolerances for a balance with single scale interval.

2. Need unknown

2.1. Balance with single scale interval

Evaluate tolerances for an analytical balance of class I with an actual interval d of 0.1 mg with a factor k = 3. With criteria in the Table 3 (chapter V), one gets the following tolerances.

Caractéristic	ques de la balan	ce/Balance fo	eatures					
Modèle/Model	Classe/Class	Мах.	d	k	е	emt/mpe		
XS204	I	210 g	o,1 mg	3	o,3 mg	0 g ≤ m ≤ 15 g 15 g < m ≤ 60 g 60 g < m ≤ 210 g	$\pm 1 \times e \rightarrow \pm 0.3 \text{ mg}$ $\pm 2 \times e \rightarrow \pm 0.6 \text{ mg}$ $\pm 3 \times e \rightarrow \pm 0.9 \text{ mg}$	

2.2. Balance DeltaRange

Déterminer les emt d'une balance d'analyse de classe I ayant un échelon réel d_, de 0,01 mg de 0 à 51 g et un échelon réel d, de 0,1 mg de 0 à 220 g avec un facteur <math>k = 3 et 2, respectivement. En appliquant les critères du tableau 3 (chapitre V), on obtient les emt suivantes.

Tableau 3. emt applicables à une balance DeltaRange. Table 3. Applicable mpe for a DeltaRange balance

2.2. DeltaRange balance

Evaluate tolerances for an analytical balance of class I with an actual interval d, of 0.01 mg from 0 to 51 g and an actual scale interval d₂ of 0.1 mg from 0 to 220 g with resp. a factor k = 3 and 2. With criteria in the table 3 (chapter V), one gets the following tolerances.

Caractéristic	ques de la balan	ce/Balance fo	eatures					
Modèle/Model	Classe/Class	Мах.	d	k	е	emt/mpe		
VCaasDII	I	51 g	0,01 mg	3	0,03 mg	0 g ≤ m ≤ 1,5 g 1,5 g < m ≤ 6 g 6 g < m ≤ 51 g	\pm 1 × $e \rightarrow \pm$ 0,03 mg \pm 2 × $e \rightarrow \pm$ 0,06 mg \pm 3 × $e \rightarrow \pm$ 0,09 mg	
XS205DU	I	220 g	o,1 mg	2	0,2 mg	0 g ≤ m ≤ 10 g 10 g < m ≤ 40 g 40 g < m ≤ 220 g	$\pm 1 \times e \rightarrow \pm 0.2 \text{ mg}$ $\pm 2 \times e \rightarrow \pm 0.4 \text{ mg}$ $\pm 3 \times e \rightarrow \pm 0.6 \text{ mg}$	

Même balance, mais le changement de résolution n'est pas activé. En appliquant les critères du tableau 3 (chapitre V), on obtient les emt suivantes.

Same balance, but the resolution change is not activated. With criteria in the table 3 (chapter V), one gets the following tolerances.

Tableau 4. emt applicables à une balance DeltaRange. Table 4. Applicable mpe for a DeltaRange balance.

		anange bara					
Caractéristic	ques de la balan	ce/Balance fo	eatures				
Modèle/ <mark>Model</mark>	Classe/Class	Мах.	d	l k e emt/mpe		/тре	
XP205DR	ı	51 g	0,01 mg	3	0,03 mg	0 g ≤ m ≤ 1,5 g 1,5 g < m ≤ 6 g 6 g < m ≤ 51 g	$\pm 1 \times e \rightarrow \pm 0.03 \text{ mg}$ $\pm 2 \times e \rightarrow \pm 0.06 \text{ mg}$ $\pm 3 \times e \rightarrow \pm 0.09 \text{ mg}$
	I	220 g	o,1 mg	2	0,2 mg	0 g ≤ m ≤ 10 g 10 g < m ≤ 40 g 40 g 51 g < m ≤ 220 g	$\begin{array}{c} \pm 1 \times e \rightarrow \pm 0.2 \text{ mg} \\ \pm 2 \times e \rightarrow \pm 0.4 \text{ mg} \\ \pm 3 \times e \rightarrow \pm 0.6 \text{ mg} \end{array}$

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



louvel 3 220





3. Détermination de k

Étude de la dispersion des résultats (à mener sur le plus petit poids de contrôle) après cinquante contrôles de qualification (balance conforme), pour une balance avec d = 0.01 g:

- pour un étalon de 200 q déposé sur le plateau, la plus grande valeur de poids indiquée par la balance est de 200,01 g,
- pour un étalon de 200 g déposé sur le plateau, la plus petite valeur de poids indiquée par la balance est de 199,98 g,
- l'étendue des mesures est de 200,01 g 199,98 g = 0,03 g,
- $k = 0.03 \, g/2 \times 0.01 \, g = 1.5$
- la valeur arrondie par excès de 1,5 vaut 2 ==> la valeur finale de k sera 2.

3. Evaluation for k

Study of the dispersion (to carry out with the smallest control weight) of the results after fifty qualification controls (balance compliant), for a balance with d = 0.01 g:

- for a standard of 200 g placed on the pan, the greatest value of weight indicated by the balance is 200.01 g,
- for a standard of 200 g placed on the pan, the lowest value of weight indicated by the balance is 199.98 g,
- the measurements range is 200.01 g 199.98 g = 0.03 g,
- $k = 0.03 \, q/2 \times 0.01 \, q = 1.5,$
- the value rounded by excess for 1.5 is 2 ==> final value for

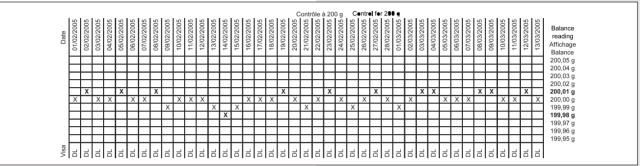


Figure 1 : Dispersion des résultats après quarante contrôles (étude à réaliser sur le plus petit poids de contrôle). Figure 1. Results deviation after fourty controls (study to carry out for the smallest control weight).

4. Méthode réglementaire

Déterminer les emt d'une balance d'analyse de classe I ayant un échelon de vérification e de 1 mg. En appliquant les critères du tableau 3 (chapitre V), on obtient les emt suivantes.

4. Method defined by the regulation

Evaluate the tolerances of an analytical balance of class with an actual scale interval e of 1 mg. with criteria defined in the table 3 (chapter V), one gets the following tolerances.

Tableau 5. emt applicables à une balance avec la méthode réglementaire. Table 5. Applicable mpe for a balance with the method required by the regulation.

Carac	téristiques de la	a balance/ <mark>Ba</mark>	lance featur	es				
Modèle/ <mark>Model</mark>	Classe/Class	Мах.	d	е	emt/mpe			
XS204	ı	210 g	0,1 mg	1 mg	o g ≤ m ≤ 50 g 50 g < m ≤ 200 g 200 g < m ≤ 210 g	$\begin{array}{c} \pm 1 \times e \rightarrow \pm 1 \text{ mg} \\ \pm 2 \times e \rightarrow \pm 2 \text{ mg} \\ \pm 3 \times e \rightarrow \pm 3 \text{ mg} \end{array}$		

5. Comparatif des emt : Afnor vs R76

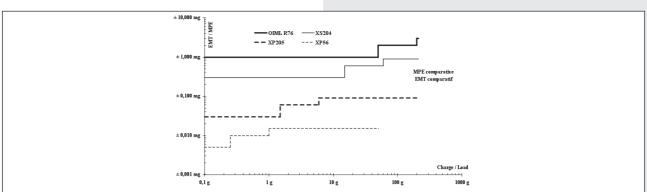
5. mpe comparative: Afnor vs R76

Tableau 6. Comparatif des emt selon deux référentiels (Afnor et OIML). Table 6. mpe comparative according to two standards (Afnor and OIML).

									1
Catégorie	Cara	ctéristique	es de la ba	lance/Bala	ance feat	ures	emt mpe		Méthode
Category	Modèle <mark>Model</mark>	Classe Class	Мах.	d	k	е			Method
Balance d'analyse	XS204		210.4	0,1 mg	3	o,3 mg	0 g ≤ m ≤ 15 g 15 g < m ≤ 60 g 60 g < m ≤ 210 g	± 0,3 mg ± 0,6 mg ± 0,9 mg	X07-017-1
Analytical balance	A3204		210 g		-	1 mg	0 g ≤ m ≤ 50 g 50 g < m ≤ 200 g 200 g < m ≤ 210 g	± 1 mg ± 2 mg ± 3 mg	R76
Semi- micro-	VPaor		210.4	0,01 mg	3	o,o3 mg	0 g ≤ m ≤ 1,5 g 1,5 g < m ≤ 6 g 6 g < m ≤ 210 g	± 0,03 mg ± 0,06 mg ± 0,09 mg	X07-017-1
balance	XP205		210 g		-	1 mg	0 g ≤ m ≤ 50 g 50 g < m ≤ 200 g 200 g < m ≤ 210 g	± 1 mg ± 2 mg ± 3 mg	R76
Micro-	XP56	б І	51 g	0,001 mg	5	0,005 mg	0 g ≤ m ≤ 0,25 g 0,25 g < m ≤ 1 g 1 g < m ≤ 51 g	± 0,005 mg ± 0,010 mg ± 0,015 mg	X07-017-1
balance					-	1 mg	0 g ≤ m ≤ 50 g 50 g < m ≤ 51 g	± 1 mg ± 2 mg	R76

27/07/09 19:13:29





(

Figure 2. Comparatif des EMT selon deux référentiels (Afnor et OIML). Figure 2. mpe comparative according to two standards (Afnor and OIML).

Annexe 2 – Constat de vérification

* * * * * * * * * * * * * * * * * * *	CONS	TATI	DE VERI	FICATION N°	08-01-001	
TIME	NTIFICATION DE LA				DETENTION	
	MT					
	XS204			LABORATOIRE MI	ÉDOCS	
	112345633					
N° d'identification :ME002			Bâtiment 4 – CONTI	RÔLE QUALITÉ		
N° de série imprir	mante:112345612			staning to the stanin	**	
	220 g			12, avenue Paul Dou	mer – 75016 PARIS	
Pesée Min:	100 mg	**********	140154-41174-11			
	0,3 mg					
Echelon réel d :	0,1 mg	***********				
		cc	INTROLES A	AETROLOGIQUES		
Fidélité :				Fidélité correcte :	OUI 🗵	NON 🗆

<i>EMT</i> à Max/2 :				ergenten de transporten de transporten de transporten de transporten de transporten de transporten de transport		
Max	Ind	ication rele	evée		Ecart maximal	
Pesée C) (19,9999g				
Pesée @		00,000 0 g				
Pesée ©		00,000 0 g				
Pesée @		00,000 0 g			0,2 mg	
Pesée ©		00,000 0 g				
Pesée ©		00,000 I g				
	et ® sont à faire pour les			(balances d'analyse et d	le précision)	
Justesse :				Justesse correcte :	OUI 🗵	NON 🗆
ousiesse.	Valeur nominale de l'	Štalan	India	cation relevée	Erreur	EMT
Zéro	0	ctaion		,000 0 g	0,0 mg	± 0,3 mg
	10 g			0,000 0 g	0,0 mg	± 0,3 mg
Charge ①					0,0 mg	······································
Charge ②	50 g			0,000 0 g		± 0,6 mg
Charge ③	100 g			0,000 0 g	0,0 mg	± 0,9 mg
Charge @	150 g			0,000 I g	0,1 mg	± 0,9 mg
Charge ©	200 g	Mark State Control of the Control of	20	0,000 I g	0,1 mg	± 0,9 mg
<i>EMT</i> à Max/3 :	Max/3 :	***		Excentration corre		NON 🗆
Nº de position	0	 	2 2 2 2 2		<u> </u>	5
Indication relevée			0,000 0 g	100,000 0 g	100,000 0 g	100,000 l g
Erreur	0,0 mg		0,0 mg	0,0 mg	0,0 mg	0,1 mg
Croquis au recept	teur et positions de la char	ge de conti	role :	② ③ ⑤ ④		
Remarques sur la	a balance vérifiée : AUCU	NE				
Conforme à la pr	rocédure n° : ME08-008	vers	ion n°:2	OUI 🖾 NON 🗆		
Date de l'interve	ention: 30/01/08				Visa de l'opérateur :	
N° de série des p	ooids : <i>ME1236</i>					
N° et date du cer	tificat d'étalonnage des po	ids : <i>MET</i> -	-07-11-001 du	12/11/07		
La reproduction lieu et plac	n de ce document n'est auto ce d'un certificat d'étalonn	orisée que age. Ce do	cument est réa	de fac-similé photograph lisé conformément à la r rification.	ique intégral. Ce docur orme NF X 07-011 déf	nent ne peut être utilise îinissant le constat de

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



louvel 3 222

(



Appendix 2 – Verification report

		VERI	FICATION F	REPORT	N°08-	-01-001	
	BALANCE	IDENTIFICATIO				OWNER	
		AT					
		XS204					
		12345633					
Identification nur	ation number: ME002						
Printer serial nun	nber:	12345612					
		20 g		12, avenue Paul Doumer – 75016 PARIS			
Minimum weight	:: <i>1</i>	00 mg					
Class:	<i>I</i>						
Verification inter	val e:0	1.3 mg		İ			
Scale interval d:	0	.1 mg					
			METROLOGI	CAL CONTRO	OLS		
Repeatability:				Repeatabi	ility com	pliant: YES 🗵	NO □
Load test for Ma	x/2:	10	0 g				
Tolerance for Ma	ax/2:	± 0,	9 mg				
Weighing no	umber	Indic	ation			Maximal deviation	
Weighing	(1)	100.00	00 0 g				
Weighing		100.00	00 0 g	1			
Weighing		100.00	0008				
Weighing		100.00				0,1 mg	
Weighing	···			–			
Weighing ⑤ 100.000 0 g Weighing ⑥ 100.000 1 g				╡			
			and II balances (anal	lytical and prec	icion hal	ancec)	
Accuracy:	ac w arc to	carry out for class i	and it balances (and	Accuracy			NO 🗆
Accuracy.	0, 1	1	T. 1:-	<u> </u>	I	Error	Tolerance
	Standa	rd nominal value	Indica				
Zero		0		0.000 0 g		0.0 mg	± 0.3 mg
Load ①		10 g	10.000 0 g		_	0.0 mg	± 0.3 mg
Load ②		50 g	50.000 0 g		_	0.0 mg	± 0.6 mg
Load ③		100 g	100.000			0.0 mg	± 0.9 mg
Load @		150 g	150.000			0.1 mg	± 0.9 mg
Load ©		200 g	200.000	0 l g	0.1 mg		± 0.9 mg
Off-centre load:			,	Off-centre	e load cor	mpliant: YES 🗵	NO 🗆
Load test close to	Max/3:	1	00 g				
Tolerance for Ma	ıx/3 :	± (,9 mg				
Position		1	0	3		4	\$
Indication	10	00.000 0 g	100.000 0 g	100.000		100.000 0 g	100.000 l g
Error		0.0 mg	0.0 mg	0.0 m	g	0.0 mg	0.1 mg
Layout of the loa	d receptor a	and test load position	as:	(② ③ ① ⑤ ④		
Remark about th	ne verified b	oalance: NONE					
Conformity to procedure n°: ME08-008 version n°: 2 YES ⊠ NO □							
Date of the intervention: 30/01/08 Technician visa:							
Weights serial n	Weights serial number: ME1236						
Weights Calibration certificate date and number: MET-07-11-001 November 12th, 2007							
The reproduction of this document is only acceptable as full facsimile. This document may not be used as calibration certificate. This document may not be used as calibration certificate. This document may not be used as calibration certificate.							
ment is defined according NF X 07-011 standard designing verification report.							

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





Annexe 3 – Fiche de contrôle simplifié d'une balance sans son incertitude

Mode opératoire pour la vérification simplifiée d'une ba-

Appendix 3 – Simplified control report for a balance without uncertainty

Operating mode for the simplified control of a balance.

Modèle de balance Balance type	XS204	N° de série Serial number	112345633	
Classe Class	I (précision spéciale) I (special accuracy)	Périodicité contrôle Periodicity	Quotidien ou avant 1 ^{ère} pesée Every day or before 1st weighing	
Portée maximale Maximal capacity	220 g	Classe des poids Weight class	E ₂	
Portée minimale Minimum capacity	100 mg		100 g	100 mg
Échelon réel Scale interval	01mg		± 0,05 mg	± 0,005 mg
Lieu d'installation Salle toxicologie Emplacement Toxicology room		emt mpe	± 0,5 mg	± 0,2 mg
N° d'inventaire Identification LT 003		N° de série imprimante Printer serial number	112345612	

- 1. Les poids de contrôle sont acclimatés à la température ambiante de la balance.
- 2. La balance est de niveau (bulle au centre du repère) et tous ses pieds sont en appui sur le support.
- 3. La balance est reliée à la prise secteur avec une véritable terre (si recommandé par le constructeur).
- 4. La balance est en fonctionnement ou en mode veille depuis au moins 30 minutes.
- 5. Le plateau de la balance a été nettoyé à l'aide d'un pinceau, si nécessaire avec de l'alcool. Les solvants se sont évaporés à l'extérieur de la balance.
- 6. Le récipient habituel utilisé avec la charge est déposé sur le plateau.
- 7. La valeur affichée est mise à zéro, l'affichage indique « 0,0000 g ».
- 8. Le poids de contrôle est déposé sur le plateau de la balance. **Attention :** il doit être manipulé à l'aide de gants ou avec une pince sans embout métallique!
- 9. Une croix correspondant à la valeur affichée est reportée sur la fiche ci-dessous. Le ticket de pesée est collé dans le
- 10. La valeur affichée doit être à l'intérieur des limites de surveillance. Si elle les dépasse, régler la balance et reprendre le contrôle à partir du point 7. Si la nouvelle valeur affichée est hors limite, la balance est consignée en signalant au responsable du service son état défectueux (contacter le service après-vente du constructeur) (la non-conformité est mentionnée sur la fiche de vie et la conséquence de l'anomalie détectée sur les travaux effectués depuis le dernier contrôle doit être évaluée).
- 11. Répéter le contrôle avec le second poids.

224

Note: dans le cas où il existe une fiche de vie, il n'est nécessaire de la compléter que lors de l'apparition d'anomalie.

- 1. Acclimatize the control weights to the balance ambient temnerature
- 2. Level the balance (bubble in the centre) and all the balance feet are in contact with the support.
- 3. Connect the balance to a main power plug with ground (if requested by the manufacturer).
- 4. Control that the balance be operational or in standby mode, since at least 30 minutes.
- 5. Clean the balance pan with a soft brush, if necessary with alcohol. Let evaporate the solvents outside the balance.
- 6. The usual container used with the load is placed on the
- 7. If necessary, set to zero the balance display before to lay down the weight(s), the display must indicate "oo"
- 8. Lay down the control weight(s) on the balance pan. **Caution:** handle the weight with gloves or a synthetic twezeers!
- 9. Report with a corresponding cross the displayed value in the form below. A weighing printout is glued in the logbook.
- 10. Control that the value indicated is within the defined tolerance (see above). If the limits values are over, calibrate the balance and start again to the point 7. If acceptable limits values are again over, the balance is switched off, and disconnect of the main power, (unplug the cable), keep it by indicating to the service responsible its defective state and contact the manufacturer after-sales (the deviation is indicated on the life form and the consequence of the anomaly detected for the works carried out since the last control has to be evaluated).
- 11. Repeat the control with the second weight by the same

Note: if a life form exists, it's only necessary to fill it when an anomaly appears.

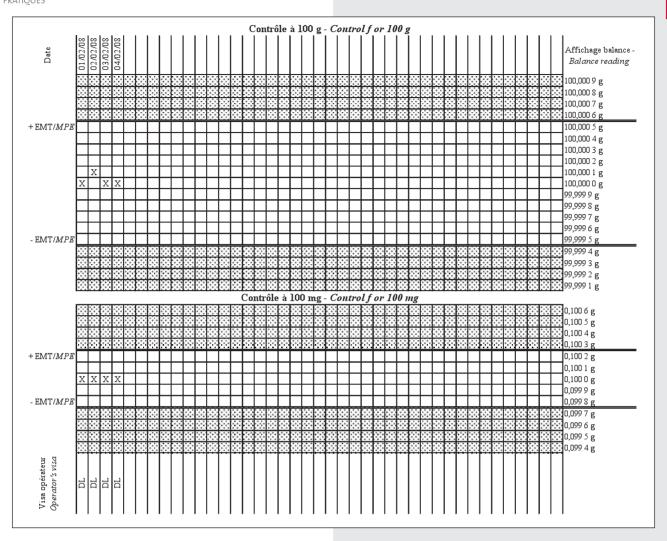




27/07/09 19:13:30







Annexe 4 – Fiche de controle simplifié d'une balance intégrant son incertitude

1. Méthode à appliquer

Comme écrit dans les chapitres précédents, il est fortement recommandé d'intégrer l'incertitude de mesure de la balance à l'erreur mesurée pour décider de sa conformité:

 $Erreur + Inc. \leq emt$

La limite de surveillance LS pour le contrôle régulier de la balance correspondra à :

 $Limite \leq emt - U(IP)$

2. Exemple pratique

Connaissant l'incertitude U(IP) déterminée dans les annexes précédentes, on peut fixer LS avec des emt données.

Appendix 4 – Simplified control report for a balance with uncertainty

1. Method to apply

As written in the previous chapters, it is highly recommended to integrate the balance measurement uncertainty to the measured error to determine its compliance:

 $Error + Unc. \leq emt$

The monitoring limit ML for the routine control of the balance will correspond to:

Limit ≤ emt - U(IP)

2. Typical example

With the uncertainty U(IP) evaluated in the previous appendices, LS is calculated with defined mpe.

Tableau 1. Limites de surveillance pour le contrôle régulier de la balance. Table 1. Monitoring limits for the balance routine control.

Masse de contrôle Test load			Limite de surveillance LS Monitoring limit ML	U(IP) avec correction U(IP) wih correction	Limite de surveillance LS Monitoring limit ML
100 g	0,9 mg	± 0,5 mg	± 0,4 mg	± 0,5 mg	± 0,4 mg
0,1 g	0,3 mg	± 0,2 mg	± 0,1 mg	± 0,2 mg	± 0,1 mg

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009



3. Exemple de fiche de contrôle

Les limites de surveillance de cette fiche de contrôle correspondent à une balance dont les erreurs d'indication sont corrigées par l'utilisateur.

Mode opératoire pour la vérification simplifiée d'une balance.

3. Example of control report

The monitoring limits of the control form correspond to a balance where the indications errors are corrected by the

Operating mode for the simplified control of a balance.

Modèle de balance Balance type	X S 2 O 4		112345632	
Classe Class	I (précision spéciale) I (special accuracy)	Périodicité contrôle Periodicity	Quotidien ou avant 1 ^{ère} pesée Every day or before 1 st weighing	
Portée maximale Maximal capacity	220 g	Classe des poids Weight class	E ₂	
Portée minimale Minimum capacity			100 g	100 mg
Échelon réel Scale interval	01ma		± 0,05 mg	± 0,005 mg
Lieu d'installation Emplacement	Salle toxicologie Toxicology room	emt mpe	± 0,9 mg	± 0,3 mg
Identification	Identification LT 003		± 0,4 mg	± 0,1 mg
-	-	N° de série imprimante Printer serial number	112345612	

- 1. Les poids de contrôle sont acclimatés à la température ambiante de la balance.
- 2. La balance est de niveau (bulle au centre du repère) et tous ses pieds sont en appui sur le support.
- 3. La balance est reliée à la prise secteur avec une véritable terre (si recommandé par le constructeur).
- 4. La balance est en fonctionnement ou en mode veille depuis au moins 30 minutes.
- 5. lLe plateau de la balance a été nettoyé à l'aide d'un pinceau, si nécessaire avec de l'alcool. Les solvants se sont évaporés à l'extérieur de la balance.
- 6. Le récipient habituel utilisé avec la charge est déposé sur le plateau.
- 7. La valeur affichée est mise à zéro, l'affichage indique « 0,0000 q ».
- 8. Le poids de contrôle est déposé sur le plateau de la balance. **Attention :** il doit être manipulé à l'aide de gants ou avec une pince sans embout métallique!
- 9. Une croix correspondant à la valeur affichée est reportée sur la fiche ci-dessous. Le ticket de pesée est collé dans le
- 10. La valeur affichée doit être à l'intérieur des limites de surveillance. Si elle les dépasse, régler la balance et reprendre le contrôle à partir du point 7. Si la nouvelle valeur affichée est hors limite, la balance est consignée en signalant au responsable du service son état défectueux (contacter le service après-vente du constructeur) (la non-conformité est mentionnée sur la fiche de vie et la conséquence de l'anomalie détectée sur les travaux effectués depuis le dernier contrôle doit être évaluée).
- 11. Répéter le contrôle avec le second poids.

Note: dans le cas où il existe une fiche de vie, il n'est nécessaire de la compléter que lors de l'apparition d'anomalie.

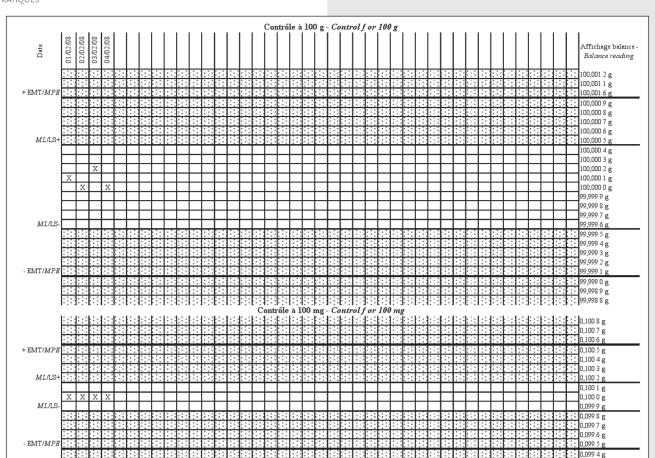
- 1. Acclimatize the control weights to the balance ambient
- 2. Level the balance (bubble in the centre) and all the balance feet are in contact with the support.
- 3. Connect the balance to a main power plug with ground (if requested by the manufacturer).
- 4. Control that the balance be operational or in standby mode, since at least 30 minutes.
- 5. Clean the balance pan with a soft brush, if necessary with alcohol. Let evaporate the solvents outside the balance.
- 6. The usual container used with the load is placed on the
- , 7. If necessary, set to zero the balance display before to lay down the weight(s), the display must indicate "oo"
- 8. Lay down the control weight (s) on the balance pan. **Caution:** handle the weight with gloves or a synthetic twezeers!
- 9. Report with a corresponding cross the displayed value in the form below. A weighing printout is glued in the logbook.
- 10. Control that the value indicated is within the defined tolerance (see above). If the limits values are over, calibrate the balance and start again to the point 7. If acceptable limits values are again over, the balance is switched off, and disconnect of the main power, (unplug the cable), keep it by indicating to the service responsible its defective state and contact the manufacturer after-sales (the deviation is indicated on the life form and the consequence of the anomaly detected for the works carried out since the last control has to be evaluated).
- 11. Repeat the control with the second weight by the same

Note: if a life form exists, it's only necessary to fill it when an anomaly appears.



louvel 3 226





Références/References

- 1/ Norme Afnor NF EN 45501. Aspects métrologiques des instruments de pesage à fonctionnement non automatique. Novembre 1993.
- / Fascicule de documentation Afnor FDX 07-017-1. Métrologie, Procédure d'étalonnage et de vérification des instruments de pesage à fonctionnement automatique (IPFNA), Partie 1 : Vérification. Décembre 1995.
- / Recommandation OIML n° R76-1. Instruments de pesage à fonctionnement non automatique, Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques, Essais. 2006.
- /LOUVEL D. et al. Procédure générale pour la vérification de balances. STP Pharma Pratiques, 8, 6, 500-518, 1998.
- / Fascicule de documentation Afnor X 07-017. Procédure d'étalonnage et de vérification des instruments de pesage à fonctionnement non automatique (IPFNA), Partie 2 : Étalonnage. Décembre 1997.
- / Guide Cofrac n°2089. Exigences spécifiques relatives à l'étalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non automatique. Octobre 2000.
- /Euramet Guideline /cg-18/V.01 Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments. July 2007.

/ Norme Afnor NF EN ISO/CEI 17025. - Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais. - Septembre 2005

0,099 2 g

- /Recommandation OIML n° R111. Poids de classes E, E, F, F, M, M, M, M, M, M, M, Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques. 2004.
- / Norme Afnor NF EN ISO 10012. Systèmes de management de la mesure, Exigences pour les processus et les équipements de mesure. Septembre 2003.
- / LOUVEL D. et al. Procédure pour l'étalonnage d'hygromètres. STP Pharma Pratiques, 12, 1, 18-31, 2002.
- /LOUVEL D. et al. Procédure pour l'étalonnage de thermomètres. STP Pharma Pratiques, 10, 4, 181-211, 2000.
- / Norme Afnor NF ENV 13005. Normes fondamentales, Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure. 1999.
- / Guide Eurachem/CITAC CG 4. Quantifying uncertainty in analytical measurement Second edition.
- / Document OIML n° D28. Valeur conventionnelle du résultat des pesées dans l'air. Conventional value of the result of weighing in air. 2004
- / Guide DKD Richtlinie DKD-R 7-1 Blatt 1 Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen. Allgemeiner Teil.

STP PHARMA PRATIQUES - volume 19 - N° 3 - mai-juin 2009





Balances Partie II. Confirmation métrologique d'une balance



Balances
Part II. Metrological confirmation for a balance

- **17**/ Guide DKD Richtlinie DKD-R 7-1 Blatt 2 Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen. Ein- und Mehrbereichswaagen mit Schrittzahlen unter 1.000.000 und Teilungswerten größer 0,01 mg.
- **18**/Guide DKD-Richtlinie DKD-R 7-1 Blatt 3 Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen. Mehrteilungswaagen; Ein- und Mehrbereichswaagen mit Schrittzahlen über 1.000.000; Ein- und Mehrbereichswaagen mit Teilungswerten kleiner/gleich 0,01 mg.

Adresses des auteurs/Authors' addresses

- Denis Louvel, Mettler-Toledo SAS, 18-20, avenue de la Pépinière, 78222 Viroflay Cedex - denis.louvel@mt.com
- Catherine Barbier (Ethypharm)
- Marie-Dominique Blanchin (Faculté de pharmacie de Montpellier)

- Marie-Christine Bonenfant (Laboratoire central de la Préfecture de Police)
- Caroline Chmieliewski (Laboratoire central de la Préfecture de Police)
- Xavier Chavatte (GSK Biologicals France)
- Xavier Dua (Mettler-Toledo SAS)
- Richard Dybiak (Enstimd)
- Christine Imbernon (Theramex)
- Claude Lebranchu (Laboratoire d'Hygiène de la Ville de Paris)
- Luc Louvet (Centre International de Toxicologie)
- Michael Vandenhende (GSK Biologicals Belgique).



