Faculté des Sciences Semlalia - Marrakech

LA MÉTROLOGIE DANS LE LABORATOIRE

Dr. Mohammed EL KAHLAOUI

2011 – 2012

SOMMAIRE

- Introduction
- Rôle de la métrologie dans le laboratoire
- La métrologie dans le processus mesure
- La maîtrise des cinq M
- Finalité de la métrologie
- La fonction métrologie
- La métrologie pratique
  - La métrologie des masses et pesage
  - La métrologie des volumes
  - La métrologie de la température
  - Autres applications

INTRODUCTION

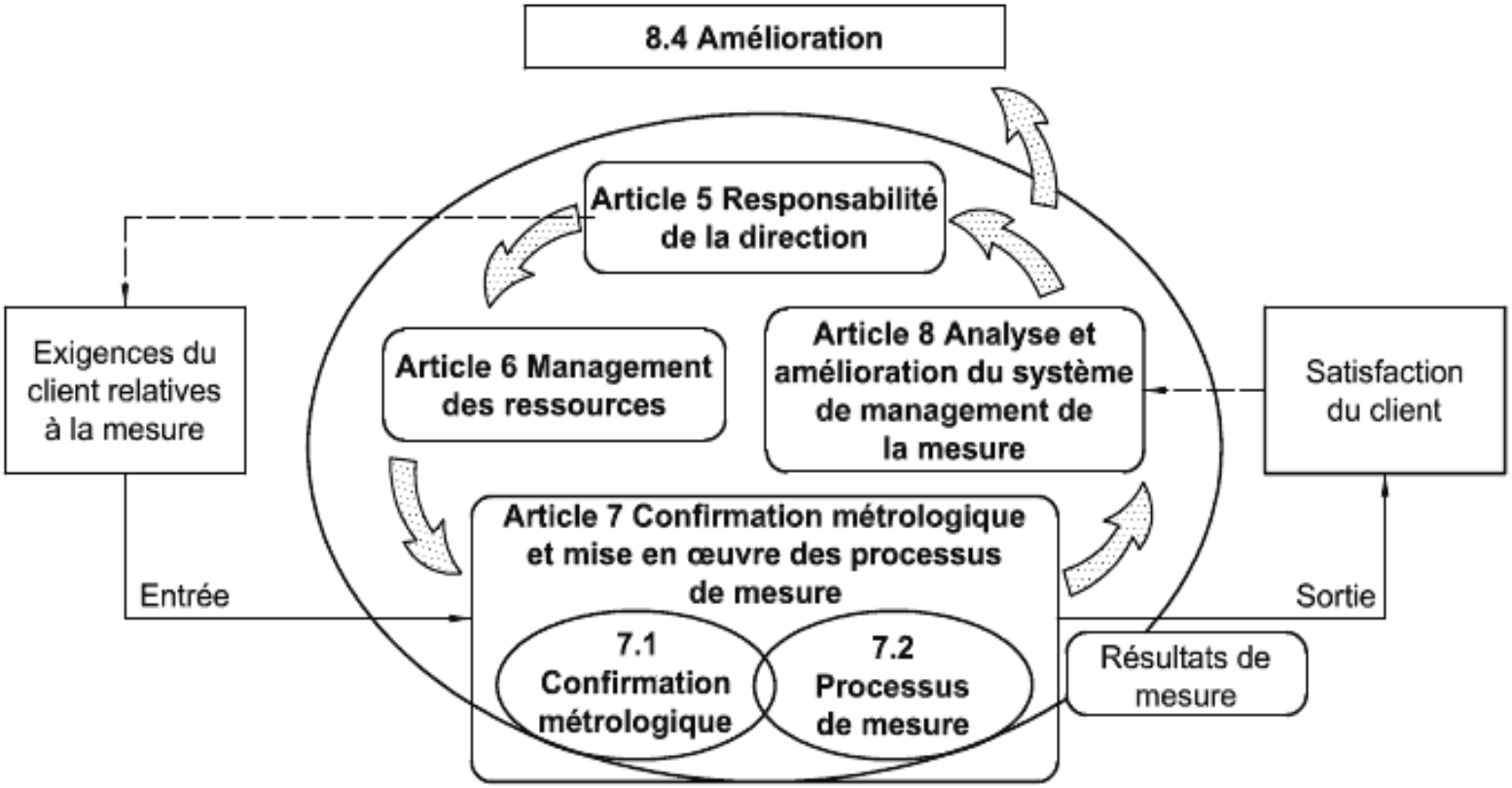
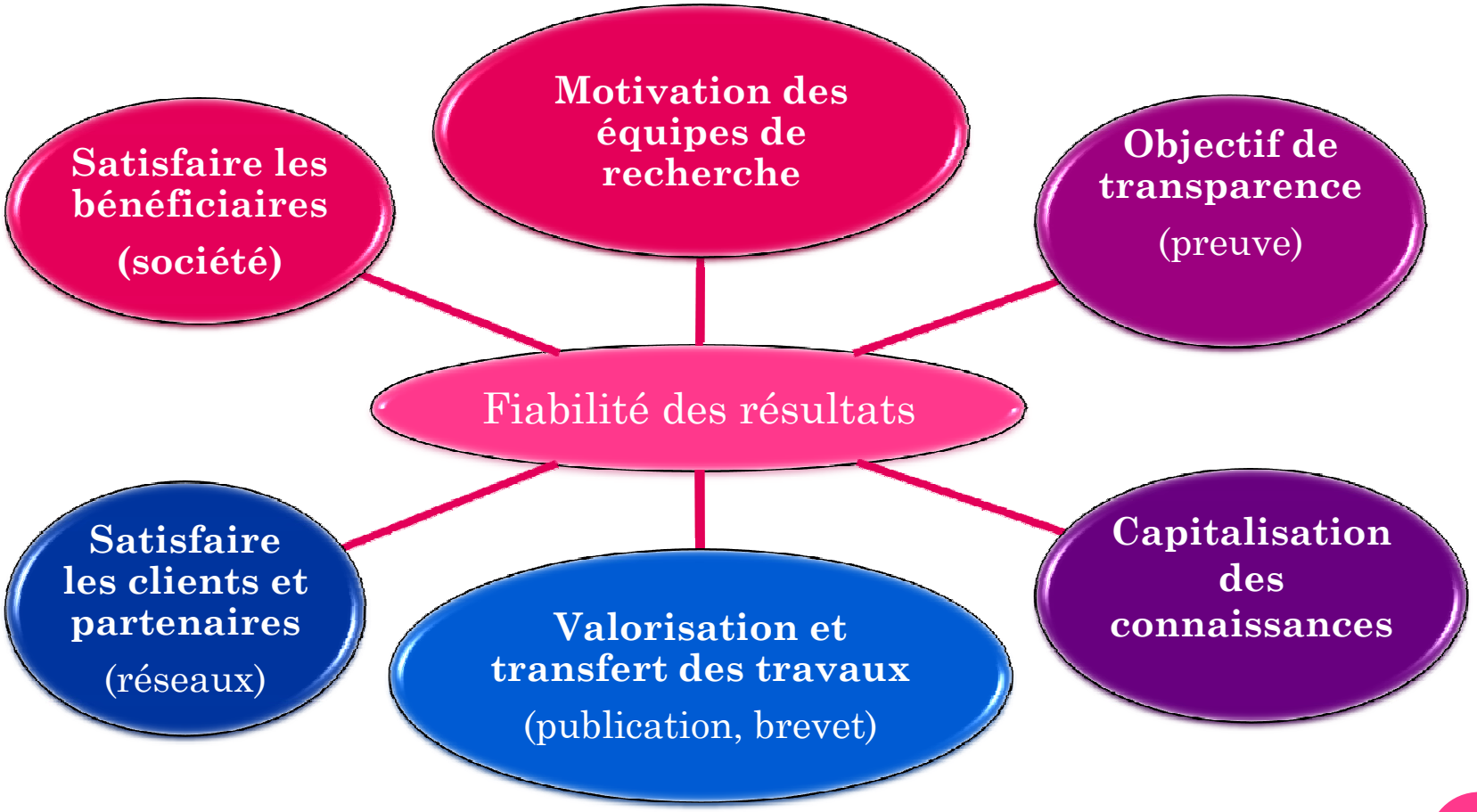


Figure 1 — Modèle de système de management de la mesure

POURQUOI LA MÉTROLOGIE DANS LE LABORATOIRE?

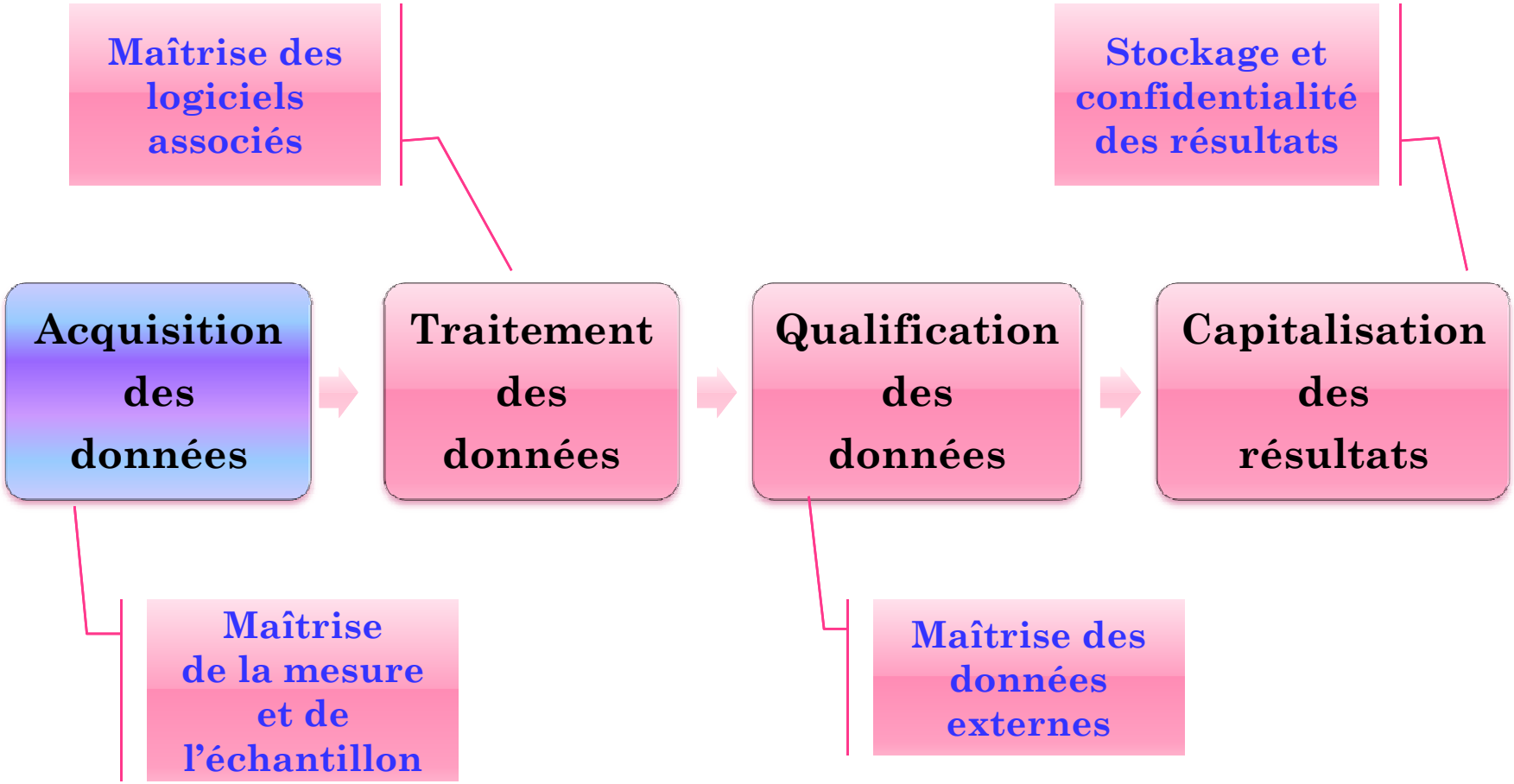
☞ La fiabilité des résultats…



☞ …. un enjeu fort pour le laboratoire

QUAND LA MÉTROLOGIE?

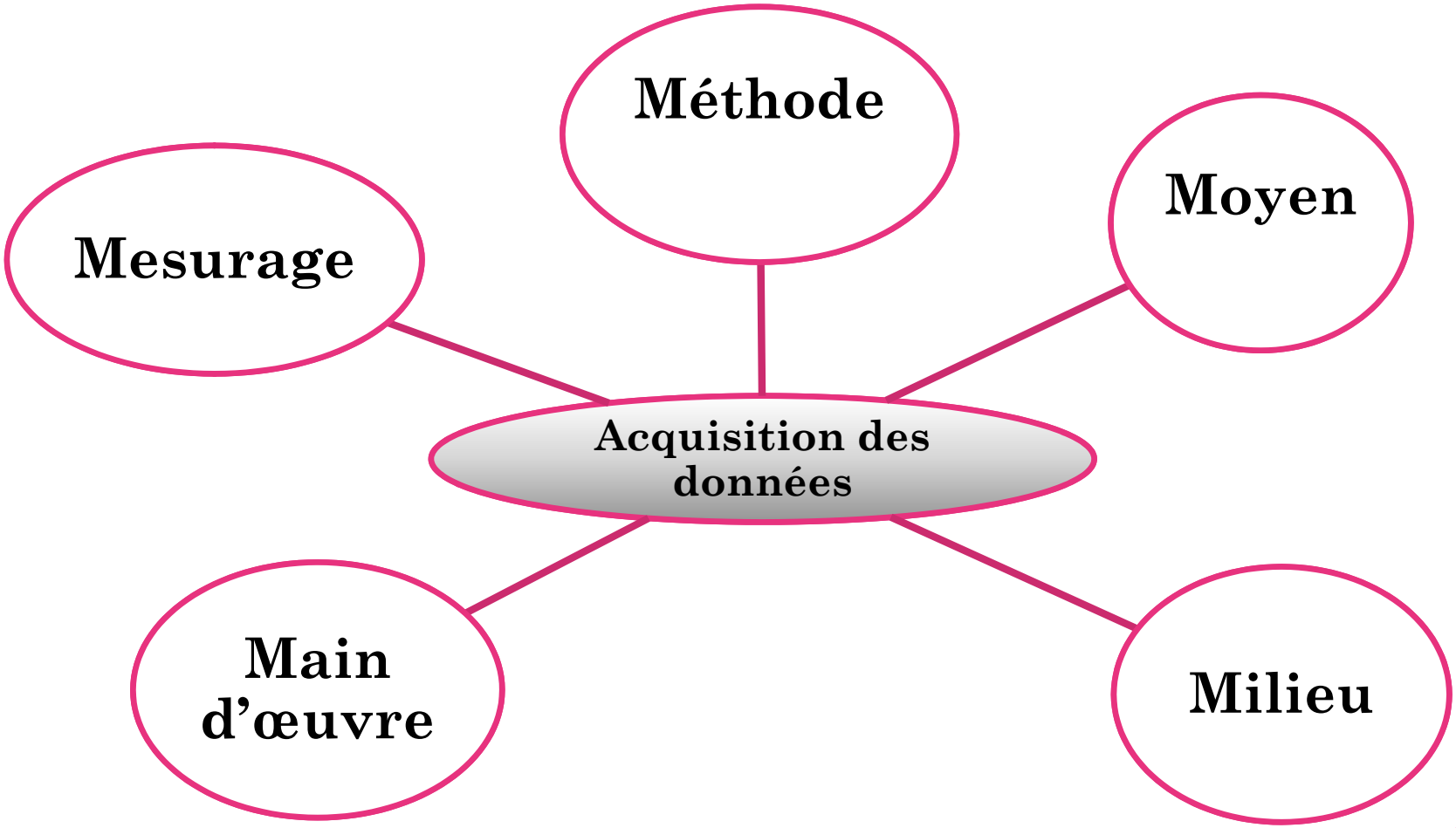
☞ **Assurer la fiabilité des résultats…**



☞ **…. tout au long du processus**

COMMENT LA MÉTROLOGIE?

☞ **Maîtriser l'acquisition des données,…**



☞ **…. c'est maîtriser les 5M**

LES CINQ M: MESURE

- Définition du VIM (2008)

Mesurande : « Grandeur que l'on veut mesurer ».

Mesurage : « Processus consistant à obtenir expérimentalement une ou plusieurs valeurs que l'on peut raisonnablement attribuer à une grandeur ».

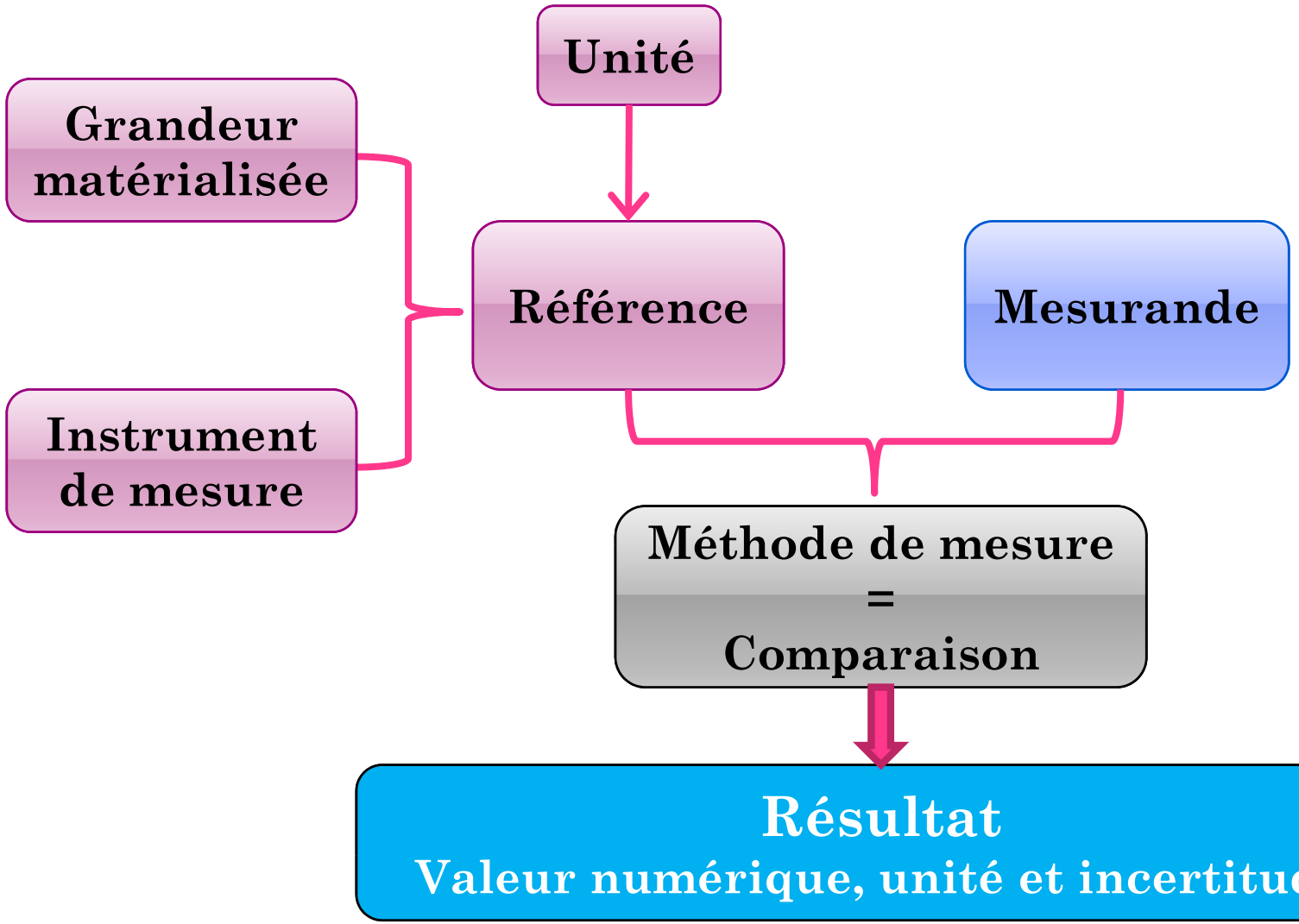
- Il est courant de dire que "***Mesurer, c'est comparer***" une grandeur inconnue à une référence dont la traçabilité est établie.

Étalon Connu

Mesurande À connaître

LES CINQ M: MESURE

Processus de mesurage:



LES CINQ M: MÉTHODE, MILIEU

Méthodes normalisées

- Valider les méthodes et enregistrer les résultats de la validation.
- Rédiger, diffuser les modes opératoires (mise en œuvre de la mesure, nombre de mesures, application de corrections, durée …).

Milieu

- Maîtriser les facteurs d'ambiance (température, humidité, etc) influant sur la qualité des résultats.
- Fixer des exigences si nécessaires, mesurer les paramètres et respecter les tolérances.
- Maîtriser la qualité des locaux et leur maintenance.
- Confidentialité, sûreté, contrôle d'accès.

LES CINQ M: MAIN D'ŒUVRE

- Définition des missions, des responsabilités des intervenants ayant un impact sur la qualité des résultats.
- Qualification des intervenants : formation, compétences, pratique …
- Sélection de sous traitants fiables (critères, liste…).
- Nommer un responsable métrologie.

LES CINQ M: MOYEN

- Identification des équipements critiques (unique, invariable).
- Etablir des fiches de vies des équipements critiques (carte d'identité et de santé du matériel).
- Choix de périodicité des raccordements, étalonnage, vérification des équipements critiques.
- Réglage et ajustage si nécessaire.
- Suivi métrologique : exploitation et archivage des résultats d'étalonnage et des rapports de vérification.

LES CINQ M: MOYEN

- Gestion des étalons
  - Etalon de référence conçu pour l'étalonnage d'autres étalons de même nature.
  - Etalon de transfert établi par l'intermédiaire d'un étalonnage par rapport à un étalon de référence de même nature.
  - Etalon de travail utilisé couramment pour étalonner et contrôler des instruments ou des systèmes de mesure.
  - La fréquence d'utilisation d'un étalon est fonction de sa place dans la hiérarchie d'étalonnage.
  - Le stockage des étalons doit être dans un lieu où les variations climatiques sont réduites.
  - La manipulation des étalons doit être faite par du personnel qualifié.

FINALITÉ DE LA MÉTROLOGIE

- Prendre les **BONNES** décisions, basées sur des mesures **EXACTES** ayant un niveau de confiance **BIEN DETERMINE.**

- Etre conscient du risque couru lors de l'expression d'un résultat de mesure et donc sur la décision qui en découle.

- Permet de gagner de l'argent en évitant d'en perdre.

LA FONCTION MÉTROLOGIE

- Le nombre et la complexité des instruments utilisés par le laboratoire sont tels qu'il est souhaitable d'individualiser la fonction métrologie.

- selon la norme NF EN ISO 10 012, « …a la responsabilité administrative et technique de définir et mettre en œuvre le système de management de la mesure. »

NF EN ISO 10 012

- Les responsabilités de cette fonction doivent être définies, les ressources nécessaires assurées, son indépendance vis-à-vis des sollicitations diverses préservée.

LA FONCTION MÉTROLOGIE

- Le responsable assurance qualité s'assure de la maintenance et du bon fonctionnement des instruments, il sera donc le plus souvent désigné par la direction du laboratoire comme responsable de la fonction métrologie

- : ses qualités, ses multiples tâches, la mise en place de la fonction métrologie, la maîtrise générale des processus de mesure.

- La direction du laboratoire peut également désigner des techniciens référents, spécialement formés, responsables de tel ou tel instrument.

LA FONCTION MÉTROLOGIE

Organisation et responsabilités

Responsable métrologie + Correspondant

- Définit l'organisation
- Coordonne les investissements
- Gère les étalons
- Étalonne/vérifie/gère (ou supervise) les moyens communs

Responsable matériels

- Organise les interventions sur des matériels définis
  - Étalonnage/vérification
  - maintenance
- Gère les dossiers correspondants

LA FONCTION MÉTROLOGIE

Gestion: Dossier Matériels

Suivi et coordination

- Inventaire
- Programmes d'intervention
- Fiches de vie

Enregistrements

- Certificats d'étalonnage/ Constats de vérification
- Enregistrements contrôle interne
- Fiches de maintenance
- Suivi des dérives

Documents pour l'utilisation

- Documentation fournisseurs/Notices d'utilisation
- Procédure d'étalonnage/ Vérification
- Spécifications d'étalonnage/ Vérification
- Instructions/ check List de maintenance

LA MÉTROLOGIE PRATIQUE

Processus d'acquisition / réception d'un nouveau matériel

Besoins

- Performances / classe de précision
- Homogénéité du parc
- Documentation
- Assistance technique (installation, maintenance)

→ **Cahier des charges avec conditions de réception**

Réception

- Conformité
- Identification
- Enregistrement inventaire
- Dossier
- Etalonnage / Vérification

→ **Mise en service**

La métrologie à la réception d'un nouveau matériel

Chaque appareil de mesure ou équipement de façon générale est reçu suite à:

- Vérification de la conformité à la commande.
- Vérification de l'existence de certificat d'étalonnage.
- Vérification du bon fonctionnement général (contrôle de mise en service, fiche de réception).
- L'enregistrement et le marquage de son numéro d'identification (codification interne)
- Définition de la périodicité d'étalonnage qui sera portée sur **le planning de métrologie**
- Une fois que le matériel est réputé conforme, il faut effectuer une vérification de réception.
- Établissement d' une fiche de vie qui définit les informations qui caractérisent le matériel ainsi que les différents interventions qu'il va subir.

Planning métrologie

- C'est un planning ou doit figurer les appareils de mesure et les équipements intermédiaires contenus dans les méthodes de la portée d'accréditation.

- Donne un aperçu sur:
  - l'identification du matériel (code),
  - les intervenants (opérateurs),
  - les fréquences (hebdomadaires),
  - les dates des prochaines opérations
  - les documents instruits (formulaires et certificats)

Planning métrologie

Équipement	Matricule ou Code	Étalonnage ou Vérification	Opérateur / Fréquences	Date du prochain étalonnage	Document instruit
Balances: METTLER	*****	Contrôle en service Par des masses étalons de travail de 20 et 50g	Correspondant métrologie une fois par semaine	-	*****

LA MÉTROLOGIE PRATIQUE

Métrologie des masses et pesage

Applications : Instruments de pesage

Destination d'utilisation:

Instrument de mesure servant à déterminer la masse d'un corps en utilisant l'action de la pesanteur sur ce corps.

Classification (suivant l'exactitude):

- Précision spéciale I
- Précision fine II
- Précision moyenne III
- Précision ordinaire IIII

Applications : Instruments de pesage

Classification

Mode de fonctionnement:

- Instruments à fonctionnement non automatique
- Instruments à fonctionnement automatique

Processus permettant d'obtenir l'équilibre:

- Instruments à équilibre automatique
- Instruments à équilibre non automatique
- Instruments à équilibre semi automatique

Applications : Instruments de pesage

Caractéristiques:

- **e** : Échelon de vérification (Valeur exprimée en unités de masse utilisée pour la vérification d'un instrument).

  Il peut être e=d ou e=10d (d = résolution de la balance)

- **d** : Échelon réel (Valeur exprimée en unités de masse de la différence entre deux indications consécutives).

- **Portée maximale:** Charge maximale que peut supporter la balance compte tenu de la capacité additive de tare.

- **Portée minimale:** Valeur de la charge en dessous de laquelle les pesées peuvent être entachées d'une erreur relative trop importante.

- **Étendue maximale:** Différence entre la valeur maximale et la valeur minimale.

Applications : Instruments de pesage

Caractéristiques

Classe de précision	Echelon de vérification	Nombre d'échelon de vérification n = MAX/e		Portée minimale (limite inférieure
		Minimum	Maximum	
Spéciale I	0.001g ≤ e	50 000	-	100 e
Fine II	0.001g≤ e ≤ 0.05g	100	100 000	20 e
	0.1g ≤ e	5 000	100 000	50 e
Moyenne III	0.1≤ e≤2g	100	10 000	20 e
	5g ≤ e	500	10 000	20 e
Ordinaire IV	5g ≤ e	100	1 000	10 e

Applications : Instruments de pesage

Les types d'intervention:

- **Contrôle en service:**
  par des masses étalons de travail (une fois par semaine) ;

- **Étalonnage**
  par des masses étalon de référence (une fois par an);

- **Vérification**
  suite à une nouvelle acquisition ou après réparation par les masses étalons de référence (une fois par an);

Applications : Instruments de pesage

Vérification périodique ou contrôle en service:

Après la vérification initiale et entre deux étalonnage successifs, il est effectué une vérification périodique appelée « contrôle en service ».

- Périodicité: une fois par semaine
- Masses utilisés: 20 et 50g
- Responsable: correspondant métrologie

Étalonnage/Vérification:

Les opérations suivantes doivent être respectés :

- Nettoyage des plateaux
- Examens visuels et tactiles, contrôle aspect et tenue des éléments.
- Vérification de l'état de fonctionnement de l'appareil.
- Mise en chauffe.
- S'assurer à l'aide du niveau à bulle de l'horizontalité de la balance.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Opérations préliminaires :

Renseigner la page de garde du constat de vérification en relevant de la plaque signalétique du constructeur les éléments suivants :

- Marque de l'instrument
- Type de l'instrument
- N° de série de l'instrument
- Et éventuellement le n° d'identification de l'instrument en interne.

Relevée des caractéristiques métrologiques

- Portée maximale: Max
- Échelon réel: d
- Échelon de vérification : e
- Classe de précision : Spéciale (I), Fine (II), Moyenne (III), Ordinaire (IIII)

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Choix des tunnels

- Avant de commencer les essais, il faut tracer le tunnel des erreurs à partir des valeurs déjà relevées (Max, e et classe de précision)
- Les tunnels de la balance sont déterminés à partir des données suivantes du tableau ci-dessous: Classe de la balance (I, II, III et IV)

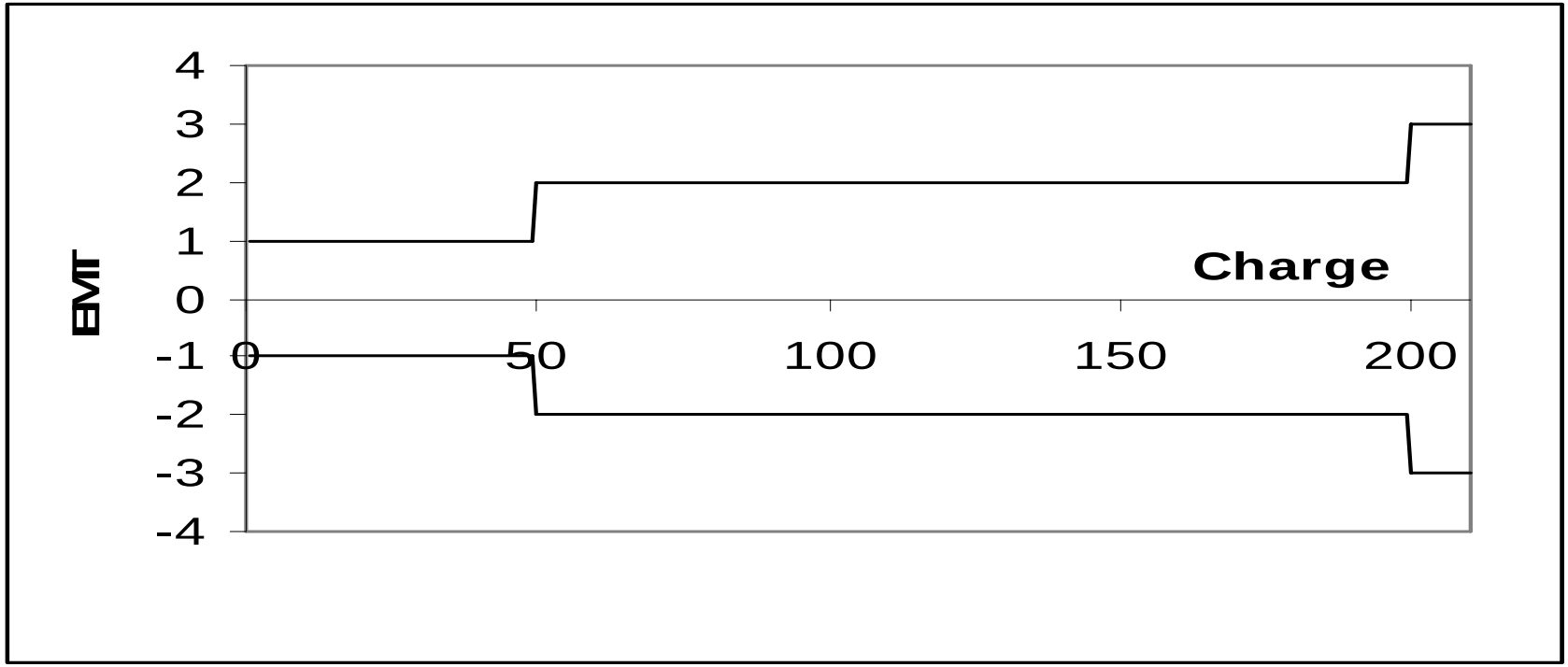
Tolérance de la balance	Masses exprimées en échelon de vérification e			
	Classe I	Classe II	Classe III	Classe IV
± 1e	0<m≤50 000 e	0 <m≤ 5 000 e	0 < m ≤ 500 e	0 <m≤ 50 e
± 2e	50 000 e <m≤ 200 000 e	5 000 e <m≤ 20 000 e	500 e <m≤ 2 000 e	50 e <m≤ 200 e
± 3e	200 000 e ≤ m	20 000 e <m≤ 100 000 e	2 000 e <m ≤10 000 e	200 e <m≤ 1 000 e

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Cas d'une balance de classe spéciale :

- Classe de précision: **I**
- Résolution (**d**): **0.1 mg**

Echelon de vérification (**e**): **1 mg**
Portée max: **210 g**

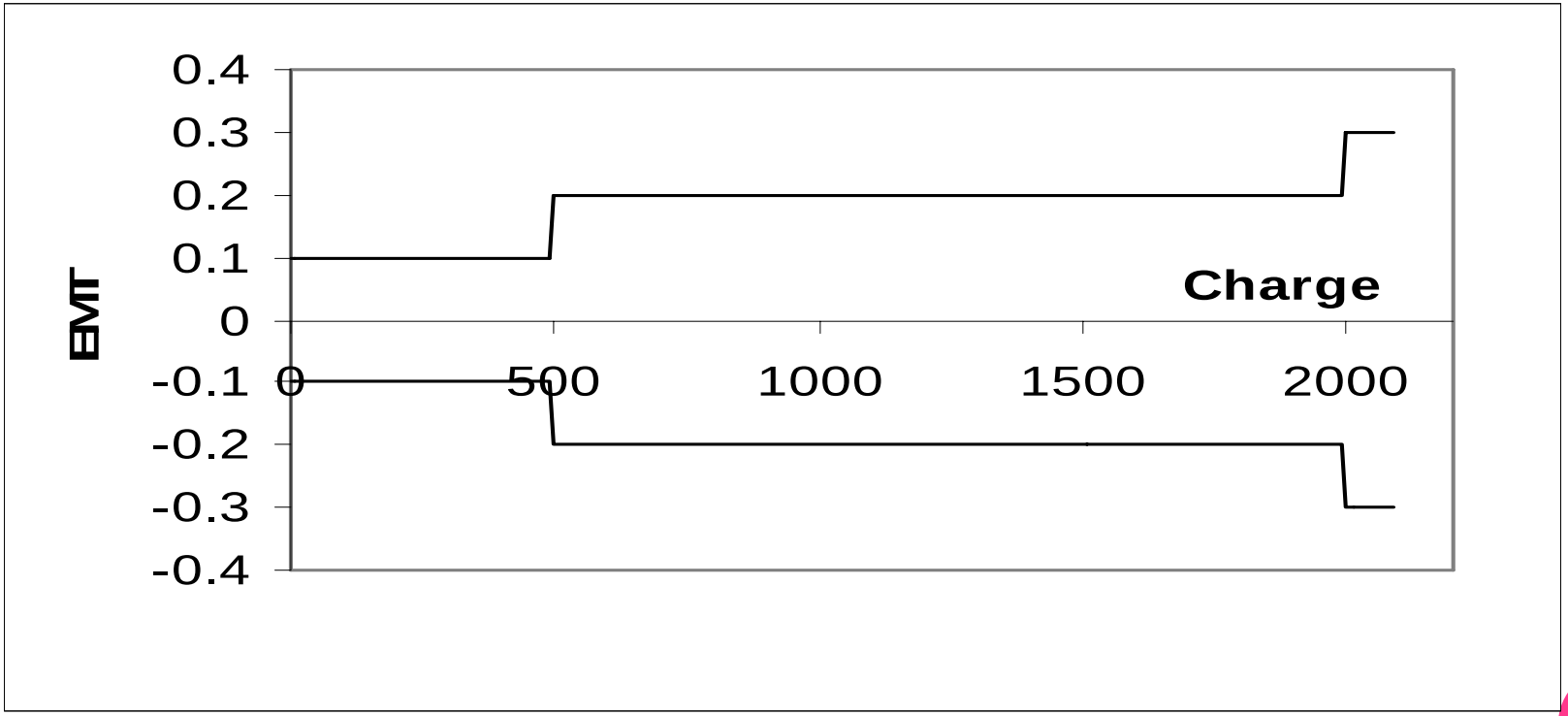


Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Cas d'une balance de classe fine :

- Classe de précision: **II**
- Résolution (**d**): **0.01 g**

Echelon de vérification (**e**): **0.1 g**
Portée max: **2100 g**



Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Programme d'étalonnage et vérification :

Justesse :

On choisit au moins 5 valeurs de charges différentes correspondantes aux : Pmin – 1/5 Pmax – 2/5 Pmax – 3/5 Pmax- 4/5 Pmax et Pmax.

Fidélité :

Elle est déterminée par 10 pesées répétées en 3 points:

Au minimum, au milieu et au maximum de la plage d'étalonnage.

Excentration :

On effectue 5 mesures d'une même charge, chaque mesure est distincte par la position des masses sur le plateau récepteur de charges.

Cette vérification est effectuée avec une charge égale à la limite supérieure du premier tunnel des erreurs.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Programme d'étalonnage et vérification :

Influence du temps :

Cette vérification est réservée aux instruments de classe de précision fine ou spéciale lors de l'étalonnage de réception (étalonnage initial ou suite à une réparation).

Une charge correspondante à la portée maximale de l'instrument est posée relativement centrée sur le récepteur de charge, puis relevé des indications constatées aux temps 0, 1, 3, 7, 15, 30, 60 et 120 minutes.

Influence du zéro :

A charge nulle, le zéro étant bien réglé et la tare, lorsqu'elle existe, est bien actionnée, on pose sur le plateau, une charge égale à la portée maximale puis on enlève la charge et on relève l'indication de la balance puis on repose la même charge (sans actionner le dispositif de tare) et on la maintient pendant ½ heure sur l'instrument puis on relève l'indication du zéro après l'enlèvement de cette charge.

Cette vérification est réservée aux instruments de classe de précision fine ou spéciale lors de l'étalonnage de réception.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Erreurs maximales tolérées sur la balance :

Justesse :

Les erreurs maximales tolérées lors des vérifications de réception exprimées en échelons de vérification en fonction des portées maximales exprimées aussi en nombre d'échelon de vérification sont données dans le tableau précédent. Tableau

Les erreurs maximales tolérées lors des vérifications périodiques sont le double des erreurs maximales tolérées lors des vérifications de réception.

Fidélité :

Pour les balances de classe de précision spéciale et fine, l'écart moyen quadratique (écart type) entre les résultats obtenus au cours de plusieurs pesées d'une même charge ne doit pas être supérieur au tiers de la valeur absolue de l'erreur maximale tolérée sur la balance à cette charge.

Pour les balances de classe de précision moyenne et ordinaire, l'écart moyen entre les résultats obtenus au cours de plusieurs pesées d'une même charge ne doit pas être supérieur à la valeur absolue de l'erreur maximale tolérée sur la balance à cette charge.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Erreurs maximales tolérées sur la balance :

Excentration :

L'écart entre deux résultats obtenus pour une même charge en modifiant son point d'application ne peut excéder la valeur absolue de l'erreur maximale tolérée sur la balance à cette charge.

Le retour à zéro :

L'écart de retour à zéro immédiatement après l'enlèvement d'une charge ayant été maintenue une demi-heure sur une balance ne peut excéder un demi échelon de vérification.

Influence du temps :

Pour une même charge maintenue sur la balance, l'écart entre l'indication obtenue au moment du dépôt de la charge et l'indication 1, 3, 7, 15, 30, 60 et 120mn plus tard ne peut excéder la valeur absolue de l'erreur maximale tolérée à la charge appliquée.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

Les résultats sont exprimés au moyen d'un certificat d'étalonnage incluant la vérification ou uniquement un constat de vérification:

RESULTATS DE L'ETALONNAGE DE LA BALANCE :

Date de l'étalonnage :

Etalonné et vérifié par :

Température au voisinage de l'instrument : ……°C

Lieu d'étalonnage :

Vérification : ☐ initiale ☐ après réparation ☐ périodique

Réglage de l'instrument :

Toute modification en cours de l'exploitation entraîne l'annulation du présent certificat

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

I- JUSTESSE:

La justesse est déterminée en cinq valeurs de charges réparties sur l'étendue de mesure de l'instrument

Pesée	Tunnel des erreurs (en ±)	Valeur étalon			Valeur lue (en g) (2)	Écart (2) – (1) (en g)
		Nominale (en g)	Conventionnelle (en g) (1)	Incertitude (en mg)		

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

II- REPETABILITE:

La répétabilité est l'estimation des caractéristiques de fidélité de l'instrument. Elle est déterminée par 10 pesées en trois points (au minimum, au milieu et au maximum de la plage d'étalonnage).

Valeur étalon (en g)		Valeurs lues sur l'instrument (en g)					Valeur moyenne (en g)	Écart type (en g)
Nominale	Conventionnelle							

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

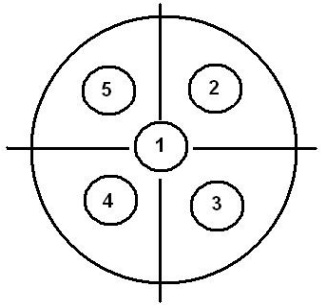
Présentation des résultats:

III- INFLUENCE DU POINT D'APPLICATION:

Cinq mesures d'une même charge sont réalisés mais distinct par la position de la mesure sue le plateau récepteur de charge.

Charge appliquée: ……g Ecart maximal toléré :……

Indications (en g)					Étendue Max (en g)
1	2	3	4	5	



Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

IV- ECART DE RETOUR A ZERO:

L'essai consiste à déterminer l'écart de retour à zéro immédiatement après l'enlèvement d'une charge ayant été maintenue une demi heure sur l'instrument.

Charge appliquée: .....g Ecart maximal toléré :.....

Précharge:.....g

Indications Zéro (en g)		Écart (en g)
Initiale	Après 30 mn	

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

V- INFLUENCE DU TEMPS:

L'essai consiste à relever l'indication de l'instrument à différents instants pour une charge maintenue sur le plateau récepteur de la balance.

Charge appliquée: .....g Ecart maximal toléré :.....

Temps (en mn)	0	1	3	7	15	30	60	120
Indications (en g)								
Écarts (en g)								

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Présentation des résultats:

VI- CONCLUSION DE LA VERIFICATION:

Test	Conclusion
Essai de justesse	
Essai de fidélité	
Essai d'excentration	
Essai de retour à zéro	
Essai d'influence du temps	
Balance	☐ Conforme
	☐ Non Conforme

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Calcul d'incertitude de la balance:

Incertitudes élémentaires prises en compte :

- **A_0 Fidélité :**

L'erreur de fidélité est estimée par l'écart type calculé dans les conditions de répétabilité.

- **B_0 Référence :**

Il s'agit de l'incertitude relative au raccordement des masses étalons de référence du laboratoire. L'incertitude prise en compte est la valeur maximale divisée par 2 puis par 3 des incertitudes correspondant à chaque pallier de charge.

- **B_1 Dérive entre deux raccordements :**

Il s'agit de l'incertitude relative à la dérive entre 2 raccordements successifs.

L'incertitude prise en compte est la valeur maximale des deux derniers certificats divisée par 2 puis par 3 des incertitudes correspondant à chaque pallier de charge.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Calcul d'incertitude de la balance:

B_2 Lecture :

La valeur de l'erreur de lecture est fonction de la résolution (r) exprimée en unité de force elle intervient deux fois, à charge nulle et à charge d'étalonnage.

La composante de l'incertitude correspondante est supposée avoir une distribution rectangulaire (notion d'arrondissage) et ainsi son estimateur est donné par la relation

$$U_i = 0.5*r*\sqrt{2/3}.$$

Incertitude élargie:

L'incertitude composée de la balance est la racine carrée de la somme quadratique des incertitudes élémentaires.

L'incertitude élargie à deux σ est le double de l'incertitude composée.

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Feuille de calcul d'incertitude de la balance:

Origine de l'incertitude	Données de l'incertitude	U_j
A_0 = Fidélité	Ecart-type max : σ =	$U_r = 1/3(\sigma_{max}/\sqrt{n}) =$
	Nombre d'essais : n =	
B_0 = Référence	Incertitude maximale dans le certificat U =	Ue = (U')/3 =
	U' = U/2 =	
B1 = Dérive entre deux étalonnages	Différence maximale : D=	U_d = D'/3
	D' = D/2 =	
B2 = Lecture	Résolution r =	$U_i = 0{,}5*r*\sqrt{2}/3 =$
		S =

$$Avec\ ,S = \sqrt{(U_r^2 + U_e^2 + U_d^2 + U_i^2)}$$

Instruments de pesage: Procédure de Vérification

Feuille de calcul d'incertitude de la balance:

Origine de l'incertitude	Données de l'incertitude	U_j
A_0 = Fidélité	Ecart-type max : σ =	$U_r = 1/3(\sigma_{max}/\sqrt{n}) =$
	Nombre d'essais : n =	
B_0 = Référence	Incertitude maximale dans le certificat U =	Ue = (U')/3 =
	U' = U/2 =	
B1 = Dérive entre deux étalonnages	Différence maximale : D=	U_d = D'/3
	D' = D/2 =	
B2 = Lecture	Résolution r =	$U_i = 0{,}5*r*\sqrt{2}/3 =$
		S =

$$\textit{Avec}\ ,\ S = \sqrt{(U_r^2 + U_e^2 + U_d^2 + U_i^2)}$$

Incertitude élargie (à 2 σ) d'étalonnage de l'instrument:

$$S = 2\sqrt{(U_r^2 + U_e^2 + U_d^2 + U_i^2)}$$

Applications : Masses étalons

Destination d'utilisation:

- Étalonnage et/ou vérification des instruments de pesage
- Étalonnage et/ou vérification des poids ou masses de classe d'exactitude inférieure

Prescription métrologique:

- Les poids sont caractérisés par leur masse conventionnelle
- Les poids sont répartis en sept classes: E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3 suivant leur degré de précision.

Pour les poids couramment utilisés, la différence maximale tolérée entre la masse nominale et la masse conventionnelle est égale aux valeurs indiquées au tableau suivant:

Applications : Masses étalons

Valeur nominale	EMT (mg)						
	E1	E2	F1	F2	M1	M2	M3
2kg	1.0	3.0	10	30	100	300	1000
1kg	0.5	1.5	5	15	50	150	500
500g	0.25	0.75	2.5	7.5	25	75	250
200g	0.10	0.30	1.0	3.0	10	30	100
100g	0.05	0.15	0.5	1.5	5	15	50
50g	0.030	0.10	0.30	1.0	3.0	10	30
20g	0.025	0.080	0.25	0.8	2.5	8	25
10g	0.020	0.060	0.20	0.6	2	6	20
5g	0.015	0.050	0.15	0.5	1.5	5	15
2g	0.012	0.040	0.12	0.4	1.2	4	12
1g	0.010	0.030	0.10	0.3	1.0	3	10

Applications : Masses étalons

Caractéristiques physiques:

CLASSE	VALEURS NOMINALES	FORME
E2 à M1	➢ 1-10 et 100mg ➢ 2-20 et 200mg ➢ 5-50 et 500mg	✓ Lamelle ou fil triangle ✓ Lamelle ou fil carré ✓ Lamelle ou fil pentagone
E2 à M2	➢ 1g à 10kg	✓ Cylindre avec bouton de préhension
E2 à F2	➢ 20kg à 50kg	✓ Libre
M1 à M2	➢ 20kg à 50kg	✓ Parallélépipède à poignée non saillante
M3	➢ 50g à 10kg	✓ Tronc de pyramide à base hexagone avec anneau de levage
	➢ 20kg à 50kg	✓ Tronc pyramide à base rectangle

Applications : Masses étalons

Caractéristiques physiques:

CLASSE	NATURE MATERIAUX
E1-E2	Acier inox amagnétique
F1-F2	Acier inox
M1-M2-M3	Fonte ou laiton pour M2

CLASSE	TYPE DE MARQUAGE
E1-E2	Pas de marquage
F1	Valeur nominale
F2	Valeur nominale suivie de la lettre F
M1	Valeur nominale et symbole + lettre M1 ou M
M2	Valeur nominale et symbole + lettre M2
M3	Valeur nominale et symbole

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

Méthode BORDA:

La méthode utilisée est **la double pesée de BORDA** qui consiste à comparer la masse à étalonner à un étalon de référence raccordé à une chaîne internationale, par substitution.

Chaque détermination consiste à effectuer successivement les opérations suivantes :

1ère pesée de l'étalon de référence = e_1

1ère pesée de la masse de travail = m_1

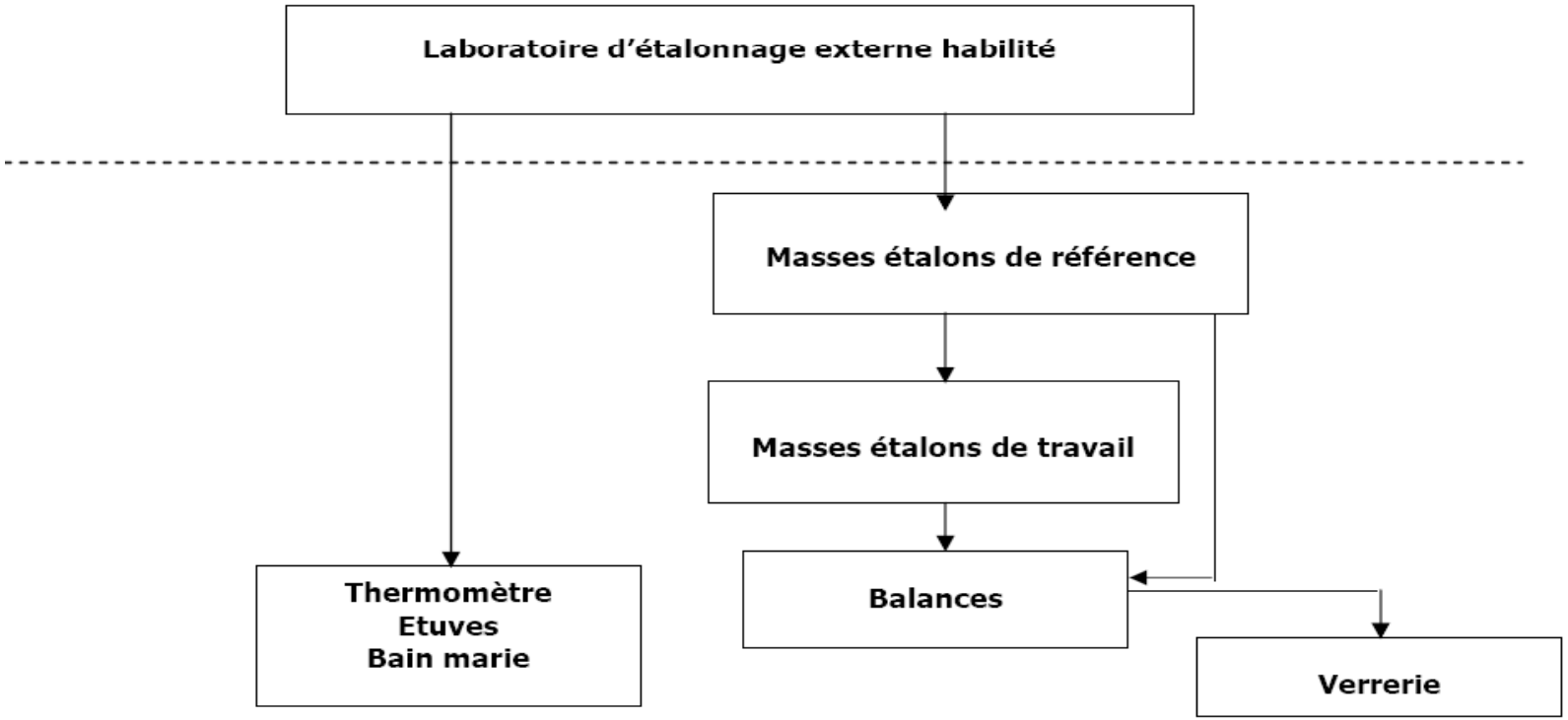
2ème pesée de la masse de travail = m_2

2ème pesée de l'étalon de référence = e_2

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Raccordement :**



Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Détermination de la masse conventionnelle**

Ce mode opératoire permet d'obtenir une seule détermination :

$$X = (½)[(m_1 - e_1) + (m_2 - e_2)]$$

En renouvelant 6 fois cette opération, on obtient 6 déterminations de x dont la moyenne est X

La masse conventionnelle M_c est déterminée par : $M_c = E_c + X$

Où: M_c= Masse conventionnelle de la masse à étalonner ;

E_c = Masse conventionnelle de l'étalon ;

X = moyenne des écarts X obtenus à partir des 6 déterminations.

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Incertitudes élémentaires prises en compte:**

- **A_0 Répetabilité :**

- Pour les poids des classes E2 et F1 :

Il s'agit de l'erreur de répétabilité déterminée pour chaque valeur nominale des masses par :

$$U_a = \sigma/\sqrt{n}$$

Avec σ est l'écart type de la moyenne des différences et n le nombre des différences.

Si n < 10, U_a doit être multiplié par le facteur tr:

n	2	3	4	5	6	7	8	9
tr	7.0	2.3	1.7	1.4	1.3	1.3	1.2	1.2

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Incertitudes élémentaires prises en compte:**

- **A_0 Répetabilité :**

- Pour les poids de classe F2 et inférieures :

L'incertitude prise en compte est: $U_w = a_w/\sqrt{3}$

Où: a_w est une estimation de la variation maximale égale à la plus grande des valeurs suivantes :

* La moitié de la largeur de la variation observée ou

* L'échelon d de la balance utilisée.

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Incertitudes élémentaires prises en compte:**

- **B_0 Référence:**

C'est l'incertitude sur les masses étalons déterminée dans les certificats d'étalonnage fournis.

C'est l'incertitude de la masse utilisée divisée par deux:

$$U_{b0} = U \text{ masse} / 2$$

- **B_1 Dérive entre deux étalonnages successifs :**

L'incertitude correspondante est déduite de l'observation des résultats de deux étalonnages successifs. Elle est égale à la différence des deux valeurs trouvées divisée par deux.

Applications : Masses étalons

Méthode d'étalonnage des masses:

- **Incertitudes élémentaires prises en compte:**

- **B_2 Lecture :**

L'erreur de lecture intervient deux fois à zéro et à la pesée.

L'incertitude correspondante est supposée avoir une distribution rectangulaire, d'où :

$$U_{b2} = 0.5*r*\sqrt{2/3}$$

r = Résolution de la balance.

- **Calcul de l'incertitude élargie:**

$$U\,\text{élargie} = 2\sqrt{(U_a^2 + U_{b0}^2 + U_{b1}^2 + U_{b2}^2)}$$

Métrologie des Volumes

MÉTROLOGIE DES VOLUMES

Objectif:

Mettre en œuvre les moyens pour réaliser la confirmation métrologique d'instrument volumétriques dont l'utilisation nécessite leur raccordement aux étalons nationaux.

Principe de la méthode:

Il est basé sur la détermination du volume d'eau à une température t_W, soit contenu dans l'instrument, soit délivré par celui-ci, à partir de la connaissance de la masse d'eau mesurée dans des conditions d'environnement définies.

L'objectif est d'apprécier la performance de l'instrument, c'est à dire son aptitude à délivrer ou à contenir un volume le plus proche possible du volume nominal (valeur indiquée par le constructeur sur l'instrument).

MÉTROLOGIE DES VOLUMES

Vocabulaire:

- Verrerie pour contenir (In) : Les lettres **In** indiquent que l'instrument a été construit en vue de contenir la capacité indiquée. Exemple: fioles jaugées

- Verrerie pour délivrer (Ex) : Les lettres **Ex** indiquent que l'instrument a été construit en vue de délivrer la capacité indiquée. Exemple: pipettes, burettes

- Ménisque : Interface entre l'air et le liquide dont le volume est mesuré

- Mouillage : Volume du liquide résiduel subsistant sur les parois du récipient, destinés à délivrer un liquide (Ex)

- Temps d'attente : Temps fixé de façon normative ou par les constructeurs, qu'il est nécessaire d'observer après visualisation de l'arrêt de l'écoulement du fluide. Cela dans le but d'avoir un bon drainage du fluide

- Temps d'écoulement : Temps nécessaire à l'écoulement de la capacité nominale du matériel

- Eau pure : une eau correspondant au niveau de qualité 3, défini par la norme ISO 3696. Cette eau est obtenue par une seule distillation, par désionisation ou par osmose inverse. Les caractéristiques de cette eau seront : pH à 25 °C compris entre 5,0 et 7,5 conductivité à 25 °C au maximum de 0,5 mS/m.

Applications : étalonnage d'un volume

Grandeurs d'influence:

Les grandeurs influant sur le résultat sont les suivantes :

- La masse volumique de l'air connue par la mesure de la température t_A, de la pression atmosphérique p_A et de l'humidité relative h_A
- La masse volumique de l'eau connue par la mesure de la température t_W
- La masse volumique des poids utilisés pour calibrer et vérifier la balance
- Le coefficient de dilatation cubique de la matière de l'instrument à vérifier

Applications : étalonnage d'un volume

Moyens d'étalonnage:

Les moyens utilisés sont vérifiés ou étalonnés pour garantir leur traçabilité et permettre aux résultats d'être raccordés aux étalons nationaux.

- **Balance**
  - La balance utilisée est vérifiée périodiquement.
  - La portée est suffisante pour peser le récipient rempli.
  - Il est recommandé que l'EMT de la balance soit inférieure au quart de l'EMT du volume à étalonner.
  - **Thermomètre (mesure de la température de l'air)**
  - Le thermomètre utilisé est étalonné périodiquement.
  - Sa résolution est inférieure ou égale à 0,1 °C.

Applications : étalonnage d'un volume

Moyens d'étalonnage:

- **Baromètre:** étalonné périodiquement. Sa résolution ≤ 10hPa (10 mbar).
- **Hygromètre:** étalonné périodiquement. Sa résolution est ≤ 5 % HR.
- **Eau:** eau pure au minimum de niveau de qualité «3» obtenue à la suite d'une seule distillation, par désionisation ou par osmose inverse.
- **Récipient:** sera adapté pour limiter les pertes par évaporation (ex : utiliser un couvercle) et aura une capacité supérieure à celle de l'instrument volumétrique.
- **Chronomètre:** La mesure du temps, fournie par le chronomètre utilisé est raccordée à l'horloge parlante.

Applications : étalonnage d'un volume

Détermination de la masse:

La valeur de la masse retenue est le résultat de la différence entre deux mesures, la première à zéro, la seconde à la valeur de la charge déposée sur le plateau.

$$m_i = m_L - m_E$$

où :

- *mi est la masse d'eau pure*
- *mL est la valeur indiquée par la balance (récipient plein)*
- *mE est la valeur indiquée par la balance après tarage (récipient vide)*

Applications : étalonnage d'un volume

Détermination du volume:

La détermination du volume V_{20} correspondant, à la température de référence (20°C), est effectuée en appliquant la formule suivante :

$$V_{20} = \frac{m}{\rho_B} \times \frac{\rho_B - \rho_A}{\rho_W - \rho_A} \times (1 - \gamma \times (t - 20))$$

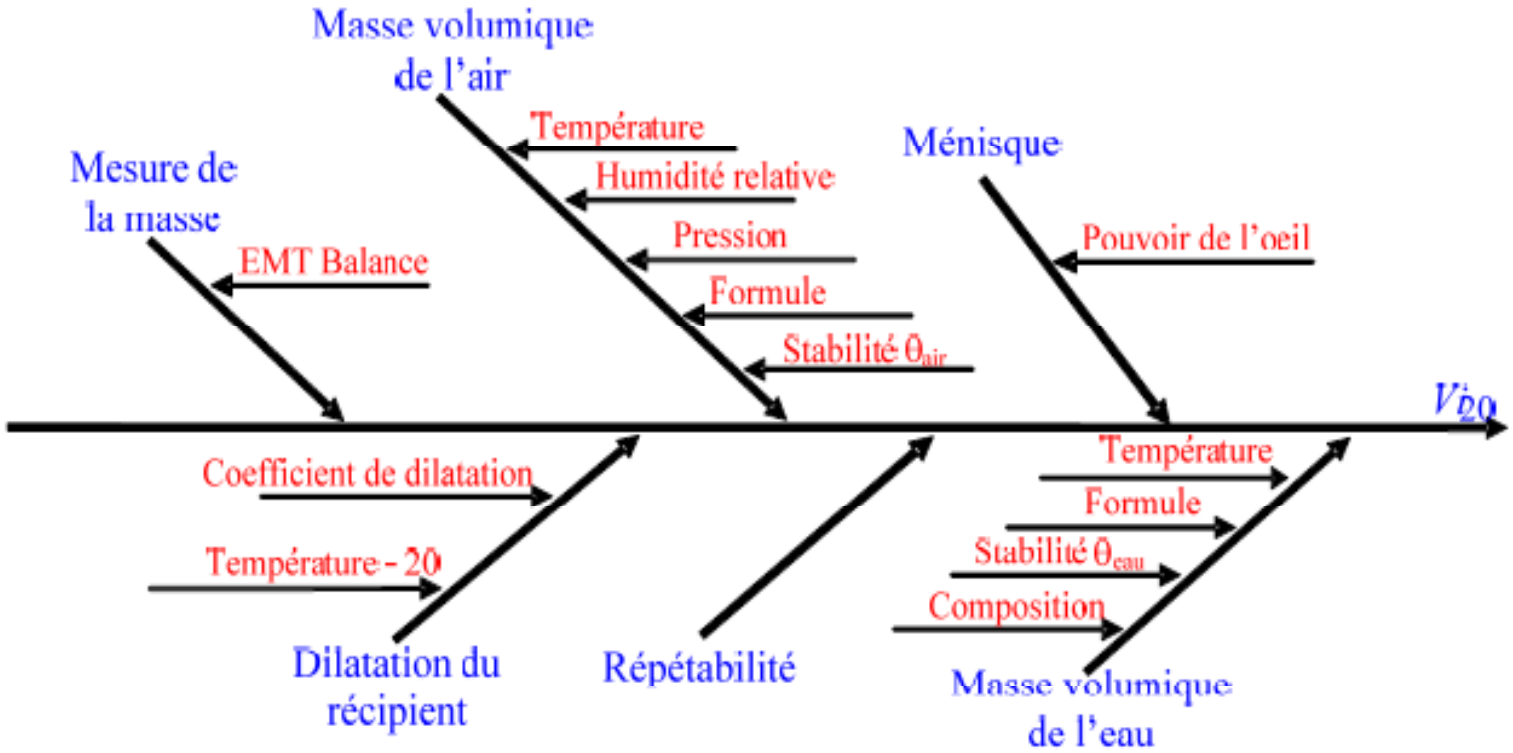
où :

- *m est la masse d'eau pure, en kg ;*
- *ρ_A est la masse volumique de l'air, en kg/m³ ;*
- *ρ_B est la masse volumique des poids de la balance, soit 8000 kg/m³ ;*
- *ρ_W est la masse volumique de l'eau, en kg/m³ ;*
- *γ est le coefficient de dilatation cubique de la matière de l'instrument, en °C^{-1}.*
- *t est la température de l'eau dans le récipient en °C*

Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

L'incertitude du volume V_{20} déterminé à la température de référence 20 °C, est la combinaison des incertitudes de type A et d'incertitudes de type B.



Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

- **Évaluation de l'incertitude type A:**

  - L'écart-type expérimental s de la répétabilité des mesures :

$$s = \sqrt{\frac{\Sigma(V_{i_{20}} - \overline{V}_{20})^2}{n-1}}$$

  - Pour un faible nombre de mesures, la répétabilité peut être estimée à partir de l'étendue W des volumes.

$$W = V_{i_{20max}} - V_{i_{20min}}$$

  - L'incertitude type U_a du volume moyen V_{20} résultant des n mesurages:

$$U_a = \frac{s}{\sqrt{n}} \text{ ou } U_a = \frac{W}{\sqrt{n}}$$

Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

- **Évaluation des incertitudes type B:**

  - **Incertitude type de l'ajustage du ménisque u_l**

L'incertitude type de l'ajustage du ménisque (en m), est liée au pouvoir de lecture de l'œil de l'opérateur. Supposant une distribution rectangulaire:

$$u_l = \frac{0.0001}{\sqrt{3}}$$

  - **Incertitude type de la masse u_m**

L'incertitude type de la masse est calculée à partir de l'EMT de la balance. Supposant une distribution rectangulaire, elle est égale à :

$$u_m = \frac{2 \times EMT}{\sqrt{3}}$$

Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

- **Évaluation des incertitudes type B:**

  - **Incertitude type de la masse volumique de l'eau pure $u_{(\rho W)}$**

ρ_W déterminée selon la formule en fonction de la température t_W .

Les composantes de cette incertitude: l'incertitude sur la formule, sa stabilité, sa composition et l'incertitude sur la température de l'eau t_W (stabilité, mesurages, incertitude et pérennité du thermomètre).

  - **Incertitude type de la correction de poussée de l'air $u_{(\rho A)}$**

ρ_A déterminée à partir de la formule en fonction de la température de l'air t_A, la pression atmosphérique p_A et l'humidité de l'air h_A.

Les composantes de cette incertitude: l'incertitude sur la formule et l'incertitude sur la mesure des paramètres (t_A, p_A et h_A) qui ont leur propre incertitude (mesurages, stabilité ou homogénéité, pérennité des instruments).

Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

- **Évaluation des incertitudes type B:**

  - **Incertitude type du coefficient de dilatation du récipient $u_{(\gamma)}$**

Le coefficient de dilatation du récipient dépend de la matière, donnée par le constructeur ou les normes.

Instruments en verre: une incertitude-type de 10 % près.

Supposant une distribution rectangulaire:

$$u\gamma = \frac{0.1 \times \gamma}{\sqrt{3}}$$

  - **Incertitude-type de la température du récipient $u_{(t)}$**

Égale à la somme quadratique de l'incertitude donnée par le certificat d'étalonnage et la pérennité du thermomètre.

Applications : étalonnage d'un volume

Estimation de l'incertitude:

- **Incertitude-type composée sur le volume V20: $U_{C(V20)}$**

Deux méthodes pour déterminer l'incertitude type composée $u_{c(V20)}$:

Méthode selon GUM:

$$u_c(V_{20}) = \sqrt{c_0^2 \times u_a^2 + c_1^2 \times u_l^2 + c_2^2 \times u_m^2 + c_3^2 \times u^2(\rho_A) + c_4^2 \times u^2(\rho_w) + c_5^2 \times u^2(\gamma) + c_6^2 \times u^2(t)}$$

Méthode selon EURACHEM :

$$u_c(V_{20}) = \sqrt{c_0^2 \times u_a^2 + c_1^2 \times u_l^2 + \sum_j u(y, x_j)^2}$$

- **Incertitude-type élargie:**

La valeur k = 2, est recommandée pour les étalonnages.

$V_{20} \pm U$ (k = 2) avec un niveau de confiance de 95 %.

Métrologie de la température

Applications : Thermomètres

Caractéristique

Température: est une grandeur qui n'est pas directement mesurable, sa mesure est associée à un phénomène, tel que variation de résistance d'un conducteur électrique ou la dilatation fluide.

Unités

Pour mesurer la température, on utilise deux unités :

- le kelvin (K) : T

- le degré Celsius (°C): t

Ces deux unités sont liées par la relation $T = t + 273,15$

Critères

- Homogénéité
- Stabilité

Applications : Thermomètres

Echelle de température

Référence unique désignée par Echelle Internationale de température 1990 (EIT-90).

Définie par des points fixes, en général des points triples (température d'équilibre entre les trois phases: solide, liquide et gazeuse) des corps purs (exp : l'eau).

Appareils de mesure

Il existe 4 types d'instruments utilisés pour la mesure de température :

- Thermomètres à dilatation ;
- Couples thermoélectriques ;
- Thermomètres à résistance ;
- Pyromètres optiques.

Applications : Thermomètres

Etalonnage et vérification

- **Méthode des points fixes**

Utilisée par des laboratoires spécialisés, est réservée aux instruments de référence (étalon de référence).

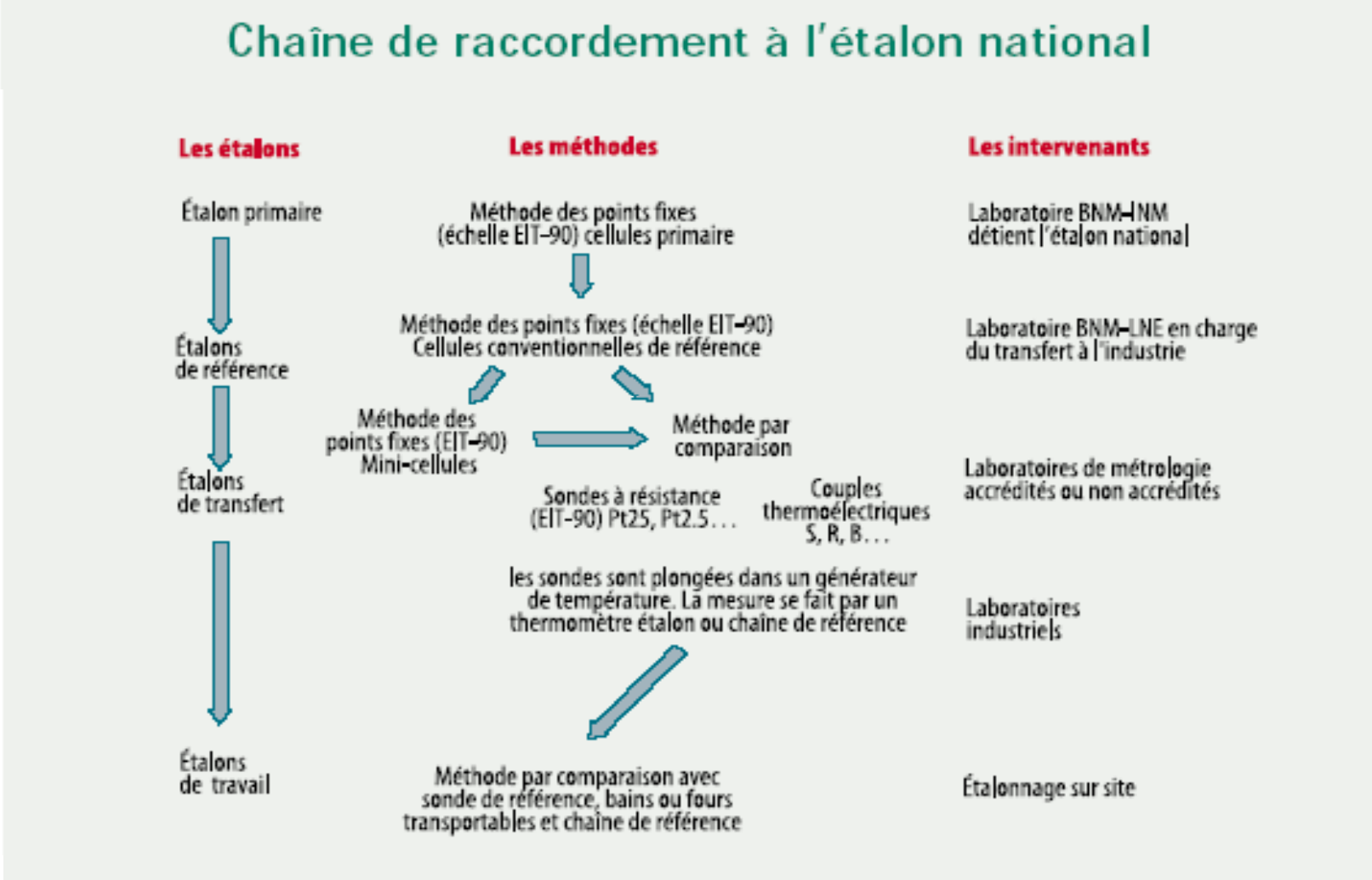
Ces points fixes définis par l'EIT 1990. Ils servent à étalonner les sondes thermométriques étalon, ou thermomètres d'interpolation: essentiellement des thermosondes à résistance de platine (25 à 0°C).

- **Méthode par comparaison**

Couramment utilisée, consiste à comparer les indications données par un étalon de référence à celle des thermomètres à vérifier ou à étalonner.

Ces comparaisons s'effectuent soit dans des bains liquides, soit dans des fours, selon le domaine des températures considéré et l'exactitude nécessaire.

Applications : Thermomètres



Applications : Thermomètres à dilatation

Corrections

- **Détermination de la température de référence corrigée**

$$T_i = A_i + a_i$$

Avec: T_i: la température de référence corrigée,
A_i: la température relevée sur le thermomètre de référence,
a_i: la correction issue directement du certificat d'étalonnage.

- **Détermination de la correction de colonne émergente**

Extraite de la norme FDX 07-021: $C_{ci} = A \cdot H_i \cdot (B_i - q_{ai})$

Avec: B_i : la température lue sur le thermomètre ;
q_{ai}: la température ambiante moyenne ($q_{ai} = [(q_{début} + q_{fin})/2]$);
H_i: la hauteur de la colonne émergeant du liquide en °C ;
A: le coefficient de dilatation cubique du liquide dans le verre (tableau).

Valeurs caractéristiques de A	Liquide
$1,6 \cdot 10\text{-}4$ °C^{-1}	Mercure et alliage mercure-thallium
$10,4 \cdot 10\text{-}4$ °C^{-1}	Éthanol
$10,3 \cdot 10\text{-}4$ °C^{-1}	Toluène
$14,5 \cdot 10\text{-}4$ °C^{-1}	Pentane

Applications : Thermomètres à dilatation

Corrections

- **Détermination des écarts**

Pour chaque série, l'écart X_i est calculé comme suit :

$$X_i = (B_i - T_i) + C_{ci}$$

X_i: l'écart entre température du thermomètre à étalonner et température réelle,
B_i: la température lue sur le thermomètre à étalonner,
T_i: la température de référence corrigée (température réelle),
C_{ci}: la correction de la colonne émergente.

- **Détermination de la moyenne des écarts**

À partir des trois écarts X_i calculés, la moyenne X est :

$$X = (\Sigma X_i)/n \quad \text{avec } n = 3$$

- **Détermination de l'étendue des écarts**

L'étendue des écarts W_{max} est la différence entre le plus grand et le plus petit des trois écarts X_i.

Applications : Thermomètres à dilatation

Corrections

- **Détermination de la moyenne des températures lues sur le thermomètre de travail**

À partir des trois mesures B_i, la moyenne B est déterminée:

$$B = (\Sigma Bi)/n \text{ avec } n = 3.$$

C'est cette valeur qui apparaît dans le certificat d'étalonnage

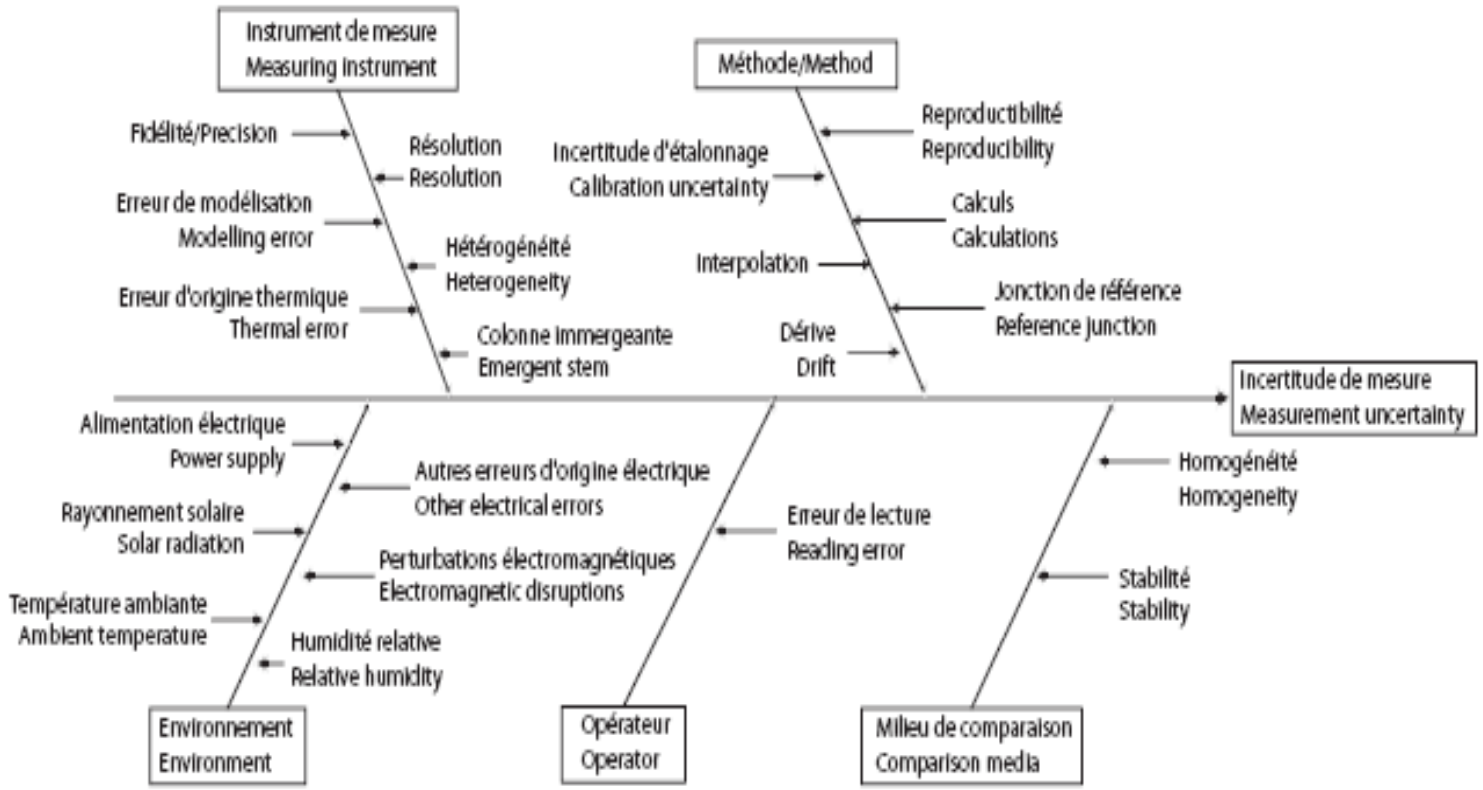
- **Détermination de l'erreur de justesse**

L'erreur de justesse correspond à la moyenne des écarts.

Applications : Thermomètres à dilatation

Estimation de l'incertitude

Diagramme causes - effet



Applications : Thermomètres à dilatation

Estimation de l'incertitude

- **Évaluation de l'incertitude de type A**
  - **Fidélité de l'instrument de mesure : u_t**

Pour chaque point de mesure, on dispose de peu de mesures mais on admet de considérer un effectif d'échantillons dont la taille est définie par l'ensemble des points de température. L'incertitude type due à la fidélité sur toute l'étendue de mesure de l'instrument peut être estimée à partir:

- De la valeur maximale des écarts types calculés aux différents points ;
- De l'étendue maximale (W_{max}) des valeurs lues, en utilisant l'expression:

$$u_t = W_{max}/d_n$$

Avec: $d_n = 2{,}06$ *pour* $n = 4$ *(nombre* de mesures).

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10
d_n	1.13	1.69	2.06	2.33	2.53	2.70	2.85	2.97	3.08

Applications : Thermomètres à dilatation

Estimation de l'incertitude

- **Évaluation de l'incertitude de type B**

  - **Thermomètre étalon de référence : u_{Ce}**

L'incertitude élargie du thermomètre étalon U_e est donné dans son certificat d'étalonnage. L'incertitude type liée au thermomètre étalon:

$$u_{Ce} = U_e/2$$

  - **Pérennité du thermomètre étalon de référence : u_{pe}**

- 1er étalonnage, on prend la valeur u_{pe} égale à l'incertitude type u_{Ce}.

- À long terme, la pérennité correspondra à la plus grande variation de température entre deux étalonnages, sur la base d'au moins trois certificats d'étalonnage :

$$u_{pe} = \Delta R$$

Applications : Thermomètres à dilatation

Estimation de l'incertitude

- **Évaluation de l'incertitude de type B**

  - **Interpolation du thermomètre étalon de référence : u_{int}**

Les résultats figurant sur le certificat d'étalonnage sont donnés pour un nombre de points limité. Si l'étalonnage est fait à une température différente, la valeur de correction est calculée soit par modélisation, soit par interpolation. L'incertitude sur ce calcul u_{int} peut être prise égale à :

$$u_{int} = \max\ [(\varepsilon i - \varepsilon j)/2]$$

  - **Résolution de l'instrument de mesure : u_{ana}**

Le pas de quantification correspond à la plus petite subdivision, notée d. La composante d'incertitude type due au pas de quantification est égale à:

$$u_{ana} = d/(2\sqrt{3})$$

AUTRES APPLICATIONS

- **Bain marie:**

Comparaison de la température des sondes étalons avec celles demandés.

- **Enceintes thermostatiques (étuve):**

La méthode de vérification est fondé sur une méthode par comparaisons aux indications d'un module de contrôle.

- **Conductimètre:**

Utilisation d'une solution de KCl 0.01N de conductivité connue.

- **Spectrophotomètre:**

Utilisation de filtres dont les valeurs des pics sont données par le constructeur.

- **pH-mètre**

Utilisation d'une solution de pH=7.00.

- **Karl Fischer; ICP, Ionomètre, …:**

Utilisation des: contrôles CQ; matériaux de référence certifiés; contrôles internes; standard,…

Tolérance de la balance	Masses exprimées en échelon de vérification e			
	Classe I	Classe II	Classe III	Classe IV
± 1e	0< m ≤50 000 e	0 < m ≤ 5 000 e	0 < m ≤ 500 e	0 < m ≤ 50 e
± 2e	50 000 e <m≤ 200 000 e	5 000 e <m≤ 20 000 e	500 e <m≤ 2 000 e	50 e <m≤ 200 e
± 3e	200 000 e ≤ m	20 000 e <m≤ 100 000 e	2 000 e <m ≤10 000 e	200 e <m≤ 1 000 e

Retour

Fin du cours