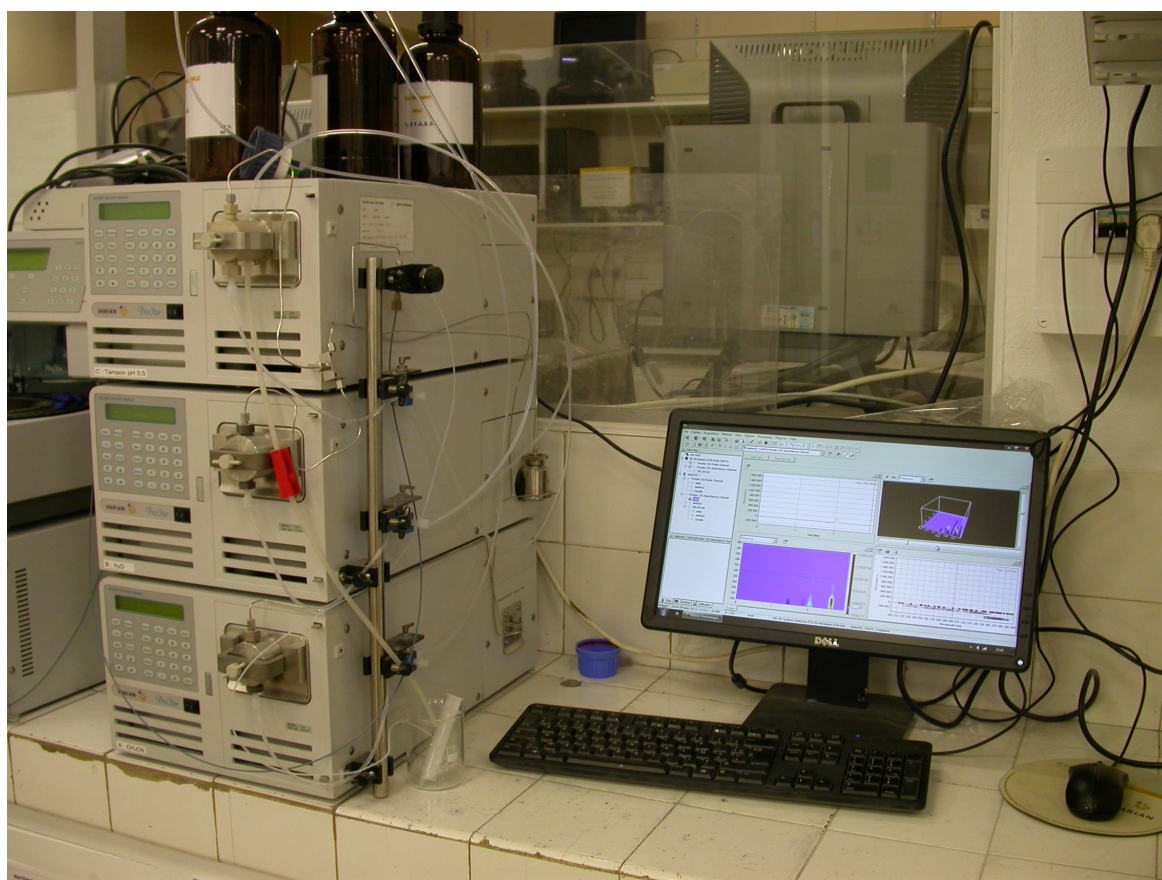


2^{ème} année BTS Bioanalyses et Contrôles

Annexe Métrologique pour HPLC



L. GODIN
<http://ligodin.free.fr>

ligodin@free.fr

TP n°2 : DOSAGE PAR H.P.L.C du BACLOFÈNE dans une SPÉCIALITÉ PHARMACEUTIQUE

ANNEXE MÉTROLOGIQUE	2
1. Vérification de la bonne exécution de la procédure	2
1.1. Vérification de l'exactitude de mesure à l'aide d'un étalon de contrôle	2
1.2. Vérification de la compatibilité métrologique dans le cas de deux essais effectués en répétabilité	3
2. Guide pour l'expression du résultat de mesure	3

ANNEXE MÉTROLOGIQUE

On considère que les qualités de justesse et de fidélité des procédures de mesure utilisées ont été étudiées et reconnues

1. Vérification de la bonne exécution de la procédure

Lorsqu'un mesurage est effectué, deux types de vérification sont possibles afin de pouvoir accepter les valeurs mesurées obtenues pour des échantillons inconnus.

On peut effectuer, dans la même série de mesurages :

- un essai sur un étalon de contrôle ; la valeur mesurée obtenue est notée y_{EC} .
- un ou deux essais sur chacun des échantillons à doser.

1.1 Vérification de l'exactitude de mesure à l'aide d'un étalon de contrôle

On dispose d'un étalon de contrôle avec sa valeur conventionnelle (y_{ref}) ainsi que ses limites d'acceptabilité (L_{inf} et L_{sup}).

On recherche si la valeur mesurée (y_{EC}) est comprise dans l'intervalle d'acceptabilité, soit :

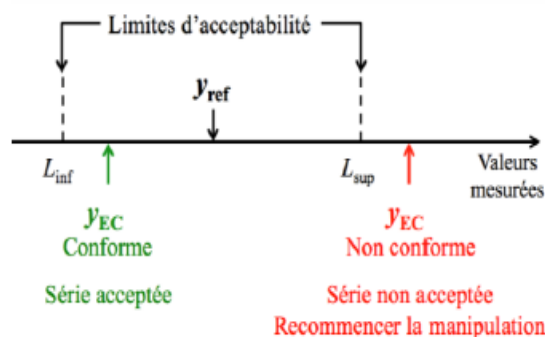
$$L_{inf} < y_{EC} < L_{sup}.$$

Si la valeur mesurée y_{EC} appartient à l'intervalle d'acceptabilité :

- la valeur mesurée y_{EC} est **exacte**, donc **conforme** : l'exécution de la procédure de mesure est satisfaisante dans les conditions du jour ;
- en conséquence, les valeurs mesurées obtenues pour les échantillons inconnus dans la même série sont **acceptées**.

Si la valeur mesurée y_{EC} n'appartient pas à l'intervalle d'acceptabilité :

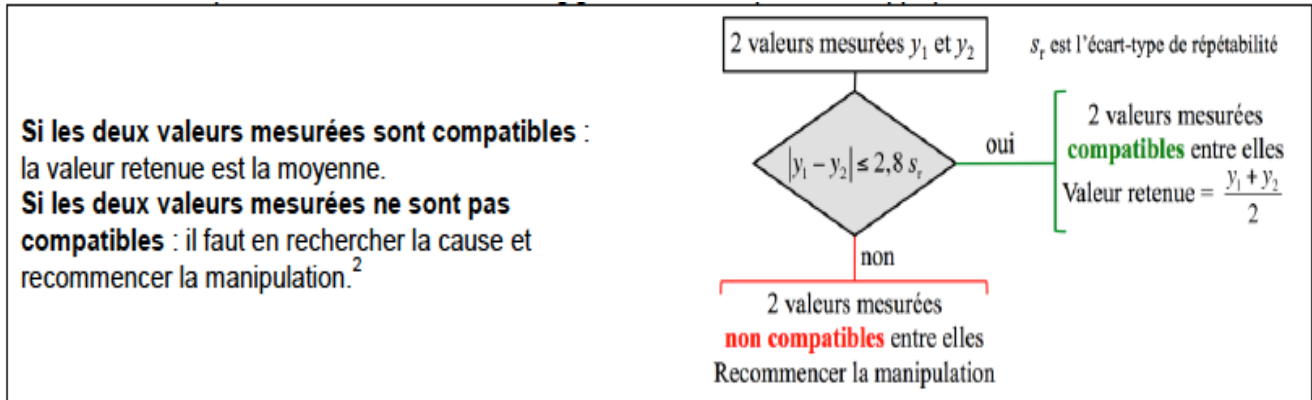
- la valeur mesurée n'est **pas exacte** donc **non conforme** : l'exécution de la procédure de mesure n'est pas satisfaisante dans les conditions du jour ;
- en conséquence, les valeurs mesurées de toute la série **ne sont pas acceptées**; il faut rechercher l'origine de la mauvaise exactitude avant de recommencer la manipulation.¹



1.2 Vérification de la compatibilité métrologique dans le cas de deux essais effectués en répétabilité

Soient deux valeurs mesurées (y_1 et y_2) pour un même échantillon et l'écart-type de répétabilité (s_r) de la procédure de mesure correspondant à cet échantillon.

Le logigramme de compatibilité à appliquer est le suivant :



L'écart-type de répétabilité : 2 mg.L⁻¹

2. Guide pour l'expression du résultat de mesure

L'incertitude élargie (U) est directement donnée avec son niveau de confiance ou calculée en multipliant l'incertitude-type composée (u_c) par le facteur d'élargissement k, par exemple k = 2 pour un niveau de confiance de 95 %.

L'incertitude élargie est ensuite arrondie. Selon les cas :

- Si le premier chiffre significatif est 1, 2, 3 ou 4 : garder deux chiffres significatifs ;
- Si le premier chiffre significatif est 5 ou plus : garder un chiffre significatif.

La valeur retenue du résultat est arrondie de la façon suivante : le dernier chiffre significatif doit être à la même position décimale que le dernier chiffre de l'incertitude élargie.

Expression du résultat de mesure :

$$\text{Grandeur mesurée}_{(\text{analyte ; système})} = (\text{valeur retenue} \pm U) \text{ unité}$$

Incetitude-type composée : 0,5 mg

^{1 2}Si pour des raisons matérielles, il n'est pas possible de recommencer les manipulations, l'opérateur poursuivra l'exploitation d'une de ses valeurs mesurées afin d'exprimer un résultat de mesure de façon complète, mais en signalant clairement que ce résultat n'est pas « accepté » au sens métrologique.