

Peser, toujours peser... mais comment peser ?

À l'attention des jeunes scientifiques du Groupe de gastronomie moléculaire, de nombreux documents intitulés « Comment faire ? » ont été préparés, à propos de toutes les étapes de la recherche scientifique : la planification des expériences, la préparation des échantillons, l'analyse des échantillons, l'analyse de données, les interprétations. Ici, on considère un exemple, pour une opération importante de la chimie... puisque c'est elle qui a fondé la chimie moderne, avec l'apport du merveilleux Antoine Laurent de Lavoisier !

Au cours de leurs études, les étudiants qui suivent des cursus de science et de technologie, à l'université, dans des écoles d'ingénieurs ou dans d'autres établissements analogues, apprennent à mesurer : des volumes, des temps, des longueurs, des masses... mais l'expérience prouve que la quasi-totalité des stagiaires qui viennent dans notre groupe de recherche font les mêmes huit erreurs, quand on les invite à peser un objet à l'aide d'une balance de précision.

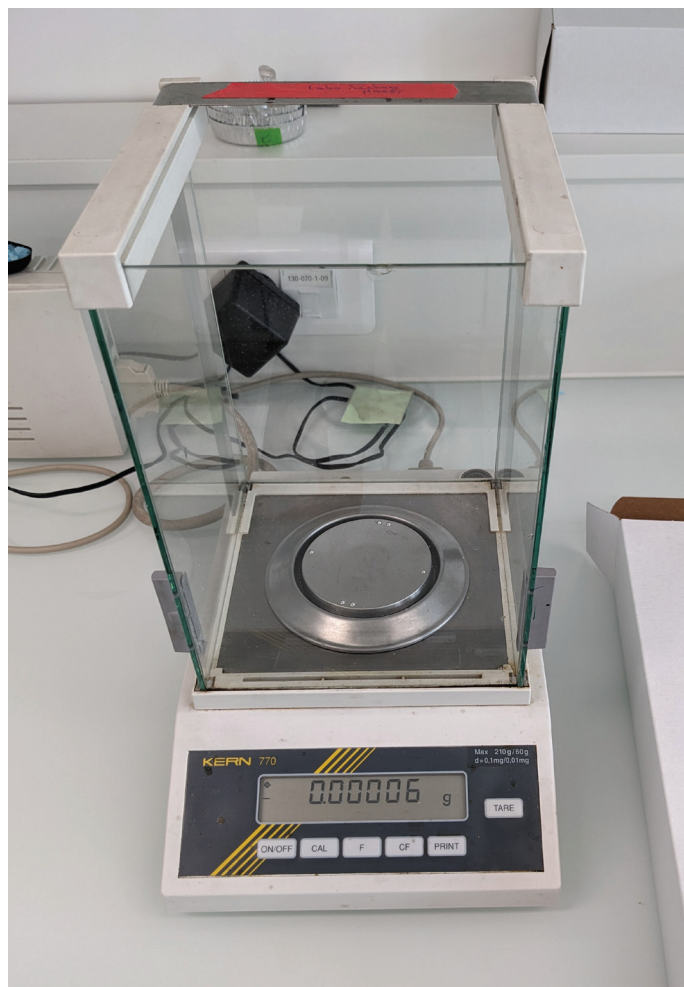
Ce constat nous a conduit à produire le document qui suit. Et, à propos de ce dernier comme pour tous les autres textes de type « Comment faire », l'idée est d'apprendre à ne pas se lancer dans un geste avant d'avoir cherché si l'on sait faire le geste, puis d'avoir vérifié que l'on sait effectivement faire le geste en confrontant son idée personnelle au document correspondant.

Avant d'examiner la pratique de la pesée, il y a lieu d'être convaincu de son importance, et l'on aura intérêt à bien comprendre :

1. Que les sciences de la nature sont définies par leur objectif et leur méthode. Pour l'objectif, il s'agit d'explorer les mécanismes des phénomènes. Pour la méthode, elle comprend les étapes suivantes [1] :

- identification d'un phénomène ;
- caractérisation quantitative du phénomène : il s'agit, comme le disait le philosophe anglais Francis Bacon (1561-1626), de tout « nombrer », de tout mesurer [2] ;
- réunion des résultats des caractérisations quantitatives (mesures) en équations (on disait naguère des « lois ») ;
- réunion de ces équations en un tout cohérent, avec l'introduction de nouveaux concepts, pour élaborer une « théorie » ; c'est là que l'on propose des mécanismes ;
- recherche de conséquences expérimentalement testables de la théorie proposée ;
- tests expérimentaux des prévisions faites.

2. Que, quand cette méthode fut mise en œuvre par Antoine Laurent de Lavoisier dans la plupart de ses travaux, il dut nombre de ses succès à l'emploi de balances de précision. Par exemple, dans ses expériences de décomposition et de synthèse de l'eau, il pesait soigneusement tous les corps qui participaient à l'expérience, gaz, liquides ou solides [3]. Et, pour ses expériences sur les bouillons de viande [4], il pesait les masses ajoutées à un densimètre, à l'aide d'une balance de précision, ce qui lui permit d'établir que les extractions à grande eau (pour une extraction) dissolvent plus de matière extractive (essentiellement de la gélatine).



3. Que la chimie gagne à faire usage de quantités de réactifs aussi faibles que possible : entre autres avantages, la microchimie limite le coût des expériences, réduit les risques (une explosion à partir d'un milligramme libère mille fois moins d'énergie qu'avec un gramme), réduit les effluents [5].

Tout cela étant posé, il faut maintenant passer à la pratique, et, ici, la proposition est de commencer par évoquer des erreurs qui ont été faites, afin de bien montrer que la pesée, même quand on utilise des balances électroniques, n'est pas exempte de difficultés : les étudiants n'ont pas à se reprocher de ne pas savoir bien faire, et, de toute façon, ce qui compte, c'est d'apprendre (comme disait Marcel Fétizon, paraphrasant le philosophe Arthur Schopenhauer, « *quelqu'un qui sait, c'est quelqu'un qui a appris* ») [6].

Première anecdote véridique

Le moi est haïssable, mais les anecdotes marquent les esprits et évitent de faire la morale. L'histoire a lieu en 2003, alors que j'avais fraîchement déménagé, du bâtiment C, de chimie, au bâtiment F, de physique, au Collège de France. Le laboratoire où l'on préparait les échantillons était au troisième étage, et les spectroscopies au cinquième. À l'époque, j'étudiais la

migration éventuelle de la fluorescéine dans de la viande, quand cette dernière cuit ou macère dans une solution de concentration connue en fluorescéine.

Pour une raison qui serait sans intérêt pour notre présente discussion, il fallait finalement couper la viande en lames parallèles à la surface, extraire la fluorescéine à l'éthanol, puis faire une spectroscopie de fluorescence des solutions éthanoliques de fluorescéine. Jusque-là, rien de particulier. Je faisais ce travail particulièrement soigneusement, parce que, comme cela me prend souvent, j'avais décidé que cette expérience-là serait la plus belle de toutes celles que j'aurais faites, que ce serait une sorte de petit chef-d'œuvre. Tout avait été vérifié : l'évaporation éventuelle du solvant ou, plus exactement, la vitesse à laquelle il s'évaporait, au cours des diverses étapes de l'expérience ; les dimensions de la viande, repérées par des photographies sous tous les angles ; les extractions avec l'éthanol avaient été lentes, faites du mieux possible, avec un nombre considérable de broyage successifs, et des pesées à toutes les étapes. Bref, j'avais essayé de faire « de la belle ouvrage ». Pour les spectroscopies, j'avais même décidé de faire deux gammes de solutions de fluorescéine, afin de pallier les différences de température... alors que le spectrofluorimètre était dans une pièce thermostatée. C'est dire !

Je décidais de confectionner en premier lieu une solution mère faite d'une quantité de fluorescéine pesée au centième de milligramme près (sur la meilleure de nos balances, contrôlées préalablement, bien d'aplomb, sans courant d'air, etc.), dans un volume d'éthanol parfaitement ajusté, dans une des burettes de la plus grande précision accessible (certificat du constructeur faisant foi). La burette avait été lavée et séchée (eau froide, eau chaude, acétone, ultrasons, eau distillée, éthanol...)... Là, pas de problème. Puis l'éthanol avait été ajouté avec la plus grande minutie, le ménisque affleurant le trait gravé dans le verre de la burette aussi parfaitement que possible.

Après que la burette avait été fermée, je montai vers la pièce du spectrofluorimètre, où tout avait été bien préparé pour l'expérience : les cuves, les papiers pour nettoyer les faces des cuves, les pipettes Pasteur, tout... Et je commençai à préparer les cuves, quand le téléphone sonna. Je cessai mon travail pour répondre au téléphone ; puis, la conversation finie, je repris ma burette... et je vis que le niveau avait baissé de plus de 3 cm ! Pourtant, la burette avait été bien fermée, même si le bouchon présentait une certaine souplesse. Déçu, je redescendis dans la pièce de préparation des échantillons, afin de compléter le niveau dans la burette avec de l'éthanol (la fluorescéine ne s'évaporant pas, le mal n'était pas grand), mais je n'eus pas le temps de faire ce remplissage, car il y eut un nouveau coup de téléphone. L'extraordinaire est que, reprenant la burette après cette seconde conversation, je vis le niveau de la solution exactement où je l'avais mis initialement : affleurant parfaitement la graduation de la burette !

J'ai vite compris ce qui s'était passé : nous étions en 2003, et, cet été-là, il faisait très chaud. Or la pièce des spectromètres était thermostatée, mais pas le laboratoire de préparation des échantillons. Autrement dit, la solution s'était contractée, dans la pièce refroidie du fluorimètre, d'où la diminution du niveau, et elle s'était dilatée, en revenant dans la pièce de préparation des échantillons.

De ce jour, je n'utilise quasiment plus de volumes, mais seulement des masses. D'autant que si l'on prend les burettes à pleines mains, la chaleur de celles-ci suffit à provoquer des

variations de volume (exercice : sachant que la densité de l'éthanol à 20 °C et à 37 °C est respectivement de 789,45 et 775 kg/m³, quelle différence de niveau observe-t-on dans le col d'une burette, si la section du col est de 1 cm² ?) [7] !

Oui, je ne fais plus de mesures de volumes... d'autant que les mesures de masses sont bien plus précises que les mesures de volumes. La preuve ? Ne contrôle-t-on pas les pipettes abusivement dites « de précision » en pesant les volumes qu'elles délivrent ? De surcroît, avec une pipette, on n'a pas la possibilité de confronter la quantité à un étalon, contrairement à ce que l'on peut faire avec des balances (nous y reviendrons).

Et puis imaginons que l'on veuille déposer sur une couche mince, pour une chromatographie sur couche mince quantitative (qTLC, ou CCMq), une goutte de solution à analyser. La mesure du volume d'une goutte est très difficile à faire, notamment parce que les capillaires sont terribles à utiliser : on en aura la preuve si l'on sort trois capillaires neufs d'un paquet neuf et qu'on en pose une extrémité dans de l'eau distillée : on observe qu'ils se remplissent différemment !

En revanche, si l'on pèse un capillaire vide, puis qu'on le pèse après chargement par capillarité dans la solution à analyser par TLC, et, enfin, qu'on le pèse encore après déchargement sur la plaque d'analyse, on peut connaître la masse déposée de solution à 10⁻⁵ gramme près [8].

Bref, la mesure de masses est bien plus précise que la mesure de volumes. Il faut le dire partout.

Deuxième erreur, et encore un effet de température

Ayant abandonné les mesures de volumes, il faut donc apprendre à peser, et, notamment, à ne pas peser un corps chaud. Là, je suis presque tombé dans le piège (mais il y a plus de quarante ans), alors que je m'intéressais à la cuisson du blanc d'œuf : sur la balance de précision que j'utilisais, je voyais la masse diminuer, diminuer... Était-ce l'eau du blanc d'œuf qui s'évaporait, parce que l'œuf aurait été chaud ?

Je me souvenais toutefois de très vieux livres de chimie qui m'avaient recommandé de ne pas peser quelque chose de chaud, mais les souvenirs étaient vagues, de sorte que je décidais de peser une cuillère en métal que j'avais chauffée. Et là encore, la masse ne cessait de diminuer... Or, dans ce dernier cas, il était évidemment impossible de supposer que le métal s'évaporait, en tout cas à cette vitesse.

Pour rassurer les « bons » étudiants, à savoir ceux qui craignent justement de faire une foule d'erreurs, de ne pas tout savoir, je peux témoigner que, ce jour-là, j'allais interroger des chimistes (une dizaine) d'un laboratoire que je ne citerai pas à propos de cette question, et que je ne récoltais – dans les bons cas – qu'un « *Oui, il ne faut pas peser quelque chose de chaud* ». Personne n'a pu me dire pourquoi ! En réalité, les corps chauds chauffent l'air autour d'eux, de sorte que cet air chauffé, dilaté, s'élève, accélérant ; or une accélération correspond à une réduction de pression (selon la bonne loi de Bernoulli) [9]. Et les corps se déplaçant des zones de haute pression vers les zones de basse pression, le plateau de la balance, et le corps chaud posé dessus, sont tirés vers le haut : la masse semble réduite.

Comment peser un objet chaud, alors ? Enfermons-le, par exemple, dans un récipient fermé, ou bien laissons-le refroidir dans un dessiccateur, avant de le peser. Mais, surtout, si nous sommes de ces bons étudiants soucieux de bien faire, rassurons-nous en nous souvenant que des chimistes chevronnés ignoraient la raison du phénomène.

Troisième erreur, parce que le diable est tapi partout

La chimie et les autres sciences de la nature sont merveilleuses, notamment parce que, pour faire bien, il y a lieu de tenir compte de mille détails, de faire mille validations : le diable est caché derrière chaque geste expérimental, derrière chaque calcul, et il s'agit de le débusquer.

Pesant des masses de l'ordre du dixième de milligramme, un de mes jeunes collègues m'avait appelé à l'aide, parce qu'il obtenait des masses incohérentes, lors des trois pesées que nous faisons pour toute pesée d'un corps. Je vérifiais les sources d'erreurs habituelles : mon jeune collègue pesait-il correctement ? La porte était-elle fermée, pour éviter les courants d'air ? Une hotte ou une sorbonne aspirait-elle, créant des perturbations ? Mon collègue portait-il des gants, sur lesquels de l'électricité statique aurait perturbé la mesure ? En l'occurrence, tout était en ordre... Mais j'ai eu la chance, au cours de mon analyse de la question, de faire tomber une goutte d'eau sur le marbre où se trouvait la balance ; je l'ai aussitôt essuyée... et j'ai vu le papier absorbant noirci : le marbre était un peu sale, ce qui a fait comprendre que chaque fois que nous reposons le petit bécher de pesée sur ce marbre, il emportait avec lui une quantité de poussière pesable, et variable selon l'endroit du marbre où il était posé. Un grand nettoyage de la surface de marbre, et aussi du plateau de la balance, a réglé la question : les mesures sont redevenues cohérentes.

Et une dernière

Comme on le voit, les sources d'erreurs sont nombreuses, du gras sur les doigts quand on a mangé un sandwich jambon-beurre et qu'on manipule sans gant et sans s'être lavé les mains (rassurez-vous : ce n'est pas à moi que cela est arrivé) à ces vibrations dues à des marteaux-piqueurs au pied du bâtiment où l'on pèse. Toutefois, cette fois, c'est une autre anecdote qui nous retiendra, parce qu'elle a conduit à une rénovation importante de nos pratiques de pesée.

Il y avait un de nos amis qui pesait, donc, et qui pesait trois fois comme il se doit quand on apprend à peser (et même après), consignait ses pesées consciencieusement dans son cahier de laboratoire. Pour son étude, comme pour toutes celles que nous faisons, il y avait ainsi des centaines de pesées (trois fois chaque, je me répète) : le bécher vide, le bécher lavé et séché, le bécher lavé et séché auquel on avait ajouté un peu de réactif, le bécher lavé, séché et vidé du réactif, etc. L'expérience durait une semaine, mais, dès le deuxième jour, des incohérences étaient apparues. L'analyse de toute la chaîne expérimentale fit apparaître que la pesée était sans doute en cause... et effectivement : la balance dérivait, jour après jour (alors qu'elle avait été contrôlée récemment).

La solution fut de changer de balance, et le cours de l'expérience reprit normalement, mais, comme pour chaque anomalie que nous rencontrons, il y avait lieu de chercher un correctif plus durable. Ce fut évidemment d'utiliser à l'avenir des « étalons » pour contrôler les balances que nous utilisons. L'étalon du laboratoire ? Il était conservé dans un coffre, mais qu'importe : à l'aide de la meilleure balance du laboratoire, confrontant la mesure à celle de l'étalon, nous avons pesé des petits objets de verre (des piluliers) qui ont été posés en permanence, à côté des balances, sur du papier absorbant (afin d'éviter des chocs), dans des bocalux fermés. Chaque jour, maintenant, le premier à utiliser une balance contrôle celle-ci

à l'aide de cet étalon « secondaire » (par rapport à l'étalon principal du laboratoire).

Encore d'autres idées

On voit ainsi que, pour peser, il y a une foule de règles à respecter... Des règles ? Plutôt que d'évoquer des contraintes, disons plutôt qu'il y a une foule d'idées précieuses à avoir, de belles pratiques à mettre en œuvre. Dans l'ordre chronologique :

- Quand on entre dans une pièce où se trouvent les balances, c'est généralement un laboratoire, de sorte que les protections habituelles (blouse, lunettes, gants) doivent être prises.

- La pièce du laboratoire doit rester ouverte (sauf quand on pèse, voir plus loin).

- Le cahier de laboratoire qui recevra les résultats de pesée doit être placé à un endroit non souillé (puisqu'il ira ensuite dans le bureau).

- Si l'on déplace les balances, elles risquent de ne plus être d'aplomb et affichent alors n'importe quoi ; on évite donc de le faire, ou bien, sinon, on le fait précautionneusement et l'on règle ensuite le niveau.

- On vérifie que la balance que l'on utilise a été contrôlée (étiquette de suivi sur la balance).

- Si l'on est le premier utilisateur de la journée, on contrôle la balance à l'aide de l'étalon secondaire.

- On prend garde aux courants d'air même imperceptibles : avec des balances précises à 10^{-5} g près, il faut non seulement fermer les portes des balances (évidemment), mais il faut même, exceptionnellement, fermer la porte du laboratoire pendant la pesée... ce qui conduit à enfreindre temporairement la règle qui stipule que la porte d'un laboratoire de chimie doit toujours rester ouverte (afin que l'on puisse secourir ceux qui auraient des accidents) ; de même, si la balance est sous hotte ou sorbonne, on éteindra l'aspiration pendant la mesure (et on la rallumera sitôt les pesées faites).

- On prendra garde aux gants en plastiques : l'électricité statique fausse les mesures, à cette précision.

- On prendra garde à ne pas peser des masses trop faibles ou trop grandes. Les révisions des chapitres 41 et 1251 de l'United States Pharmacopeia (USP) en date du 1^{er} décembre 2013 [10] stipulent que « *accurate weighing must be performed using a calibrated balance* » [une pesée précise doit être faite avec une balance étalonnée], ce qui semble évident, mais elles donnent de surcroît des indications sur des validations des balances, en termes de précision et de répétabilité, avec de nouvelles tolérances. La précision, définie par l'USP comme l'erreur systématique, doit être déterminée aux fortes masses proches du maximum de la balance (l'erreur systématique la plus grande). Les tests à des masses de moins de 5 % de la capacité maximale ne sont plus autorisés. En revanche, pour les tests de répétabilité et les déterminations de masse minimale pesable, on doit utiliser des masses plus petites que 5 % de la charge maximale. C'est là que la répétabilité est la source d'erreur dominante. On observera que, pour la première fois, on voit apparaître le terme « masse minimale » dans un document officiel de l'industrie pharmaceutique. Ce terme s'applique clairement à la masse de l'échantillon, sans inclure le récipient de tare.

- Les balances doivent être propres (utiliser le pinceau à cet effet).

- Le marbre doit être nettoyé (éviter les acides : voyez-vous pourquoi ?).

- Quand on tare (si l'on tare !), les portes des balances doivent être fermées, ainsi que la trappe supérieure. À ce propos, on pourrait discuter la question des incertitudes de mesure, avec ou sans tare (pouvez-vous calculer dans quel cas elle est supérieure ?)... même si l'expérience montre que, bien souvent, on a intérêt à ne pas tarer, afin de connaître les masses à toutes les étapes, et, dans le cas – en pratique, toujours, pour des expériences un peu longues – où nous aurions oublié une pesée, de pouvoir retrouver la masse manquante par différence.

- On doit attendre la stabilisation complète de l'affichage, avant toute opération, tare ou pesée.

- Une fois la tare faite (quand on tare), on pose l'objet à peser au centre de la balance, délicatement.

- On pèse trois fois de suite le même objet : la première fois pour obtenir une pesée, la seconde fois pour avoir une confirmation, et la troisième fois pour obtenir un écart-type, en même temps que l'on a une validation, surtout en cas de désaccord entre les deux premières mesures ; et évidemment, on tare avant chaque nouvelle mesure.

- Parfois, dans une chaîne de pesées, on ne doit pas tarer, afin de réduire des incertitudes (voyez-vous pourquoi ?).

- Quand on aura fini les pesées, on ne laissera rien sur le plateau de la balance (sous peine de la fausser).

Et pour finir

On risque d'avoir l'impression que toutes ces règles rendent l'opération de pesée très compliquée, et c'est vrai que le travail doit être minutieux, si l'on veut des mesures fiables, mais si l'on est impatient, on se souviendra que « donnée mal acquise ne profite à personne ». De surcroît, nos amis en cours de formation (nous le sommes tous) gagneront à bien comprendre que la pesée, au cours d'une recherche scientifique, n'est pas une séance de travaux pratiques où l'enjeu est d'avoir une « bonne note » : pour la recherche scientifique, nous ne sommes pas confrontés à des enseignants qui nous évaluent, mais à la Nature, dont nous voulons percer les secrets ! Et c'est ainsi que je m'étonne toujours qu'il puisse y avoir de la triche, en science : ce n'est pas en trichant que nous lèverons un coin du grand voile, n'est-ce pas ?

D'autre part, le titre de ce paragraphe est bien mal choisi, car, dans la pratique des pesées, il y a mille effets subtils à considérer, à commencer par la poussée d'Archimède, et l'on aura intérêt, même si nous n'utilisons plus les balances à plateaux, à lire les vieux manuels de chimie qui traitent de la pesée, afin de bien comprendre les subtilités de l'opération.

Pour terminer ce qui mériterait un traité tout entier, je propose la grande et vraie question de « bien faire à long terme ». Comment bien faire les pesées ? La première fois que l'on pèse, c'est passionnant, parce que l'on apprend à peser. La deuxième fois, la pesée reste intéressante, parce que l'on apprend encore. Les fois suivantes, on continue d'apprendre, et, d'ailleurs, il est intéressant de regarder l'évolution des pesées dans un cahier de laboratoire tenu par les stagiaires : on voit initialement les trois pesées de chaque objet avec une différence sur le dixième de milligramme, puis, progressivement, on voit ce chiffre être le même pour les trois pesées, tandis que le chiffre suivant fluctue encore, avant que, finalement, après des centaines, voire des milliers de pesées, nos amis obtiennent tous les chiffres identiques. L'apprentissage semble alors fait... mais alors risque de s'installer la routine, l'ennui qui naîtrait de l'uniformité...

D'où la question : quel intérêt pouvons-nous trouver à la millième pesée ? Et à toutes les suivantes ? Pour moi, j'ai ma réponse, mais je vous invite à me communiquer la vôtre.

[1] H. This, Cours de gastronomie moléculaire n° 1 : science, technologie, technique... culinaires : quelles relations ?, Quae/Belin, 2009.

[2] F. Bacon, *Nouvel Organum* (trad. F. Riaux), Charpentier, 1843.

[3] D. Fauque, La grande expérience de Lavoisier, *Pour la Science*, 2005, 336, www.pourlascience.fr/sd/histoire-sciences/la-grande-experience-de-lavoisier-1884.php.

[4] H. This, R. Méri, A. Cazor, Lavoisier and meat stock, *C.R. Acad. Sci., Chimie*, 2006, 11-12, p. 1511-1515.

[5] N. Cheymol, R.-E. Eastes, M. Hoff, La « microchimie » : une nouvelle façon de penser dans l'enseignement de la chimie expérimentale, *L'Act. Chim.*, 1998, 211, p. 10-17.

[6] G. Bram, Communication personnelle, 1995.

[7] N.A. Lange, *Lange's Handbook of Chemistry* (10th ed.), John Aurie Dean (ed.), McGraw-Hill, 1967.

[8] J. Valverde, M. Vignolle, H. This, Quantitative determination of photosynthetic pigments in green beans using thin-layer chromatography and flatbed scanner as densitometer, *J. Chem. Educ.*, 2007, 84, p. 1505-1507.

[9] R. Feynman, M. Leighton, R. Sands, *The Feynman Lectures on Physics*, 2023, www.feynmanlectures.caltech.edu/

[10] J. Ratcliff, M. Huber, *Complying with Revised Weighing Guidelines*, Pharmaceutical Technology Europe, 2014, p. 94-98.

Hervé THIS,

Directeur du Centre international de gastronomie moléculaire et physique, INRAE-AgroParisTech, Palaiseau.

* herve.this@agroparistech.fr



Toute l'actualité de la
Société Chimique de France

et bien plus...

societechimiquedefrance.fr