



Sans classification

Guide pour la validation des procédures d'essai et détermination de l'incertitude de mesure pour les laboratoires de la construction

Document no. 326.fw

TABLE DES MATIERES

1. Introduction	3
2. Abréviations et définitions	3
2.1. Abréviations	3
2.2. Définitions	4
3. Synthèse de la norme ISO/IEC 17025	8
3.1. Exigences au laboratoire.....	8
3.2. Recommandations	9
4. Discussions	10
4.1. Incertitude de mesure	10
4.2. Validation	13
5. Mise en pratique	15
5.1. Essais "standards"	15
5.2. Essais modifiés ou développés	16
5.3. Exemples	17
6. Remarques complémentaires	25
7. Annexes	28
7.1. Approche mathématique-analytique en huit pas (GUM) - principes.....	28
7.2. Littérature.....	30
7.3. Traductions des termes principaux.....	31

Groupe de travail :
Dr Nicolas Guscioni (auteur, responsable) :
Dr Claude Pilloud :
Max Seeberger :
Werner Studer :

SAS, Berne
Juracime SA, Cornaux
Tecnotest AG, Rüslikon
Contec, Wetzikon

1. Introduction

Dans le cadre de l'accréditation selon la norme ISO/IEC 17025, on se doit désormais de traiter la question de la validation des méthodes d'essai et de l'incertitude de mesure. Aussi bien EA que ILAC ainsi que ISO, EUROLAB, CITAC et Eurachem élaborent divers "Guides" et documents dans ce domaine (voir littérature sélectionnée en annexe). Ceux-ci ont servi, en grande partie, de source pour la rédaction de ce document.

Les considérations traitées ici proposent une approche standard et simplifiée de la problématique du point de vue du SAS et d'un groupe d'expert nommé par le comité sectoriel de la construction (voir page précédente). Ce document généraliste a pour objectif d'aider spécifiquement les laboratoires de la construction à comprendre et à satisfaire les exigences de la norme ISO/IEC 17025 en la matière. *Il servira de référence pour fixer les exigences (minimales) utilisées par les auditeurs et experts techniques chargés de l'accréditation des laboratoires de la construction.* Il n'est, par contre, pas à considérer comme une procédure respectivement une recette standard universelle ! Il ne considère que le contexte de "l'essai" et non ceux de "l'inspection", de "la certification" ou de "l'étalonnage".

Une plate-forme pour la publication des essais croisés dans le domaine de la construction proposés en Suisse (comparaisons entre laboratoires) est disponible sur le site Internet du SAS, rubrique « Comités sectoriels – Matériaux de construction – Comparaisons entre laboratoires de la construction ». On y trouve également un recueil de liens : validation, incertitude de mesure et essais croisés/de comparaison (Proficiency Testing, PT), qui renvoie aux règles et documents d'aide correspondants de l'ILAC, de l'EA, d'Eurolab, d'Eurachem, du SAS et des normes.

Ce document se base principalement sur la norme ISO/IEC 17025, le GUM, le VIM, et la politique générale du SAS en la matière – cf chapitre 7.2 littérature. En tant que document explicatif et ciblé, il se veut être un complément et une interprétation. Il ne remplace aucune norme, directive, guide ou autre document reconnu et déjà en vigueur.

2. Abréviations et définitions

2.1. Abréviations

CITAC	Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry
EA	European Co-operation for Accreditation
Eurachem	Focus for Analytical Chemistry in Europe
EUROLAB	European Federation of National Associations of Measurements, Testing and Analytical Laboratories
GUM	Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (document de référence pour EUROLAB, Eurachem et EA)
IEC	International Electrotechnical Commission
ILAC	International Laboratory Accreditation Co-operation
ISO	International Organization for Standardization
JCGM	Joint Committee for Guides in Metrology
S	Ecart type - "standard deviation" = "incertitude de mesure type"
SAS	Service d'accréditation suisse
U	Incetitude de mesure - "uncertainty"
VIM	International Vocabulary of basic and general terms in Metrology

2.2. Définitions

D'une manière générale, les principes et définitions de la norme ISO/IEC 17025 sont applicables (voir chap. 3 et 7.3).

La validation

Est la confirmation par examen et l'apport de preuves objectives du fait que les prescriptions particulières en vue d'une utilisation prévue déterminée (besoin du client) sont remplies (ISO/IEC 17025: 5.4.5.1).

La validation inclut la spécification des exigences, la détermination des caractéristiques des méthodes, une vérification que les exigences peuvent être remplies en utilisant la méthode, ainsi qu'une déclaration relative à la validité (ISO/IEC 17025: 5.4.5.3 NOTE 1).

La validation se concentre donc particulièrement sur les *grandeurs d'influence ou facteurs (sources) de l'incertitude*. Le laboratoire d'essais doit pouvoir évaluer ces facteurs afin de d'être en mesure de définir en tout temps *les caractéristiques essentielles resp. les valeurs caractéristiques* pour une application particulière de la méthode (voir chap. 4.2).

Grandeur d'influence

Grandeur qui n'est pas la grandeur soumise à la mesure, mais qui a un effet sur le résultat de la mesure (p. ex. la température d'un micromètre lors d'une mesure de longueur). Les grandeurs d'influence ou facteurs / sources d'incertitude sont de trois types :

- *humains / opérateurs*, p. ex. manipulation, prélèvement et manutention d'échantillons, entretien de l'installation d'essai
- *techniques / instrumentaux*, p. ex. genre de la méthode d'essais, homogénéité, propriétés et conditions du matériau à tester, installation d'essais, étalonnage des équipements, étalons, matériaux de référence, forme du résultat
- *environnementaux*, p. ex. conditions ambiantes - environnement d'essai, composantes aléatoires - hasards.

Les valeurs caractéristiques (ou *caractéristiques essentielles*) sont principalement

- incertitude de mesure - voir ci-dessous.
- domaine ou étendue de mesure : ensemble des valeurs mesurées pour lesquelles l'erreur d'un instrument de mesure est supposée comprise entre des limites spécifiées - domaine ou étendue dans lequel validation et incertitude de mesure sont valables.
- limite de détermination ou de détection : limite (inférieure) de fonctionnement resp. de validité de la méthode.
- exactitude (EN FRANCAIS, NE PAS UTILISER LE TERME "PRECISION" !): étroitesse de l'accord entre le résultat de la mesure et une valeur vraie théorique (conventionnelle) resp. une valeur de référence (re)connue = qualitatif.
- fidélité : Aptitude d'un instrument de mesure à donner des indications très voisines lors de l'application répétée de la mesure de la grandeur dans les mêmes conditions de mesure. Étroitesse de l'accord de résultats en répétabilité (voir ci-dessous) = quantitatif.
- biais ou erreur systématique : différence entre la moyenne qui résulterait d'un nombre infini de mesures d'une même valeur dans les conditions de répétabilité, et la valeur vraie théorique (conventionnelle). En pratique, on calcule le quotient "valeur mesurée / valeur connue", les valeurs mesurées étant issues d'un nombre suffisant de mesures répétées sur des matériaux de référence ou des étalons dont les valeurs sont bien connues.
- justesse : aptitude d'un instrument à donner des indications exemptes d'erreur systématique : étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne de nombreux essais et la valeur de référence reconnue (comme ci-dessus).
- robustesse : résistance ou insensibilité aux effets de certaines grandeurs d'influence.

- sélectivité : capacité d'effectuer correctement la mesure malgré l'influence d'interférences, p. ex. capacité de la méthode de distinguer deux objets de propriétés proches = qualitatif.
- sensibilité : quotient de l'accroissement de la réponse d'un instrument de mesure par l'accroissement correspondant du signal d'entrée (liée à la résolution).
- résolution : la plus petite différence d'indication d'un dispositif afficheur ou d'enregistrement qui peut être perçue de manière significative.
- constance : aptitude d'un instrument de mesure à conserver ses caractéristiques métrologiques constantes au cours d'une période définie.
- linéarité : relation univoque et par définition linéaire entre les résultats obtenus dans tout le domaine de mesure et les propriétés correspondantes du matériau. Une relation non linéaire est généralement éliminée par correction au moyen d'une fonction d'étalonnage non linéaire.

L'incertitude de mesure U (souvent appelée simplement "incertitude" comme ci-après) est un paramètre associé au résultat de la mesure qui caractérise la dispersion des valeurs que l'on peut raisonnablement attribuer à l'objet resp. la valeur mesurée. L'incertitude de mesure est la résultante de la combinaison des effets d'un certain nombre de composantes sources ou facteurs d'incertitude, ce sont les *grandeurs d'influence* (voir ci-dessus).

Remarque : La définition générale de l'incertitude de mesure dans la norme ISO 3534-1 indique dans quelle mesure une valeur de mesure peut dévier de la « vraie » mesure si toutes les conditions aux limites et l'exécution de l'essai se trouvent dans les « limites de tolérance » correspondantes et que les éprouvettes sont identiques.

Evaluation / estimation (de l'incertitude de mesure)

ISO/IEC 17025 fait mention *d'estimation* de l'incertitude.

Le GUM fait mention *d'évaluation* de l'incertitude.

EA 4/16 émet la remarque suivante : "le terme *évaluation* a été utilisé de préférence au terme *estimation*. Le premier est plus général et s'applique à différentes approches sur l'incertitude. Ce choix a également été fait () par cohérence avec le GUM".

Dans le présent guide, le terme *évaluation* sera utilisé de préférence, dans le sens de "donner - déterminer une valeur". Ponctuellement, l'expression *estimation* apparaît dans le sens, ici, de "évaluation approximative - intuitive".

L'incertitude globale (voir chap. 4.1.1)

Inclut, en principe, toutes les influences.

L'incertitude composée

Résulte du calcul de combinaison d'incertitudes selon la loi de propagation (voir chap. 4.1.1, 5.2 et 7.1).

L'incertitude type ("standard uncertainty")

Est généralement exprimée sous la forme d'un **écart type** (S - "standard deviation"). L'écart type est la dispersion des résultats de n mesures d'une même grandeur autour de la moyenne arithmétique \bar{x} des n résultats, x_i étant le résultat de la $i^{\text{ème}}$ mesure - il faut utiliser **l'écart type "n-1"** :

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Le coefficient de variation S_r

Est l'écart type divisé par la moyenne (S / \bar{x} des n résultats). C'est donc l'écart type donné comme valeur relative (%) et non pas valeur absolue dans l'unité de la mesure. S_r se rapporte au coefficient de variation en répétabilité et S_R se rapporte au coefficient de variation en reproductibilité (voir ci-après).

En règle générale, les valeurs de mesure sont distribuées normalement (cf : annexe 7.1 tableau *). L'écart type ou une valeur « élargie » y découlant est donc utilisée comme mesure pour l'incertitude de mesure. Habituellement :

	Conditions aux limites	Écart type		Valeur élargie	
Répétabilité	Matériau identique, méthode identique, appareil identique, même vérificateur, en l'espace de peu de temps	S_r	écart type de répétabilité, écart quadratique des valeurs mesurées individuelles à partir de la moyenne de la série d'un examinateur	r	Limite de répétabilité 95% domaine de confiance pour la valeur absolue de la différence entre deux valeurs de mesure du même examinateur
Reproductibilité	Matériau identique, méthode identique, différents laboratoires d'essais	S_R	écart-type de reproductibilité, écart quadratique des valeurs de mesure individuelles d'un laboratoire avec la valeur moyenne de toutes les valeurs mesurées de tous les laboratoires impliqués	R	Limite de comparaison 95%, domaine de confiance pour la valeur absolue de la différence entre deux valeurs de mesure de différents laboratoires d'essais

Les descriptions dans le tableau sont simplifiées. Elles ne correspondent pas exactement aux formulations ISO.

Il ressort des définitions que les écarts types S_r et S_R se réfèrent à l'écart d'une valeur particulière d'une valeur moyenne qui est reconnue comme « valeur véritable » ou comme « valeur escomptée » pour le résultat de l'essai.

La limite de répétabilité r et la limite de reproductibilité R se réfèrent, par contre, à la valeur absolue de la différence entre deux valeurs particulières. Les deux valeurs particulières sont « équivalentes » ; aucune des valeurs particulières n'est « plus précise » ou « meilleure » que l'autre.

Par ailleurs, il s'agit de « valeurs élargies ». Elles résultent des écarts standards correspondants en les multipliant par le facteur **1.962 resp. 2** (ou 2.8 resp. 3, cf. ci-dessous et chap. 6, point 5). Le facteur signifie qu'en cas de distribution normale 95 % de toutes les valeurs se trouvent dans le domaine valeur moyenne ± 1.962 fois la déviation standard (= 95% - niveau de confiance) et que l'écart type - la déviation standard entre de 2 valeurs correspond à la différence entre les valeurs divisées par $\sqrt{2}$, soit la différence / 1,414 (selon la définition mathématiquement de l'écart type).

L'incertitude élargie

Est une grandeur définissant un intervalle autour du résultat de mesure dont on puisse s'attendre à ce qu'il comprenne une proportion élevée de la distribution des valeurs qui pourraient être attribuées raisonnablement à la grandeur mesurée. C'est un multiple de l'écart type (S) ou de l'incertitude globale (U) par un **facteur d'élargissement k**.

L'utilisation d'un facteur $k = 2$ signifie statistiquement que la valeur "raisonnablement attribuable" à l'objet mesuré se trouve avec une probabilité respectivement un "**niveau de confiance**" ou "**niveau de probabilité**" d'environ 95% dans l'intervalle plus ou moins deux fois S resp. deux fois U autour de la valeur mesurée (avec un facteur $k = 3$, le niveau de confiance est d'environ 99.7% - chap. 6.5/). Ceci suppose une *distribution normale* selon la loi de Laplace-Gauss (chap. 7.1, tableau*).

Répétabilité

Etroitesse de l'accord (exprimé généralement sous forme d'écart type) entre les résultats de mesures successives d'un même objet resp. d'une même grandeur mesurée dans des *conditions de mesure identiques* = conditions de répétabilité (procédure, opérateur, appareil, conditions, lieu, temps, expression quantitative du résultat).

Reproductibilité

Etroitesse de l'accord (exprimé généralement sous forme d'écart type) entre les résultats de mesures successives d'un même objet resp. d'une même grandeur mesurée dans des *conditions de mesure différentes* (à spécifier : principe, méthode, opérateur, appareil, matériel de référence, lieu, conditions, date, expression quantitative du résultat).

Essai comparatif entre laboratoires

Organisation, exécution et évaluation de mesures ou d'essais d'objets d'essais identiques ou semblables par deux ou plusieurs laboratoires selon des conditions prescrites – dans ce cas des essais croisés et de comparaison.

Les règles internationales ILAC P9, EA 4/18 et les règles du SAS contenues dans le doc. 330e constituent la base pour la participation à de telles comparaisons – y compris PT voir ci-dessous (en particulier **fréquence** pour chaque « sub-discipline » - c'est-à-dire des domaines techniques définis se basant sur la technique de mesure, la propriété et le produit.

Test d'aptitude – « PT Proficiency Testing »

Évaluation de la performance d'un participant selon des critères établis auparavant par des comparaisons entre laboratoires – n'est pas un sujet de ce document.

3. Synthèse de la norme ISO/IEC 17025

3.1. Exigences au laboratoire

Le laboratoire doit :

- 3.1.1 **Valider les méthodes** non normalisées, les méthodes conçues/développées/élaborées et adoptées par le laboratoire, les méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu, ainsi que les amplifications ou modifications de méthodes normalisées (ISO/IEC 17025 : 5.4.2, 5.4.4 et 5.4.5.2), (voir chap. 3.2.4).
- 3.1.2 **Prendre en compte** et, si la nature de la méthode d'essai exclut un calcul rigoureux, métrologiquement et statistiquement valable de l'*incertitude* de mesure, **au moins tenter d'identifier toutes les composantes de l'incertitude** qui ont une importance dans la situation donnée **et en faire une estimation raisonnable**, tout en assurant que la manière d'en rendre compte ne donne pas une impression erronée de l'*incertitude*. Une estimation raisonnable doit se baser sur une connaissance de la performance de la méthode et sur le domaine de la mesure et faire appel, par exemple, à l'expérience acquise et aux données de validation antérieures (ISO/IEC 17025: 5.4.6.2 et 5.4.6.3).
- 3.1.3 **Déterminer la performance d'une méthode** en employant l'une (ou une combinaison) des techniques suivantes (voir chap. 4.1.2 et 4.1.3): *étalonnage* à l'aide d'étalons de référence ou de matériaux de référence; comparaison des résultats obtenus avec *d'autres méthodes*; comparaisons *entre laboratoires*; évaluation systématique des *facteurs influençant* le résultat; évaluation de l'*incertitude des résultats* sur la base d'une connaissance scientifique des principes théoriques de la méthode et d'une expérience pratique (ISO/IEC 17025: 5.4.5.2 NOTE 2).
- 3.1.4 **Appliquer des méthodes et procédures** appropriées pour tous les essais et/ou les étalonnages relevant de son domaine d'activité. Celles-ci comprennent, le cas échéant, l'estimation de l'*incertitude* de mesure ainsi que des techniques statistiques pour l'analyse de données d'essai et/ou d'étalonnage (ISO/IEC 17025: 5.4.1).
- 3.1.5 **Disposer de procédures** avec mention de l'incertitude de mesure, ou disposer d'une procédure pour son estimation (méthodes non normalisées - ISO/IEC 17025: 5.4.4/k).
- 3.1.6 **Posséder et appliquer des procédures pour estimer l'incertitude de mesure** (ISO/IEC 17025: 5.4.6.1 et 5.4.6.2).
- 3.1.7 **Prendre en compte les sources d'incertitude lors de l'élaboration** des méthodes et procédures d'essai et d'étalonnage, dans la formation et la qualification du personnel, ainsi que dans la sélection et l'étalonnage de l'équipement utilisé (ISO/IEC 17025: 5.1.2).
- 3.1.8 **Disposer de procédures pour surveiller la validité des essais** et des étalonnages entrepris. La surveillance correspondante doit être planifiée et examinée. Cela peut inclure, sans s'y limiter (voir chap. 4.1.2 et 4.1.3) :
 - a. utilisation régulière de matériaux de référence certifiés et/ou secondaires ;
 - b. programmes de comparaisons entre laboratoires ou d'essais d'aptitude ;
 - c. essais ou étalonnages réitérés à l'aide de méthodes identiques ou différentes ;
 - d. d) nouvel essai ou étalonnage d'objets conservés ;
 - e. Corrélation de résultats pour des caractéristiques différentes d'un objet (ISO/IEC 17025: 5.9).

- 3.1.9 **Consigner** les résultats obtenus, le mode opératoire utilisé pour la *validation*, ainsi qu'une déclaration sur l'aptitude de la méthode à l'emploi prévu (ISO/IEC 17025: 5.4.5.2).
- 3.1.10 **Enregistrer les incidences des modifications** de méthodes non normalisées validées, éventuellement les valider (ISO/IEC 17025: 5.4.5.2 NOTE 3).
- 3.1.11 **Enregistrer suffisamment d'informations** lors de chaque essai pour faciliter l'identification des facteurs affectant l'*incertitude* (ISO/IEC 17025: 4.12.2.1).
- 3.1.12 **Donner dans le rapport, s'il y a lieu, une déclaration relative à l'*incertitude*** de mesure estimée ; l'information relative à l'*incertitude* est nécessaire lorsqu'elle est importante pour la validité ou l'application des résultats d'essai (conformité, spécification), (ISO/IEC 17025: 5.10.3.1/c).
- 3.1.13 **Définir les responsabilités** en matière de modification de méthodes et d'élaboration et de *validation* de méthodes nouvelles (ISO/IEC 17025: 5.2.4 NOTE).
- 3.1.14 **Assurer que l'équipement utilisé est en mesure de produire l'*incertitude*** de mesure requise, en particulier s'il a été établi que l'*incertitude* associée introduite par l'étalonnage contribue peu à l'*incertitude* totale du résultat d'essai (ISO/IEC 17025: 5.6.2.2.1).
- 3.1.15 **Contrôler que la gamme et l'exactitude** des valeurs pouvant être obtenues au moyen des méthodes *validées*, telles qu'estimées en vue de l'emploi prévu, **correspondent aux besoins du client** (ISO/IEC 17025: 5.4.5.3). "La gamme et l'exactitude" recouvrent, par exemple : l'incertitude des résultats, les limites de détection, la sélectivité de la méthode, la linéarité, la limite de répétabilité et/ou de reproductibilité, la robustesse par rapport à des influences extérieures et/ou la sensibilité réciproque aux interférences provenant de la matrice de l'échantillon/objet d'essai (ISO/IEC 17025: 5.4.5.3).

3.2. Recommandations

- 3.2.1 La validation est toujours un équilibre entre les coûts, les risques et les possibilités techniques (ISO/IEC 17025: 5.4.5.3 NOTE 3).
- 3.2.2 La *validation* peut également porter sur des procédures pour l'échantillonnage, la manipulation et le transport (ISO/IEC 17025: 5.4.5.2 NOTE 1).
- 3.2.3 Le degré de rigueur requis dans une estimation de l'*incertitude* de mesure dépend de facteurs tels que les exigences de la méthode d'essai ; les exigences du client ; l'existence de limites étroites sur lesquelles la décision de conformité à une spécification est basée (ISO/IEC 17025: 5.4.6.2 NOTE 1).
- 3.2.4 Le laboratoire peut éviter la démarche d'estimation de l'incertitude, s'il suit une méthode d'essai bien établie qui précise les limites des valeurs des principales sources d'*incertitude* de mesure et spécifie la forme de présentation des résultats calculés (ISO/IEC 17025: 5.4.6.2 NOTE 2).
- 3.2.5 Dans de nombreux cas, la gamme et l'incertitude des valeurs ne peuvent être données que de façon simplifiée pour cause de manque d'informations (ISO/IEC 17025: 5.4.5.3 NOTE 3). La gamme et l'incertitude des valeurs sont par exemple : exactitude, limite de

détection, sélectivité, linéarité, répétabilité, reproductibilité, robustesse et sensibilité réciproque.

- 3.2.6 La revue de la capacité (offres, contrats) peut également faire appel aux résultats d'une participation antérieure à des comparaisons entre laboratoires ou à des essais d'aptitude et/ou à l'exécution de programmes d'essais ou d'étalonnages expérimentaux utilisant des échantillons ou des objets de valeur connue afin de déterminer les *incertitudes* de mesures, les limites de détection, les limites de confiance, etc. (ISO/IEC 17025: 4.4.1 NOTE 2).

4. Discussions

4.1. Incertitude de mesure

4.1.1 Généralités

De nombreux guides, en particulier le GUM, décrivent clairement comment :

- **évaluer ou déterminer** la contribution de chaque source d'incertitude séparément
- **combinaison** les différentes contributions (composer)
- **déclarer** l'incertitude d'un résultat de mesure.

Le GUM définit deux méthodes d'évaluation de l'incertitude :

- **Type A** : par des moyens statistiques avec mesures répétées et calcul des écarts types
- **Type B** : par d'autres sources, p. ex. données antérieures d'étalonnages, de répétabilité, de reproductibilité, d'intercomparaisons, des constantes publiées, etc. données exprimées sous forme d'écart type ou de valeurs extrêmes (intervalle).

En pratique, on distingue :

1) Méthode strictement analytique-mathématique (voir annexe 7.1)

Chaque composante de l'incertitude est évaluée statistiquement séparément (Type A ou B ci-dessus) ; l'incertitude composée est ensuite calculée par combinaison des incertitudes selon la loi de propagation, c.-à-d. sur en fonction de la formule mathématique (f) de calcul du résultat. L'incertitude composée $U(y)_{\text{composée}}$ est la racine carrée de la somme des dérivées partielles au carré (corrélations exclues) :

$$U(y)_{\text{composée}}^2 = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 U^2(x_i)$$

Remarque : les dérivées partielles $\left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)$ sont appelées coefficients de sensibilité.

2) Méthode pragmatique d'évaluation directe de l'incertitude globale

Sur la base de données expérimentales ou de valeurs d'expériences du laboratoire issues de l'assurance de la qualité des résultats, p. ex. écarts types issus d'intercomparaisons entre laboratoires (Type B), d'essais de *reproductibilité* ou de *répétabilité* sur chaque étape ou module (Type A). Dans ce cas, toutes les composantes de l'incertitude sont incluses et ne sont pas évaluées séparément - on peut parler de méthode de la "boîte noire - black box".

En règle générale, c'est une **approche mixte** qui devrait être appliquée, dans laquelle plusieurs composantes ou étapes sont généralement regroupées. Une technique très utile est **la décomposition de la méthode en modules resp. en étapes**, avec détermination (théorique et/ou expérimentale) de l'incertitude propre à chaque module resp. étape. L'évaluation de l'incertitude composée se fait à l'aide des règles de propagation des erreurs ou par défaut selon la formule (1) la plus simple du chap. 7.1 (tableau **), si possible, en tenant compte d'éventuelles corrélations des contributions à l'incertitude composée - elles sont le plus souvent ignorées par défaut! Ceci nécessite une longue expérience et de bonnes connaissances techniques ! C'est souvent la seule solution si une méthode doit être modifiée à brève échéance ou rapidement adaptée à un nouveau problème.

Il est pratiquement impossible d'évaluer individuellement l'effet de chaque grandeur d'influence sur l'incertitude. De plus, l'expérience a montré que les incertitudes issues de la méthode analytique-mathématique sont le plus souvent trop faibles.

D'une manière générale, il ne semble donc pas utile voire même possible pour les laboratoires d'essais de procéder au calcul de l'incertitude strictement selon l'approche mathématique en huit pas basée sur des mesures répétées pour chaque grandeur d'influence resp. composante de l'incertitude avec récapitulation de l'incertitude composée au moyen d'équations complexes. Cette méthode est présentée en annexe chap. 7.1 de façon simplifiée (pour plus de détails voir p. ex. GUM, QUAM:2000.P1, Eurolab, Technical Report No. 1/2002).

Pour les laboratoires de la construction en particulier (voir chap. 5 et 6), une évaluation de "l'incertitude globale" semble généralement nettement plus réaliste.

Ainsi, hormis la méthode analytique-mathématique en 8 niveaux du GUM (cf. annexe 7), 5 méthodes de calcul de l'incertitude de mesure sont expliquées par le biais de la répétabilité (chap. 4.1.2) et de la reproductibilité / comparabilité (chap. 4.1.3).

4.1.2 Méthodes de calcul basées sur la répétabilité

A. Etalonnage avec étude des grandeurs d'influence

Les données obtenues suite à l'étalonnage peuvent servir à la *caractérisation de l'essai* donc à déterminer les valeurs caractéristiques (voir 4.2.1). Cette caractérisation peut éventuellement être complète.

Cette méthode permet de *déterminer l'incertitude* (p.ex. écart type de répétabilité) pour des conditions données, c.-à-d. les conditions de répétabilité particulières de l'étalonnage.

Il faut également évaluer (parfois approximativement) plus à fond l'effet des grandeurs d'influence selon 4.1.2.B et/ou en faisant varier certains paramètres choisis dans un domaine défini et fixé selon 4.1.3.B.

B. Essais de répétabilité internes

Des essais de répétabilité avec des étalons ou des matériaux de référence (év. internes) fournissent de nombreuses *données utiles à la caractérisation* de l'essai (voir 4.2.1).

Cette méthode permet de *déterminer l'incertitude* (écart type de répétabilité) pour des conditions données, c'est-à-dire les conditions de répétabilité sélectionnées.

En règle générale, *il faut également évaluer (parfois approximativement) plus à fond l'effet des grandeurs d'influence*, p. ex. en faisant varier certains paramètres choisis dans un domaine défini et fixé selon 4.1.3.B.

4.1.3 Méthodes de calcul basées sur la reproductibilité

A. Intercomparaison avec des méthodes d'essai de référence

Cette méthode est surtout utile quand on ne dispose pas d'étalon approprié ou de matériau de référence. Elle n'est fiable que *si la méthode de référence a été caractérisée* (p. ex. selon 4.1.2.A).

Il s'agit de comparer et d'évaluer statistiquement deux situations de répétabilité de type 4.1.2.B aux conditions respectives définies et fixées se correspondant le plus possible.

Cette méthode permet de *déterminer la ou les incertitude(s)* (écart type de répétabilité et/ou de reproductibilité) dans une ou des condition(s) définie(s) et fixée(s) au mieux et de *caractériser globalement* l'essai.

La méthode est "valide" si ses résultats du laboratoire se trouvent dans l'intervalle d'incertitude élargie autour de la moyenne des résultats correspondant de la méthode de référence.

L'effet et la maîtrise des grandeurs d'influence sont évalués (parfois approximativement), p. ex. en faisant varier certains paramètres dans un domaine défini et fixé dans les deux méthodes (voir 4.1.3.B), avec évaluation statistique de la dispersion consécutive entre les méthodes.

B. Intercomparaison interne - reproductibilité avec la même méthode

Des essais de reproductibilité, en général avec des étalons ou des matériaux de référence (év. internes) fournissent de nombreuses *données utiles à la caractérisation* de l'essai (voir 4.2.1).

Cette méthode consiste à évaluer l'effet de certaines grandeurs d'influence significatives (p.ex. les conditions ambiantes) par la variation de certains paramètres correspondants (p.ex. la température = différentes conditions de mesure) dans un domaine défini et fixé (même méthode, équipement, etc.).

Elle permet de *déterminer la ou les incertitude(s)* (écart type de répétabilité et/ou de reproductibilité) dans une ou des condition(s) définie(s) et fixée(s) et de *caractériser globalement* l'essai.

Par définition, elle sert à évaluer l'effet des grandeurs d'influence significatives sélectionnées dans un domaine défini et fixé = *étude des grandeurs d'influence*.

C. Intercomparaisons (essais comparatifs) avec d'autres laboratoires d'essais

Les essais comparatifs entre laboratoires peuvent *servir à la caractérisation* de l'essai (voir 4.2.1). Ceci nécessite une planification correcte, des contrôles statistiques et une bonne évaluation. Les critères de la norme ISO/CEI 17043 :2010 doivent être respectés lors de l'organisation d'intercomparaisons (comparatifs). La norme « évaluation de la conformité – exigences générales concernant les essais d'aptitude (ISO/CEI 17043 :2010) sert de base pour l'organisation de ce genre d'intercomparaisons. Pour trouver d'autres intercomparaisons resp. pour leur publication, le SAS recommande, en tant que membre de l'European co-operation for Accreditation (EA), de consulter également le site Internet suivant :

EPTIS / European Proficiency Testing Information System ([externer Link](#), neues Fenster).

Il s'agit de comparer et d'évaluer statistiquement plusieurs situations de répétabilité de type 4.1.2.B aux conditions respectives définies et fixées se correspondant presque intégralement, généralement avec la même méthode et des étalons ou des matériaux de référence (év. internes).

Cette méthode permet de *déterminer l'incertitude* (écarts types de répétabilité et de reproductibilité) dans certaines conditions définies et fixées et de *caractériser globalement* l'essai.

La méthode est "valide" si ses résultats se trouvent dans l'intervalle d'incertitude élargie autour de la moyenne des résultats (voir. chap. 5.3.2).

En règle générale, il faut également évaluer (parfois approximativement) plus à fond (à l'interne) l'effet des grandeurs d'influence, p. ex. en faisant varier certains paramètres choisis dans un domaine défini et fixé selon 4.1.3.B.

4.2. Validation

4.2.1 Généralités

Selon les définitions du chapitre 2, la validation est donc la **démonstration documentée** de la capacité d'une méthode ou procédure d'essai au sens large à satisfaire, à répondre aux exigences impliquées par la demande du client.

Ceci se fait par la **caractérisation** de la méthode ou procédure d'essais, c.-à-d. par l'évaluation (parfois l'approximation) des valeurs caractéristiques et la démonstration que celles-ci, en particulier l'incertitude, correspondent aux valeurs caractéristiques impliquées par les exigences liées à la demande du client (voir figures 1 et 2 ci-dessous). Pour rappel et illustration, les valeurs caractéristiques, en particulier l'incertitude de mesure, sont liées respectivement "produites" par les grandeurs d'influence.

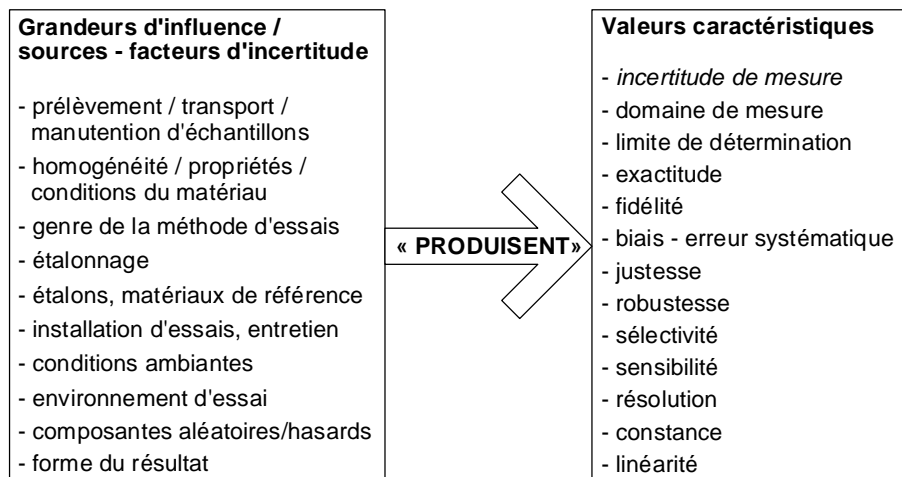


Figure 1 : Grandeurs d'influence et valeurs caractéristiques

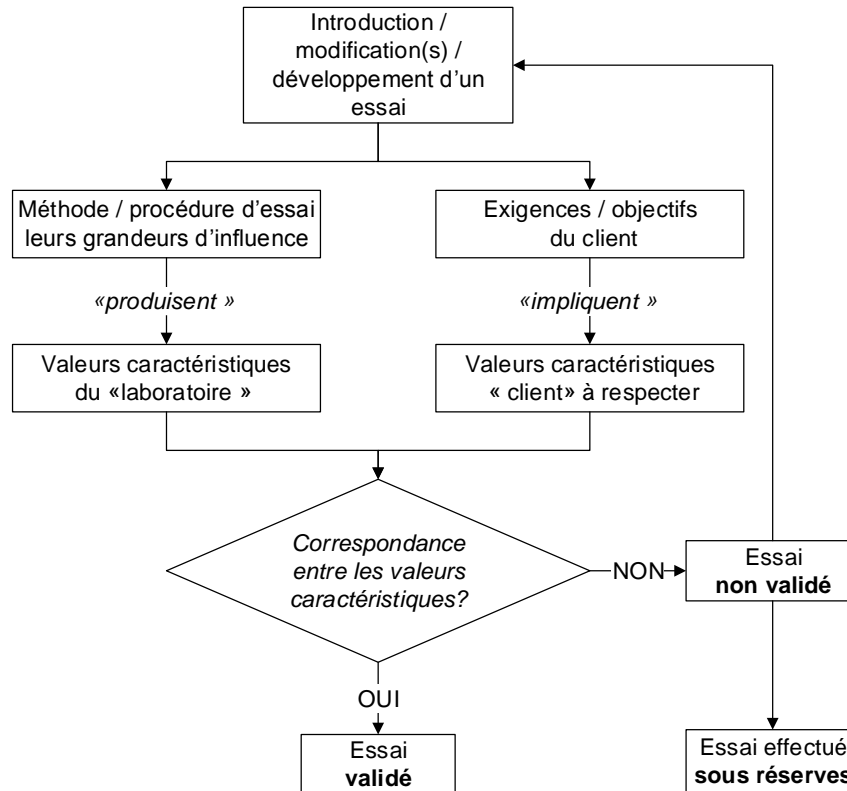


Figure 2 : Validation

Ainsi, **pour procéder à une validation**, deux conditions doivent être remplies :

- 1) *L'utilisation spécifique prévue* doit être définie ou tout du moins connue (flux de droite, fig. ci-dessus). Au cas où le client ne demanderait pas une méthode particulière, le laboratoire d'essais doit connaître les données du problème ainsi que les essais qui peuvent aider à sa résolution.
- 2) Ensuite, les méthodes d'essai doivent être caractérisées (flux de gauche, fig. ci-dessus).

Ceci signifie connaître les valeurs caractéristiques, donc les performances de la méthode. Il est possible d'identifier plusieurs techniques pour la caractérisation des méthodes d'essai. Elles se différencient par les procédures à utiliser, le type d'incertitude déterminée et leur domaine d'application. Le choix de la technique doit être fait en fonction des données du problème.

4.2.2 Deux approches - méthodes

D'une manière générale, on distingue deux grands types d'approches :

A. Approche "scientifique"

- évaluation de la *répétabilité* et de la *reproductibilité* de la méthode en fonction de ses différents éléments constitutifs et de ses particularités ;
- les données de base peuvent être issues de la littérature technique scientifique et/ou d'investigations ;
- l'analyse et la maîtrise des grandeurs d'influence significatives sont à démontrer, y compris la connaissance de l'incertitude de mesure associée.

B. Approche "comparative"

- *comparaison* des résultats avec ceux obtenus avec des méthodes adéquates déjà validées ou
- *intercomparaisons* avec d'autres laboratoires ; une méthode est "valide" si les résultats des différents laboratoires se trouvent dans l'intervalle d'incertitude élargie autour de la moyenne des résultats ; en cas d'écart = manque de contrôle de(s) grandeur(s) d'influence : analyser les causes, corriger, éventuellement redéfinir.

En pratique, une combinaison issue des méthodes décrites aux chapitres 4.1.2 et 4.1.3 devrait donner de bons résultats. Des indications plus détaillées peuvent être trouvées dans la littérature spécialisée. Quant au calcul de l'incertitude (globale / standard / composée) voir les chapitres 4.1, 5.3 et l'annexe 7.1.

5. Mise en pratique

Sur la base de toutes les considérations traitées ici, il est possible de définir les éléments qui, pour satisfaire les exigences de la norme ISO/IEC 17025, devront être appliqués et enregistrés, ceci toujours, bien sûr, selon les cas et en fonction des risques et des possibilités techniques particulières.

5.1. Essais "standards"

Dans ce cas, il est question de méthodes bien décrites dans des normes ou des documents normatifs dont **les valeurs caractéristiques de base sont connues**. Elles peuvent être très largement reprises de la littérature, de norme(s) ou de résultats obtenus par des groupes de travail issus d'associations professionnelles resp. d'instituts technico-scientifiques reconnus. Cette situation peut correspondre à la recommandation de la norme ISO/IEC 17025 évoquée au chap. 3.2.4 de ce document (ce qui n'exclut pas une démarche plus complète).

5.1.1 La validation de la procédure est considérée comme ayant été concrétisée par le travail de "normalisation". **Le laboratoire doit cependant démontrer (on parle parfois de "vérification") :**

- qu'il suit scrupuleusement la procédure décrite (normée) : 5.1.3.A;
- qu'il connaît et maîtrise les grandeurs d'influence (p.ex. liste / tableau) : 5.1.3.B, et
- qu'il peut produire l'incertitude annoncée : 5.1.3.C/D.

5.1.2 Les principaux moyens à disposition pour la démonstration du point 3 ci-dessus sont essentiellement de type "comparatif" avec détermination de "l'incertitude globale", citons p. ex.:

- **principalement** des essais de **répétabilité** resp. étalonnage (avec étalons, matériaux de référence, matériaux de référence internes - chap. 4.1.2.A et 4.1.2.B),
- **également** des essais de **reproductibilité** resp. des intercomparaisons (chap. 4.1.3),
- **éventuellement**, afin de démontrer la bonne maîtrise de l'essai, des **corrélations** de résultats avec des caractéristiques connues ou logiques de l'objet et/ou simplement des comparaisons directes entre résultats – dans le sens d'une **vérification de la plausibilité**.

5.1.3 Il convient, outre la procédure d'essai complète, **de documenter** :

A	les références : normes, littérature, manuel et données des fournisseurs - p. ex. appareil
B	les principales grandeurs d'influence avec une évaluation (approximative) de leur importance ou contribution à l'incertitude globale (données publiées et/ou d'expérience), c'est-à-dire les principaux facteurs de risque à maîtriser et à enseigner aux opérateurs Recommandation : évaluer ou déterminer ainsi chaque pas de la procédure de travail.
C	l'incertitude de mesure publiée (voir chap. 7.1, tableau *) et les principales valeurs caractéristiques décrites , en particulier <i>domaine de mesure, limite de détection, fidélité</i>
D	les principaux éléments de la validation interne - "vérification" du laboratoire selon 5.1.2, avec comparaison entre les données de 5.1.3.C et - l'écart type de répétabilité et/ou reproductibilité du labo et/ou - l'incertitude de mesure composée calculée sur la base de B/ (voir chap. 5.2.3, 7.1)
E	une déclaration sur la validité et l'aptitude de la méthode

L'incertitude type globale ou composée sera en principe donnée sous forme élargie ($k=2$, voir aussi chap. 6.5/), clairement mentionner alors :

- correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'environ 95%,
- le type d'incertitude (p. ex. écart type de répétabilité, de reproductibilité, etc.) et
- les grandeurs d'influence significatives éventuellement exclues, p. ex. l'échantillonnage (chap. 6.8/)

5.2. Essais modifiés ou développés

Dans ce cas, il est question de méthodes d'essai optimisées sur la base de méthodes existantes conformément aux exigences du client et de méthodes nouvellement développées. **Leurs valeurs caractéristiques de base sont donc inconnues.**

Selon les exigences de la norme ISO/IEC 17025 évoquées au chap. 3.1.1 de ce document, ces deux situations nécessitent une démarche de validation.

5.2.1 En matière de validation, le laboratoire doit :

- définir / connaître l'utilisation spécifique prévue (voir chap. 4.2.1)
- **identifier et évaluer (parfois approximativement) les grandeurs d'influence** resp. les *composantes significatives de l'incertitude* - p.ex. sous forme de liste / tableau des facteurs de "risque", éventuellement par étapes ou modules de l'essai (voir chap. 6.2/)
- **déterminer (parfois approximativement) les valeurs caractéristiques essentielles** (voir chap. 5.2.2), avec une attention particulière pour *l'incertitude globale de l'essai*.

5.2.2 Les principaux moyens à disposition pour la détermination des valeurs caractéristiques (= caractérisation) sont principalement de type "comparatif" (voir. chap. 4.2.2.B) avec détermination de "l'incertitude globale" (chap. 4.1.1, 2/), voir pour cela, entre autres possibilités, les éléments des chapitres 4.1.2, 4.1.3 et 7.1.

5.2.3 Il convient, outre la procédure d'essai complète, **de documenter** :

A	les références , normes, littérature, manuel et données des fournisseurs (appareil)
B	les principales grandeurs d'influence avec <i>une évaluation (parfois approximation) de leur contribution individuelle ou en module à l'incertitude globale (voir incertitude globale par combinaison ci-dessous) et/ou une évaluation statistique plus complète (étude de grandeur d'influence chap. 4.1.3.B)</i>
C1	l'incertitude type globale (écart type) sélectionnée et référencée, issue d'une série d'essai significative de répétabilité et/ou reproductibilité (selon chap. 5.2.2 et 4.1.2 / 4.1.3) et/ou l'incertitude globale par combinaison des incertitudes évaluées (parfois approximativement) par module (a, b, c, ... selon 5.2.3.B), calculée avec la formule simple choisie <i>par défaut, corrélations éventuelles exclues</i> : $U_{(tot)} = \sqrt{U_a^2 + U_b^2 + \dots + U_n^2}$ (chap. 7.1, tableau**)
C2	les valeurs caractéristiques essentielles évaluées (parfois approximativement et/ou publiées) , en particulier, <i>domaine de mesure considéré, limite de détection, fidélité</i>
D	les principaux éléments de la validation du laboratoire selon 5.2.2 resp. 5.2.3
E	une déclaration sur la validité et l'aptitude de la méthode

L'incertitude type globale ou composée sera en principe donnée sous forme élargie ($k=2$, voir aussi chap. 6.5/), clairement mentionner alors :

- correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'environ 95%,
- e type d'incertitude (p. ex. écart type de répétabilité, de reproductibilité, etc.) et
- les grandeurs d'influence significatives éventuellement exclues, p. ex. l'échantillonnage (chap. 6.8/).

5.3. Exemples

5.3.1 Remarque préliminaire

Les exemples ci-après sont inspirés de données et de travaux exécutés par des laboratoires accrédités suisses. Ils ne sont en aucun cas des modèles absolus - il n'en existe d'ailleurs aucun ! Le niveau de détail et de réflexion résulte de choix de leurs auteurs. Le premier (béton) est plus facile d'accès, le second plus approfondi. Mais, d'une manière générale, ces deux exemples illustrent raisonnablement les exigences requises par les auditeurs et experts techniques chargés de l'accréditation des laboratoires de la construction en Suisse.

5.3.2 Essai "standard" : détermination de la résistance à la compression sur cube de béton

Références (selon 5.1.3/ A)

- Procédure de travail du laboratoire du 12.08.2003 : essai type 1, détermination de la résistance à la compression sur cubes de béton
- Norme SIA 162/1 (1989)¹ :
 - Constructions en béton, essais sur matériaux
 - chap. 2 2 échantillonnage du béton frais
 - chap. 2 3 fabrication des éprouvettes
 - chap. 3 01 essai No 1 résistance à la compression

¹ Cette version de la norme est désormais abrogée. L'exemple de 2003 reste cependant valable.

- Norme SN EN 12350-1 : sur cube échantillonnage
- Norme SN EN 12390- 1: forme, dimensions et autres exigences relatives aux éprouvettes et aux moules
- Norme SN EN 12390-2 : Confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistance
- Norme EN 12390-3 : en compression sur éprouvettes
- Norme EN 12390-4 : caractéristiques des machines d'essai
- Rapport VAP/ALA n° 4/071 : Intercomparaison (essai comparatif) contrôle du béton frais 2002 ; résultats et évaluation ; exactitude des procédures ; 27.09.2002
- Certificat d'étalonnage presse 4000kN ; No F104202; SCS 068; 25.06.2003
- Certificat d'étalonnage pied à coulisse ; No 0002014/1; SCS 030; 15.01.2003

Connaissance et maîtrise des grandeurs d'influence (selon 5.1.3/ B)

Grandeurs d'influence	Contribution à l'incertitude			intégrée		Remarques
	val. rel.	val. abs.	source	oui	non	
Echantillonnage	forte		est.		x	L'échantillonnage n'influence pas la répétabilité. Sa contribution en reproductibilité est difficile à apprécier. Si le laboratoire échantillonne lui-même, les exigences des normes SIA 162/1 resp. SN EN 12350-1 sont remplies, donc le coefficient de variation (écart type en %-rel.) correspondant est au maximum de quelques %.
Moulage	faible		est.		x	L'influence du moule sur l'incertitude de mesure est éliminée par la préparation des cubes. Les surfaces rectifiées du cube doivent satisfaire les exigences normatives.
Fabrication		$\Delta C_o(\%) \cdot 2$ [N/mm ²]	est.		x	La fabrication contribue essentiellement à l'incertitude de mesure par des variations du coefficient de compaction (Co) des éprouvettes : $\Delta C_o = \frac{\Delta \text{Masse Volumique}}{\text{Masse Volumique}} \cdot 100\%$ Par grossière approximation, on admettra la variation de résistance à la compression (Δf_c) consécutive suivante : $\Delta f_c = \Delta C_o \cdot 2 \text{N/mm}^2$ Si le laboratoire confectionne lui-même les cubes, on peut considérer ces variations de compaction comme négligeables.
Entreposage in situ	forte		est.		x	L'entreposage sur place n'a pas d'influence sur la répétabilité. Sa contribution à la reproductibilité est forte. En cas d'entreposage inadéquat - hautes températures, fort séchage - des réductions de 10 à 20 % de la résistance à la compression peuvent être atteintes comparativement à l'entreposage conforme à la norme.
Transport	faible		est.		x	Normalement, l'influence du transport sur l'incertitude de mesure est bien moindre que celle de l'entreposage sur place, elle ne peut d'ailleurs en être séparée. En cas de grave manquement, il peut cependant avoir des conséquences majeures. Mais dans ce cas, l'essai ne doit pas être exécuté, donc grandeur pas intégrée .
Préparation	faible		est.		x	Les surfaces de mise en charge sont rectifiées et satisfont les exigences de la norme. De façon à éviter l'influence éventuelle de tensions internes dues à l'eau de la rectification, l'essai s'effectue au plus tôt 6 heures après cette opération. Cette contribution à l'incertitude de mesure est négligeable.
Entreposage au laboratoire	faible		est.		x	L'entreposage s'effectue en local climatisé avec les variations suivantes (ΔT)= $\pm 0.9^\circ\text{C}$; (Δ humidité relative)= $\pm 3\%$ (mesures du 30.06.03 au 07.07.03). De telles variations climatiques influencent la résistance à la compression de façon négligeable.

Grandeurs d'influence	Contribution à l'incertitude			intégrée		Remarques
	val. rel.	val. abs.	source	oui	non	
Mesurage (L x L)	0.33%	≈0.5 mm	étalon. + est.	x		La mesure s'effectue au moyen d'un pied à coulisse dont l'incertitude de mesure est de $\pm 15+5 \cdot L \mu\text{m}$ (L=longueur mesurée en m) selon certificat d'étalonnage. On admettra un écart type de $\pm 0.5\text{mm}$ pour la mesure de longueur des éprouvettes. Ceci correspond à un coefficient de variation de 0.33% pour une arrête mesurant habituellement 150mm.
Position en presse	faible		est.		x	Le centrage dans la presse se fait à vue selon le marquage des plateaux. L'influence sur l'incertitude de mesure est négligeable. En cas de grave manquement, on mesure des résistances réduites et la forme de la fissuration est parfois inhabituelle. Ces observations sont mentionnées sur le rapport d'essai.
Mise en charge	faible		est.		x	La mise en charge est contrôlée électroniquement. Les variations de vitesse de mise en charge sont donc négligeables. En cas de grave manquement, p.ex. plateaux inadaptés aux éprouvettes, absence de blocage de plateaux mobiles lors de charges élevées, on mesure des résistances réduites et la forme de la fissuration est parfois inhabituelle. Ces observations sont mentionnées sur le rapport d'essai.
Mesurage de la charge de rupture	0.30%		étalon.	x		L'écart type annoncé correspond à la moyenne obtenue sur les valeurs mesurées lors de l'étalonnage dans le domaine de mesure 400...2000kN - certificat d'étalonnage.
Conditions ambiantes	faible		est.		x	L'influence de modifications des conditions ambiantes est négligeable (voir remarques 4 et 7 - entreposages).

Val. rel. = valeur relative / val. abs. = valeur absolue / Est. = Estimation = (dans ce cas !) évaluation approximative - intuitive / étalon. = certificat d'étalonnage

Ainsi, l'incertitude de mesure composée (calculée en tant que coefficient de variation, c.-à-d. en valeur relative) = $\sqrt{0.33^2 + 0.33^2 + 0.30^2} = 0.56\%$.

Incertitude de mesure élargie = $2.0 \cdot$ coefficient de variation = 1.1% (correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'env. 95%).

.....Capacité de produire l'incertitude annoncée (selon 5.1.3/ C-D)

A. Données de la norme EN 12390-3 :

Essai croisé 1987, Grande-Bretagne, béton avec CEM I et granulats 0/20mm de la Thames Valley, compaction au pilon :

Répétabilité (EN 12390-3)		Reproductibilité (EN 12390-3)	
Coefficient de variation s_r	r	Coefficient de variation s_R	R
3.2%	9.0%	4.7%	13.2%

s_r, s_R = écart type/moyenne = coefficient de variation

r, R = $2.8 \cdot S$: correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'env. 99%.

B1. Données du rapport VAB/ALA n° 4/071

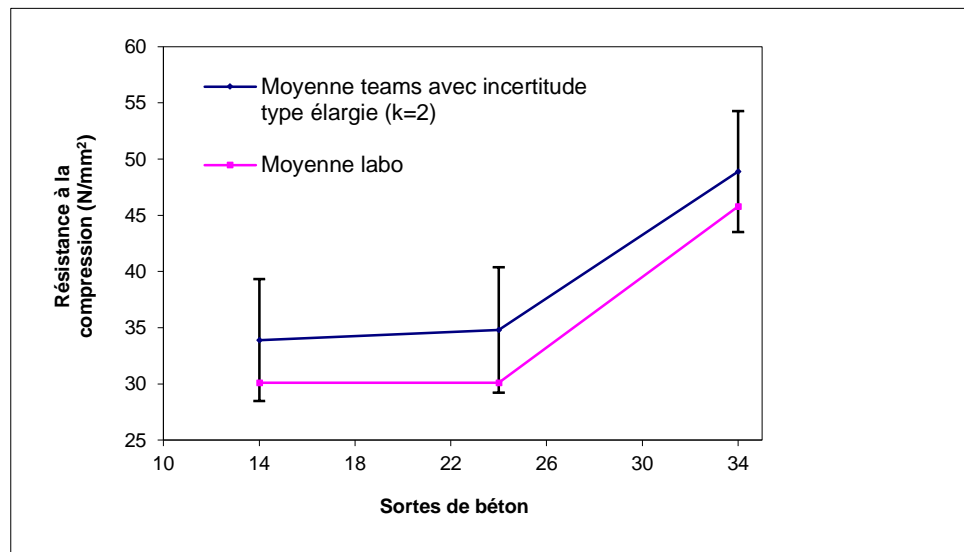
Essai croisé de 2002 CH, 15 sortes de béton, 39 Teams ; béton $f_{cm} = 35.0...44.9\text{N/mm}^2$:

Essai croisé VAB	Répétabilité	Reproductibilité
Ecarts types des teams (valeur absolue, de ... à)	0.64 à 0.98	1.48 à 2.76
Coefficient de variation des teams (c.-à-d. en relatif, de...à)	N/mm ² 1.8 à 2.4 %	N/mm ² 4.0 à 7.5 %

B2. Résultats du laboratoire dans l'essai croisé de 2002 du VAB

Laboratoire comparé aux groupes			Sorte n°:	14	24	34
Teams essai croisé	Moyenne (de chaque sorte)	A	N/mm ²	33.9	34.8	48.9
	s _r Moyenne des écarts types de répétabilité	B	N/mm ² (%)	0.88 (2.6)	0.88 (2.5)	0.88 (1.8)
	s _R Ecart type de reproductibilité	C	N/mm ² (%)	2.76 (8.1)	2.76 (7.9)	2.76 (5.6)
Répétabilité interne laboratoire	Moyenne Labo	D	N/mm ²	30.1	30.1	45.8
	Ecart type	E	N/mm ²	0.42	1.77	1.41
	Coefficient de variation (relatif : 100*E/D)	F	%	1.4	5.9	<u>3.1</u>
	Ecart type répét. Labo (c'est-à-dire (E/B) / s _r (groupes))		-/-	0.48	2.01	1.60

3.1 est la valeur U déclarée par le laboratoire



Interprétation des résultats du laboratoire

- L'incertitude de mesure composée calculée (1.1%, facteur 2 - niveau de confiance d'env. 95%) se trouve largement en dessous de celle donnée dans la littérature pour les conditions de répétabilité (p.ex. norme : 3.2%, valeur non élargie). La contribution de la mesure en tant que tel - mesurage du cube et de la charge de rupture - à l'incertitude globale est donc négligeable.
- Les résistances à la compression mesurées par le laboratoire dans le cadre de l'essai croisé de 2002 se trouvent systématiquement en dessous de la moyenne des teams. Mais les résultats du laboratoire se trouvent tout de même dans la limite (très inférieure) de l'intervalle d'incertitude élargie (facteur k=2, écart type de reproductibilité des teams) autour de la moyenne des résultats (voir graphique ci-dessus). C'est pourquoi ces résultats peuvent tout de même être considéré comme consistants.
- La cause de cet écart ne peut pas être trouvée facilement. Certes, les degrés de compaction étaient dans l'ensemble plus faibles que ceux obtenus par les teams. Les équipements utilisés et la durée de compactage ne sont pas remis en question.

- L'écart type de répétabilité du laboratoire est généralement supérieur à l'écart type de répétabilité des groupes (Ecart type répét. labo / sr (groupes)), ce qui peut tout de même être considéré comme consistant.

Déclaration requise par ISO 17025 sur la validité et l'aptitude de la méthode

(selon 5.1.3/E) :

- Procédure pour la détermination de la résistance à la compression de cubes de béton de 15x15x15 cm selon les normes SN EN 12350-1, SN EN 12390-1, SN EN 12390-2, EN 12390-3 et EN 12390-4,
- domaine de mesure 30-50 N/mm²,
- incertitude de mesure globale 7% ($3.1 * 2 = 6.2$ arrondie à l'unité supérieure), obtenue par essais de répétabilité interne (coefficient de variation), facteur d'élargissement de 2 (correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'env. 95%), échantillonnage et confection exclus.

5.3.3 Essai "standard" : détermination de la granularité – analyse granulométrique par tamisage

Références (selon 5.1.3/ A)

- Procédure de travail (SOP) ES 13002.22 : Détermination de la granularité – Analyse granulométrique par tamisage.
- SN EN 933-1 resp. SN 670 902-1 : Détermination de la granularité de granulats. Analyse granulométrique par tamisage
- SN EN 12350-1 ; Echantillonnage
- SN 670 808a ²: Analyse granulométrique de granulats minéraux et sols - tamis d'analyse, exigences
- Certificat d'étalonnage 103C-4 DKD-K-14701 (2004) balance Mettler PM34K.
- Certificat d'étalonnage DKD-K-14701 (2004) balance Mettler PC16.
- Essai croisé ROBIN (2003) : analyse d'un enrobé HMT16.
- Document interne (2004) : Contrôle des tamis à l'aide du sable de référence.
- "Example for estimating the measurement uncertainty in building materials testing (aggregates)", EA Expert Group on Uncertainty of Measurement in Testing, Dr.-Ing. W. Hinrichs, MPA Clausthal, Germany, 4th draft, published for debate, Jan. 2003 (<http://www.euro-lab.org>).

² Cette version de la norme est désormais abrogée. L'exemple reste cependant valable.

Connaissance et maîtrise des grandeurs d'influence (selon 5.1.3/ B)

Grandeurs d'influence	Contribution					Incertitude U		Source Commentaire
	éliminé	intégré	+	-	--	% rel.	abs.	
Echantillonnage	1		X			2.6	1 [%pds]	<u>Ne fait pas partie de la procédure</u> resp. du bilan d'incertitude. Cette étape est cependant très importante. A titre indicatif, on trouve dans la littérature (Hinrichs, 2003) les données suivantes : "essai croisé", quatre personnes entraînées échantillonnent sur un même tas un multiple de la quantité requise et réduisent l'échantillon. Ecart type de reproductibilité obtenu sur les pesées des deux dernières masses réduites : 1%-poids resp. 2.6% relatif .
Réduction de l'échantillon		1			X			La réduction de l'échantillon n'entraîne que peu de dispersion si les quantités minimums sont respectées (voir aussi ci-dessus).
Séchage et pesée M1 U(M₁)	1			X		0.023	0.046 [g]	Certificats détalonnage des balances font foi. Les masses minimales requises sont de 200 g (voir point ci-dessus). Pour la granulométrie cette valeur sert de contrôle uniquement, elle doit être respectée. Cette contribution n'est donc pas intégrée dans le bilan.
Séchage et pesée M2 U(M₂)		1		X		0.023	0.046 [g]	<u>Séchage</u> : l'absorption d'humidité par le matériel peut théoriquement modifier le résultat. Le séchage est accepté lorsque la constance de poids est atteinte - tolérance de 0.1% sur une heure d'intervalle entre deux pesées. L'influence des conditions ambiantes (voir ci-dessus) resp. de cette valeur sont donc négligeables. <u>Pesée</u> : certificats d'étalonnage des balances font foi : idem pesée M1 ci-dessus Certificat 103C-4 DKD-K-14701 (2004) balance Mettler PM34K, l'incertitude U élargie d'un facteur K=2 est : de 0 à 4000g : U = 0.08+0.000062*m [g] de 4000 à 32000g : U = 0.70+0.00006*m [g] Certificat DKD-K-14701 (2004) balance Mettler PC16, l'incertitude U élargie d'un facteur K=2 est : U = 0.08+0.000018*m [g] Donc pour 200[g] : U = (0.08+0.000062*200)/2 <small>note ci dessous</small> = 0.046[g] resp. en relatif 100*0.046 / 200 = 0.023 %
Tamissage U(M_{#i})		1	X			0.6 à 2.6		Le pouvoir de séparation à une ouverture donnée x dépend de la justesse (tolérance) du tamis qui varie entre 1% pour les tamis de 63 mm et 6% pour le tamis de 0.063 mm selon la norme SN 670 808a. Ces valeurs correspondent à : 100*(tolérance de la norme en mm)/(diamètre du passant en mm). Le cas le plus défavorable correspond aux granularités étroite D/d =2 où la variation de la taille du tamis influence le plus fortement la fraction de refus. <u>Pour un gravillon 4/8</u> tamis de 4 mm ont selon la norme une justesse (tolérance) de ± 3.2 % rel. de refus resp. ± 4.5% absolu. Ainsi l'incertitude réduite pour une distribution rectangulaire (supposée) est : $U = \frac{4.5\%}{\sqrt{3}} = 2.6\%$ <small>note ci dessous</small> Pour une granularité étendue, l'incertitude en valeur absolue est réduite d'un facteur lié à l'étalement <u>Pour un sable 0/4</u> : refus ± 1.1% absolu donc une incertitude réduite par $\sqrt{3}$ <small>note ci dessous</small> de 0.6 % absolu .

Grandeurs d'influence	Contribution					Incertitude U		Source Commentaire
	éliminé	intégré	+	-	--	% rel.	abs.	
Pesée de chaque fraction U'(M_#)		1		X		0.023	0.046 [g]	<p>Certificats d'étalonnage des balances font foi : idem pesée M2. <i>Remarque</i> : 2 méthodes de mesure sont applicables</p> <p>a) par <u>pesées séparées</u> de chaque fraction (m_i), b) par <u>pesée cumulée</u> de toutes les fractions M_{#i}.</p> <p>L'incertitude de mesure du refus cumulé va donc dépendre de la réponse de la balance (linéarité).</p> <p>1/ En cas de <u>balance avec une incertitude proportionnelle</u> à la masse U(m)= α·m_i :</p> <p>a) $U(M_{\#i}) = \alpha \cdot \sqrt{m_{32,5}^2 + m_{22,4}^2 + \dots + m_i^2}$ b) $U(M_{\#i}) = \alpha \cdot M_{\#i} = \alpha \cdot (m_{32,5} + m_{22,4} + \dots + m_i)$ Le cas a) est plus exact.</p> <p>2/ En cas de <u>balance avec une incertitude constante</u> U(m)=β:</p> <p>a) $U(M_{\#i}) = \sqrt{n} \cdot \beta$ (n : nombre de pesées) b) $U(M_{\#i}) = \beta$ Le cas b) est plus exact.</p> <p>En fait, les balances ont une incertitude avec les 2 composantes (1 et 2) et les 2 méthodes (a et b) donnent des résultats aux différences finalement négligeables.</p>
Perte de matière (lors du trempage, séchage, tamisage) U'(M₂)		1	X			0.6		<p>Si l'essai est mal réalisé, il y a risque de perte de matière. La perte maximum admise est de 1% du poids total avant tamisage (cas très défavorable).</p> <p>Incertitude réduite pour une distribution rectangulaire (supposée) est :</p> $U = \frac{1\%}{\sqrt{3}} = 0.6\% \quad \text{note ci dessous}$
Conditions ambiantes		1			X			<p>Aucun paramètre mesuré ou équipement n'est sensible de façon significative à la température, humidité (voir ci-dessus), etc. Les conditions ambiantes du laboratoire sont maîtrisées et enregistrées en cas de fluctuations particulières.</p>

% rel. = valeur relative en % / abs. = valeur absolue dans l'unité de la valeur de mesure

+: contribution importante pour l'incertitude

- : contribution moyenne pour l'incertitude

-- : contribution minime pour l'incertitude

Note : Faut-il réduire systématiquement de $\sqrt{3}$ les valeurs d'incertitude données par étapes (év. évaluation approximative - intuitive) ?

Il existe différentes situations.

- Lorsque la valeur est une donnée purement "intuitive" - approximative, il est préférable de ne pas la réduire de façon à pouvoir calculer une incertitude "au pire".
- Par contre, si la situation est bien connue et qu'il s'agit clairement d'une distribution rectangulaire resp. triangulaire (voir chap. 7.1 tableau*), la réduction par $\sqrt{3}$ resp. $\sqrt{6}$ est alors justifiée. En règle générale, on réduit par défaut (distribution rarement connue) avec $\sqrt{3}$.
- Les écarts types ne sont réduits que dans la mesure où il s'agit de valeurs publiées sous forme élargies (facteur 2 par exemple).

.....**Capacité de produire l'incertitude annoncée (selon 5.1.3/ C-D)**

BILAN	Contribution					Incertitude U		Source Commentaire
	élimine	intègre	+	-	--	% rel.	abs.	
Formule (1) la plus simple par défaut (voir chap. 7.1, tableau **) : $U_{(y)} = \sqrt{U(M_2)^2 + U(M_{\#i})^2 + U'(M_2)^2 + U'(M_{\#i})^2}$	2/8	6/8				0.85 à 2.70	0.85 à 2.70	La valeur calculée pour le cas le plus défavorable (2.70%) représente le cas le plus sévère pour un granulat à fraction étroite. Pour un sable 0/4, cette incertitude composée est réduite d'un facteur d'env. 4 L'incertitude en % absolu est considérée comme identique à celle en % relatif (= cas le plus défavorable - "au pire").
Essai croisé							0.35 à 1.95	Essai croisé Robin 2003 : analyse d'un enrobé HMT16, l'écart type de reproductibilité est plus important sur les tamis de gros passants.
Répétabilité laboratoire							0.09 à 0.88	Contrôle interne des tamis à l'aide du sable de référence (voir document interne - écarts types de répétabilité). Le tamis de 4 mm dévie le plus fortement.
Selon norme						---	0.80 à 4.20	Norme SN EN 933-1/prA1:2003: répétabilité (donnée avec un facteur d'élargissement de 2) calculée selon ISO 5725 sur la base de deux essais répétés sur 3 sables par 17 laboratoires de 9 pays européens (reproductibilité: 1.70 à 8.60 %-abs. sur le % de refus cumulé).

% rel. = valeur relative en % / abs. = valeur absolue dans l'unité de la valeur de mesure

Interprétation des résultats du laboratoire

Les écarts types obtenus par répétabilité interne et lors de l'essai croisé sont inférieurs à l'incertitude composée calculée suite à l'analyse des grandeurs d'influence ainsi qu'à l'incertitude publiée dans la norme. Ceci provient essentiellement du fait que les analyses granulométriques concernées sont réalisées uniquement sur des granulats étendus où la contribution à l'incertitude de la séparation par tamisage est plus faible.

Déclaration requise par ISO 17025 sur la validité et l'aptitude de la méthode (selon 5.1.3/ E) :

- Procédure pour l'analyse granulométrique par tamisage resp. la détermination de la granularité de granulats selon les normes SN EN 933-1 resp. SN 670 902-1, SN EN 12350-1 et SN 670 808a,
- domaine de mesure, tamis de 0.063 - 63 mm,
- incertitude de mesure globale sur le refus est de 5%-poids pour une granularité étroite resp. 2%-poids pour une granularité étendue, valeurs obtenues par calcul (arrondi à l'unité) de l'incertitude composée des contributions des principales grandeurs d'influence, facteur d'élargissement de 2 (correspond pour une distribution normale supposée à un niveau de confiance d'env. 95%), échantillonnage exclu du bilan, corrélations éventuelles négligées.

Données de validation de la procédure du laboratoire - vérification (selon 5.1.1)

1) *qu'il suit scrupuleusement la procédure décrite (normée) :*

La procédure du laboratoire respecte intégralement les prescriptions de la norme SN EN 933-1 ainsi que les normes référencées. Le rapport d'essai contient toutes les informations prescrites et les formulaires de calcul ont été dûment validés.

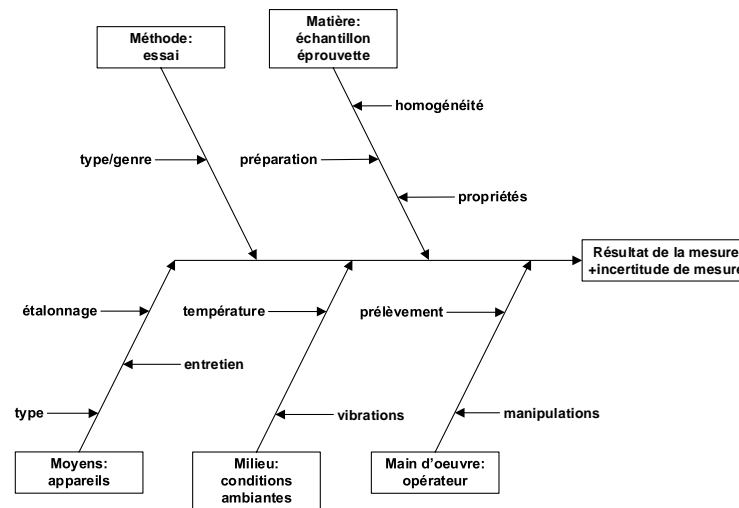
2) *qu'il connaît et maîtrise les grandeurs d'influence :* elles ont été définies et évaluées pour la détermination de l'incertitude de mesure composée - voir ci-dessus.

3) *qu'il peut produire l'incertitude annoncée :*

Les essais croisés et les essais de répétabilité donnent des écarts type inférieurs à l'incertitude composée calculée, ce qui permet d'attester la bonne maîtrise de l'essai. De plus, les ordres de grandeurs obtenus correspondent aux attentes (intuitives) et les contrôles des tamis à l'aide du sable de référence sont conformes.

6. Remarques complémentaires

1. Les grandeurs d'influence et valeurs caractéristiques considérées et publiées par le laboratoire, en particulier l'incertitude de mesure, ne sont **valables strictement que pour le domaine et les conditions de mesure considérés** et décrits dans la procédure d'essai validée.
2. Pour l'identification et l'évaluation des grandeurs d'influence de l'incertitude de mesure relatives à tous les aspects, toutes les étapes de l'essai, l'utilisation d'un "diagramme de causes à effet" est très utile (voir exemple général ci-dessous). Cet outil se présente sous la forme d'arêtes de poisson classant les catégories de grandeurs ou composantes inventoriées, p. ex. selon la loi des 5 M (méthode, matière, moyens, milieu, main d'œuvre) ou par étapes de l'essai ou encore par donnée/quantité d'entrée. Inscrive sur des minis flèches les grandeurs ou composantes d'influence rattachées à chacune des familles selon la situation examinée. Il faut veiller à ce que toutes les causes potentielles apparaissent. Ceci permet de mieux visualiser et apprécier (voir ci-après) les grandeurs ou composantes d'influence significatives et surtout de ne pas en oublier.



3. Lors d'une approximation initiale de l'incertitude de mesure produite par grandeur d'influence ou par composante, on peut en principe considérer comme négligeable une composante dont la valeur est inférieure à 1/5 de la contribution de la composante majeure. Une telle composante mineure contribue à environ 2% de l'incertitude globale composée. Ce principe permet une meilleure sélection des grandeurs d'influence significatives à maîtriser et à évaluer.
4. L'incertitude de mesure resp. l'écart type peuvent être exprimés sous forme de valeur absolue (+/- 0.01 ml) ou relative (+/- 1% de la valeur - voir "coefficient de variation", chap. 2.2). Il faut s'assurer que la façon de reporter l'incertitude de mesure ne donne pas une fausse idée du résultat.
5. En pratique, on utilisera une valeur d'incertitude élargie, avec un facteur $k = 3$ (niveau de confiance d'environ 99.7 %), si l'évaluation (parfois approximation) de l'incertitude laisse planer des doutes, par trop d'inconnues, de grandeurs d'influence éventuellement omises, etc.
6. Les résultats d'essais d'une série d'échantillons peuvent être considérés comme « corrects » si leur écart (= différence entre la plus grande et la plus petite valeur individuelle) n'est pas plus grande que la limite de répétabilité).

Les résultats d'essais de deux **séries d'échantillons dans différents laboratoires d'essais** peuvent être considérés comme « corrects » si leur écart (= différence entre la plus grande et la plus petite valeur individuelle des deux séries) n'est pas plus grande que la limite de reproductibilité.

Les résultats d'essais d'une **série d'échantillons dans un laboratoire d'essais** peuvent être considérés comme « corrects » si l'écart maximal d'une valeur individuelle de la valeur moyenne commune de toutes les séries d'échantillon de tous les laboratoires d'essais participant n'est pas plus grand que deux fois l'écart type de comparaison S_R . Si les différences ou les écarts sont plus grands, cela signifie une « défaillance » des résultats d'essais.

7. Pour l'interprétation des propres résultats avec des écarts types calculés lors de comparaisons, les incertitudes de mesure de la norme d'essais élargies doivent être divisées par $\sqrt{2}$.
8. Les laboratoires doivent souvent adapter leurs méthodes d'essai et les mettre en service à brève échéance. Ainsi il n'est souvent pas possible de procéder à une validation complète et il faut par conséquent compter avec un risque plus élevé d'analyse inexacte. Si de telles validations "ad hoc" ou partielles sont indispensables, les méthodes correspondantes ainsi que les déroulements de décision doivent être fixés. Dans tous les cas, les risques primaires correspondants doivent être connus de l'organisme d'essais et des clients concernés (essais "sous réserves", voir chap. 4.2.1). Une validation complète doit être immédiatement entreprise, en particulier lorsque la méthode d'essais modifiée continue à être utilisée par la suite.
9. Les cartes de contrôle, connues à l'origine dans les contrôles industriels de production, se sont également révélées être un instrument efficace pour la surveillance des méthodes d'analyse. Les cartes de contrôle (il existe une série de types différents) ne servent pas exclusivement à la détermination des tendances, elles délivrent également de précieuses informations sur la fiabilité des méthodes d'essai et le domaine effectif de dispersion des résultats obtenus. En particulier pour les laboratoires qui procèdent à des méthodes d'essai de manière fortement automatisée et traitent de grandes quantités d'échantillons, il est recommandé de confirmer les valeurs obtenues, par les différentes méthodes de caractérisation, par l'utilisation des cartes de contrôle appropriées. De ce fait, il s'agit d'un outil peu utilisé dans le domaine des laboratoires de la construction qui utilisent des méthodes généralement peu ou non automatisée.
10. Si le laboratoire partage ou porte la responsabilité du prélèvement d'échantillons (fait partie du mandat) = grandeur d'influence, il est alors nécessaire d'évaluer (parfois approximativement) et d'enregistrer l'influence correspondante sur les résultats recherchés.
Mais cette contribution ne devrait, en règle générale, pas faire partie de l'incertitude globale, usuelle de l'essai. Dans le domaine des laboratoires de la construction, l'échantillonnage est un paramètre particulièrement sensible et important (matériaux de base naturels, objets examinés de dimensions et homogénéité très irrégulières, etc.). Il ne faudrait pas "discréditer" les essais en intégrant cette grandeur d'influence majeure dans l'incertitude globale, alors que l'échantillonnage ne fait pas toujours partie de la responsabilité du laboratoire ! Le laboratoire doit cependant être en mesure d'en évaluer l'importance (voir chap. 3.2.2).
11. Comme cela est déjà évoqué aux chapitres 5.1 et 5.2, des groupes de travail issus d'associations professionnelles ou des instituts technico-scientifiques reconnus peuvent proposer des solutions "standards", reprises ensuite intégralement par les laboratoires dans le contexte décrit au chap. 5.1. Cette démarche peut, en effet, permettre une détermination "commune" de l'incertitude de mesure, des valeurs caractéristiques ainsi qu'une description des principales grandeurs d'influence d'une procédure d'essai spécifique (normée, modifiée ou développée).

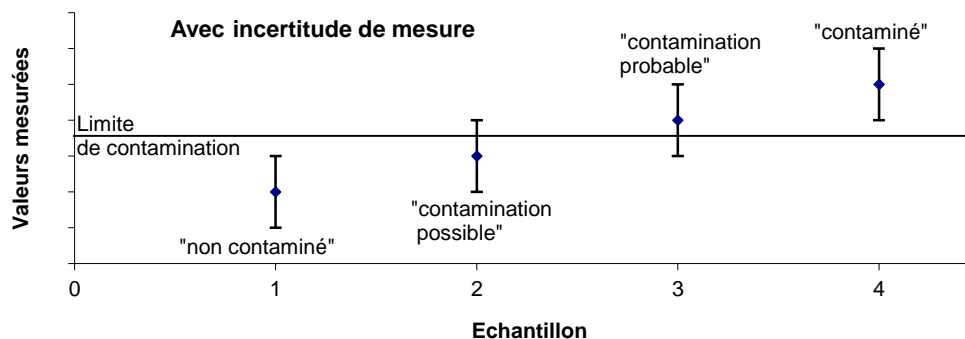
Important :

- **Une interprétation** du laboratoire de ses propres résultats et données (grandeurs d'influence dans les propres conditions d'essais) est indispensable.
- Les règles internationales ILAC P9, EA 4/18 et les règles du SAS contenues dans le doc. 330e constituent la base pour la participation à ce genre de comparaisons – y compris PT voir ci-dessous (surtout **fréquence** pour chaque « sub-discipline » - c'est-à-dire des domaines techniques définis se basant sur la technique de mesure, la propriété et le produit.

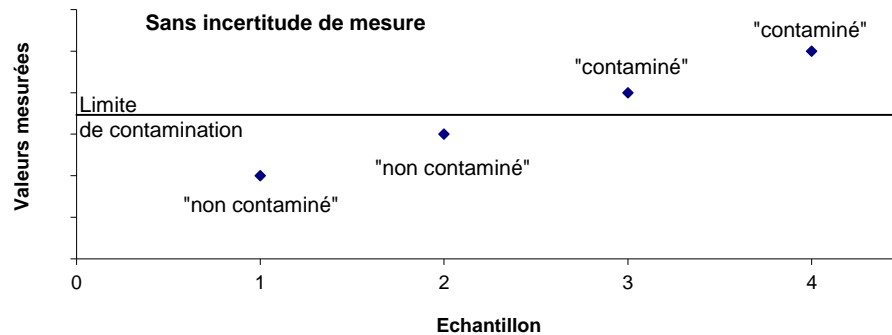
12. Bien que les exigences de la norme ISO/IEC 17025 en la matière nécessitent des compétences et un "investissement" qui peuvent être valorisés auprès de la clientèle des laboratoires, l'incertitude de mesure, en elle-même, n'est en principe pas un outil de propagande, c'est-à-dire qu'une plus petite incertitude de mesure déclarée ne signifie pas une meilleure maîtrise de l'essai.

En particulier, le fait d'annoncer **une valeur faible n'est pas une "mesure" de la maîtrise technique ou de la compétence** d'un laboratoire. Différentes procédures d'essais produisent en effet différents types d'incertitude, différentes techniques d'évaluation de l'incertitude produisent différentes valeurs d'incertitude, certaines grandeurs d'influence peuvent avoir été négligées, p. ex. l'échantillonnage, etc. Des solutions "harmonisées" par des groupes de travail (voir paragraphe ci avant) peuvent permettre une évaluation raisonnable de l'incertitude de mesure utilisée communément par des laboratoires "concurrents".

13. La figure ci-après montre ce qui peut être "affirmé" sur des valeurs mesurées exprimées avec l'incertitude de mesure élargie (+/- U) par rapport à une valeur limite (par exemple un seuil de contamination - voir à ce sujet le document ILAC-G8) :



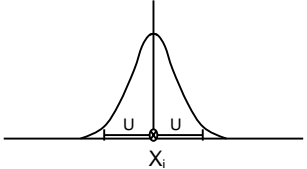
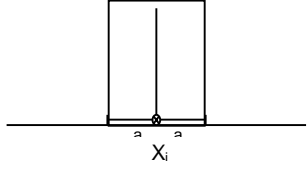
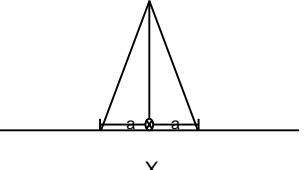
La figure ci-après montre ce qui aurait été "affirmé" sur des valeurs mesurées **sans connaissance de l'incertitude de mesure** par rapport à une valeur limite (par exemple un seuil de contamination) :



7. Annexes

7.1. Approche mathématique-analytique en huit pas (GUM) - principes

1. Formuler mathématiquement le résultat (y) en fonction de toutes les données/grandeurs d'entrée ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$), l'équation est une fonction: $y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$, identifier également toutes les sources d'incertitude - les grandeurs d'influence
2. Déterminer les données/grandeurs d'entrée (p. ex. par mesures, données publiées dans des tables ou formulaires, données de spécifications)
3. Déterminer l'incertitude sur chaque donnée/grandeur d'entrée de
 - type A : par moyens statistiques avec mesures répétées et calcul des écarts types
 - type B : par d'autres sources, p. ex. données antérieures d'étalonnages, de répétabilité, de reproductibilité, d'intercomparaisons, des constantes publiées, etc. données exprimées sous forme d'écart type ou de valeurs extrêmes (intervalle) - (en tenant compte de la distribution statistique : tableau*)
4. Identifier les covariances, c.-à-d. les corrélations entre les effets de différentes sources d'incertitude sur les données/grandeurs ; par défaut - trop d'inconnues - on néglige généralement les corrélations, ceci peut engendrer des calculs d'incertitude faussés !
5. Calculer le résultat (y) de la mesure avec les données/grandeurs d'entrée : $y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$
6. Calculer l'incertitude composée avec les données du point 3, *corrélations exclues pour simplifier !* Calculs selon les lois de propagation de l'incertitude en fonction de la formule mathématique du résultat : tableau**
7. Calculer l'incertitude composée élargie : avec $k = 2$, c.-à-d. 2 fois l'incertitude composée (6)
8. Livrer le résultat de la mesure (y) avec l'incertitude composée élargie, clairement mentionner : $k = 2$, "niveau de confiance" d'environ 95 % pour une distribution normale supposée, le type d'incertitude et les grandeurs d'influence éventuellement exclues (p. ex. échantillonnage)

* Type de données publiées - distribution statistique	Incertitude de mesure réduite $U_{(x_i)}$ de la donnée/quantité (x_i)	Illustration graphique de la distribution statistique autour de la valeur x_i
<p>"Distribution normale"</p> <p>(Gauss) : si incertitude ou écart type sont donnés sous forme élargie, on divise l'incertitude par le facteur k</p>	$U_{(x_i)} = \frac{U_{(x_i) \text{ élargie}}}{k}$	
<p>"Distribution rectangulaire"</p> <p>les valeurs extrêmes (a_+) et (a_-) sont données et probables = <i>cas général, choisi par défaut en cas de doute = "au pire" !</i> On divise par $\sqrt{3}$</p>	$U_{(x_i)} = \frac{(a_+ - a_-)/2}{\sqrt{3}}$ <p>et si $(a_+ - a_-) = 2a : U_{(x_i)} = \frac{a_i}{\sqrt{3}}$</p>	
<p>"Distribution triangulaire"</p> <p>valeurs mesurées sont gén. plus proches du "centre" que des extrêmes (ex. vol. d'un flacon de 100 ml +/- 0.1 ml) = <i>cas plus rare. On divise par $\sqrt{6}$</i></p>	$U_{(x_i)} = \frac{(a_+ - a_-)/2}{\sqrt{6}}$ <p>et si $(a_+ - a_-) = 2a : U_{(x_i)} = \frac{a_i}{\sqrt{6}}$</p>	

Tableau*: incertitude de mesure publiée et réduite selon la distribution statistique.

** Equation - formule de calcul du résultat (y)	Calcul de l'incertitude composée $U_{(y)}$, corrélations exclues !
<p>Faite exclusivement de sommes et de différences :</p> $y = x_1 + x_2 + x_3 - \dots + x_n \dots$	$U_{(y)} = \sqrt{U_1^2 + U_2^2 + U_3^2 + \dots + U_n^2} \quad \text{(1)}$
<p>Faite exclusivement de produits ou de quotients :</p> $y = x_1 \cdot \frac{x_2}{x_3} \cdot \dots \cdot x_n$	$U_{(y)} = y \cdot \sqrt{\frac{U_1^2}{x_1^2} + \frac{U_2^2}{x_2^2} + \frac{U_3^2}{x_3^2} + \dots + \frac{U_n^2}{x_n^2}} \quad \text{(2)}$
<p>Faite d'exposants :</p> $y = x_1^a x_2^b \dots x_n^z$	$U_{(y)} = y \cdot \sqrt{\frac{a^2 U_1^2 (x_1)}{x_1^2} + \frac{b^2 U_2^2 (x_2)}{x_2^2} + \dots + \frac{z^2 U_n^2 (x_n)}{x_n^2}} \quad \text{(3)}$

Tableau** : calcul de l'incertitude de mesure composée (loi de propagation) par dérivation partielle de la fonction $y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$

7.2. Littérature

EA 4/02 M: 2013: Expressions of the Uncertainty of Measurements in Calibration

EA 4/16, G:2003: EA Guidelines on the expression of measurement uncertainty in quantitative testing

EA-4/18 INF: 2010: EA Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation
EURACHEM / CITAC: Leitfaden Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen, Zweite Auflage, (2. Entwurf), Stand: Mai 2003

http://www.uni-stuttgart.de/eurachem/pdf/quam2000de_v2.pdf

EURACHEM/CITAC Guide, 3rd ed.: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement 3rd Edition (2012); <https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>

EUROLAB, Technical Report N° 1/2002, June 2002: Measurement uncertainty in testing - A short introduction on how to characterise accuracy and reliability of results including a list of useful references <http://www.eurolab.org/documents/1-2007.pdf>

Hinrichs W. (2003): "Example for estimating the measurement uncertainty in building materials testing (aggregates)", EA Expert Group on Uncertainty of Measurement in Testing, MPA Clausthal, Germany, 4th draft, published for debate, Jan. 2003; <http://www.eurolab.org>

ILAC-G8:03/2009: Guidelines on Assessment and reporting of Compliance with Specification

ILAC-G17:2002: Introducing the concept of uncertainty of measurement in testing in association with the application of the standard ISO/IEC 17025

JCGM 100:2008 : International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM, 3^{ed} edition).

JCGM 100:2008 Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (GUM)

ISO 3534-1(2006): Statistics - Vocabulary and Symbols

ISO 5725-1/6 (1994 + 1998 for -5): Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

ISO 13528:2009: Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

ISO/DTS 21748:2010: Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

SN EN ISO/IEC 17011:2004: Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Akkreditierungsstellen, die Konformitätsbewertungsstellen akkreditieren (ISO/IEC 17011:2004)

SN EN ISO/IEC 17025 (Ed. 2005): General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

SN EN ISO/IEC 17043:2010: Conformity assessment -- General requirements for proficiency testing

SAS (2013), Dok. 329.dw / doc. 329.fw : Schätzung der Messunsicherheit in Prüflaboratorien, Anforderungen der SAS / L'estimation de l'incertitude de mesure pour les laboratoires d'essais, exigences du SAS

SAS (2013), Doc. 330.ew : SAS regulations on the participation of accredited bodies in proficiency testing

7.3. Traductions des termes principaux

Français (alphabétique)	English	Deutsch
biais - erreur systématique	bias - systematic error	"bias" - systematischer Fehler
caractérisation	characterization	Charakterisierung
coefficient de variation	coefficient of variation	Variationskoeffizient
constance	stability	Stabilität - Messbeständigkeit
covariance / corrélation	covariance / correlation	Kovarianz / Korrelation
distribution normale	normal distribution	Normalverteilung
distribution rectangulaire	rectangular distribution	Rechteckverteilung
distribution triangulaire	triangular distribution	Dreieckverteilung
(domaine) étendue de mesure	measuring range	Messbereich
écart type	standard deviation	Standardabweichung
exactitude	accuracy	Genauigkeit
facteur / source d'incertitude	uncertainty factor / source	Unsicherheitsfaktor / -quelle
facteur d'élargissement	coverage factor	Erweiterungsfaktor
fidélité	fidelity / repeatability	Wiederholbarkeit
gamme	range	Bereich
grandeur d'influence	influence quantity	Einflussgrösse
incertitude composée	combined uncertainty	kombinierte Unsicherheit
incertitude de mesure	uncertainty of measurement	Messunsicherheit
incertitude élargie	expanded uncertainty	erweiterte Unsicherheit
incertitude globale	total uncertainty	Gesamt(mess)unsicherheit
incertitude type	standard uncertainty	Standard Unsicherheit
justesse	trueness / freedom from bias	Richtigkeit
limite de détection	detection limit	Detektionsgrenze (Nachweis-)
linéarité	linearity	Linearität
loi de propagation de l'incertitude	law of propagation of uncertainty	Gesetz der Verteilung der Messunsicherheitsbeiträge
niveau de confiance	confidence level - coefficient	Vertrauensniveau
répétabilité	repeatability	Wiederholbarkeit
reproductibilité	reproducibility	Vergleichbarkeit / Reproduzierbarkeit
résolution	resolution	Auflösung
robustesse	robustness - ruggedness	Robustheit (Verträglichkeit)
sélectivité	selectivity - specificity	Selektivität - Spezifität
sensibilité	sensitivity	Empfindlichkeit
valeur caractéristique - caractéristique essentielle	characteristic value / essential characteristic	Merkmalswert / Charakterisierungsmerkmal
valeur vraie	true value	wahrer Wert
validation	validation	Validierung

Deutsch (alphabetisch)	English	Français
Auflösung	resolution	résolution
Bereich	range	gamme
"bias" - systematischer Fehler	bias - systematic error	biais - erreur systématique
Charakterisierung	characterization	caractérisation
Detektionsgrenze (Nachweis-)	detection limit	limite de détection
Dreieckverteilung	triangular distribution	distribution triangulaire
Einflussgrösse	influence quantity	grandeur d'influence
Empfindlichkeit	sensitivity	sensibilité
erweiterte Unsicherheit	expanded uncertainty	incertitude élargie
Erweiterungsfaktor	coverage factor	facteur d'élargissement
Genauigkeit	accuracy	exactitude
Gesamt(mess)unsicherheit	total uncertainty	incertitude globale
Gesetz der Verteilung der Messunsicherheitsbeiträge	law of propagation of uncertainty	loi de propagation de l'incertitude
kombinierte Unsicherheit	combined uncertainty	incertitude composée
Kovarianz / Korrelation	covariance / correlation	covariance / corrélation
Linearität	linearity	linéarité
Merkmalswert / Charakterisierungsmerkmal	characteristic value / essential characteristic	valeur caractéristique - caractéristique essentielle
Messbereich	measuring range	(domaine) étendue de mesure
Messunsicherheit	uncertainty of measurement	incertitude de mesure
Normalverteilung	normal distribution	distribution normale
Rechteckverteilung	rectangular distribution	distribution rectangulaire
Richtigkeit	trueness / freedom from bias	justesse
Robustheit (Verträglichkeit)	robustness - ruggedness	robustesse
Selektivität - Spezifität	selectivity - specificity	sélectivité
Stabilität - Messbeständigkeit	stability	constance
standard Unsicherheit	standard uncertainty	incertitude type
Standardabweichung	standard deviation	écart type
Unsicherheitsfaktor / -quelle	uncertainty factor / source	facteur / source d'incertitude
Validierung	validation	validation
Variationskoeffizient	coefficient of variation	coefficient de variation
Vergleichbarkeit / Reproduzierbarkeit	reproducibility	reproductibilité
Vertrauensniveau	confidence level - coefficient	niveau de confiance
wahrer Wert	true value	valeur vraie
Wiederholbarkeit	fidelity / repeatability	fidélité
Wiederholbarkeit	repeatability	répétabilité

English (alphabetical)	Français	Deutsch
accuracy	exactitude	Genauigkeit
bias - systematic error	biais - erreur systématique	"bias" - systematischer Fehler
characteristic value / essential characteristic	valeur caractéristique - caractéristique essentielle	Merkmalswert / Charakterisierungsmerkmal
characterization	caractérisation	Charakterisierung
coefficient of variation	coefficient de variation	Variationskoeffizient
combined uncertainty	incertitude composée	kombinierte Unsicherheit
confidence level - coefficient	niveau de confiance	Vertrauensniveau
covariance / correlation	covariance / corrélation	Kovarianz / Korrelation
coverage factor	facteur d'élargissement	Erweiterungsfaktor
detection limit	limite de détection	Detektionsgrenze (Nachweis-)
expanded uncertainty	incertitude élargie	erweiterte Unsicherheit
fidelity / repeatability	fidélité	Wiederholbarkeit
influence quantity	grandeur d'influence	Einflussgrösse
law of propagation of uncertainty	loi de propagation de l'incertitude	Gesetz der Verteilung der Messunsicherheitsbeiträge
linearity	linéarité	Linearität
measuring range	(domaine) étendue de mesure	Messbereich
normal distribution	distribution normale	Normalverteilung
range	gamme	Bereich
rectangular distribution	distribution rectangulaire	Rechteckverteilung
repeatability	répétabilité	Wiederholbarkeit
reproducibility	reproductibilité	Vergleichbarkeit / Reproduzierbarkeit
resolution	résolution	Auflösung
robustness - ruggedness	robustesse	Robustheit (Verträglichkeit)
selectivity - specificity	sélectivité	Selektivität - Spezifität
sensitivity	sensibilité	Empfindlichkeit
stability	constance	Stabilität - Messbeständigkeit
standard deviation	écart type	Standardabweichung
standard uncertainty	incertitude type	Standard Unsicherheit
total uncertainty	incertitude globale	Gesamt(mess)unsicherheit
triangular distribution	distribution triangulaire	Dreieckverteilung
true value	valeur vraie	wahrer Wert
trueness / freedom from bias	justesse	Richtigkeit
uncertainty factor / source	facteur / source d'incertitude	Unsicherheitsfaktor / -quelle
uncertainty of measurement	incertitude de mesure	Messunsicherheit
validation	validation	Validierung