




Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada



PALCAN
Politique, interprétation et lignes directrices
de PALCAN sur l'estimation de l'incertitude
des mesures dans les essais
(APLAC TC 005)

CAN-P-1623
Septembre 2005

PALCAN
POLITIQUE, INTERPRÉTATION ET LIGNES
DIRECTRICES DE PALCAN SUR L'ESTIMATION
DE L'INCERTITUDE DES MESURES DANS LES
ESSAIS
(APLAC TC 005)

PALCAN
INTERPRETATION AND GUIDANCE ON THE ESTIMATION OF
UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN TESTING
(APLAC TC 005)

CAN-P-1623
Septembre 2005

Copyright © Conseil canadien des normes, 2005

Tous droits réservés. Aucune partie du présent document ne peut être reproduite, stockée dans un système électronique d'extraction, ni transmise, sous quelque forme que ce soit, ni par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris par photocopie, enregistrement ou autrement, sans le consentement écrit préalable de l'éditeur



Conseil canadien des normes
270, rue Albert, bureau 200
Ottawa (Ontario)
K1P 6N7 Canada
Tél. : (613) 238-3222
Télec : (613) 569-7808
Courriel: info@scc.ca
Site web : www.ccn.ca

NOTE : On peut obtenir un exemplaire anglais de ce document en écrivant au :

Conseil canadien des normes
270 rue Albert, bureau 200
OTTAWA (Ontario)
K1P 6N7
Tél.: (613) 238-3222
Fax.: (613) 569-7808
Courriel: info.palcan@scc.ca
Site web: www.scc.ca

AVIS IMPORTANT: En cas de différence entre les versions anglaise et française de ce document, la préséance sera accordée à la version anglaise.

NOTE : An English version of this document is available from the:

Standards Council of Canada
270 Albert Street, Suite 200,
OTTAWA, Ontario
K1P 6N7
Tel.: (613) 238-3222
Fax.: (613) 569-7808
Email: info.palcan@scc.ca
Website: www.scc.ca

IMPORTANT NOTICE: In case of disagreement between the English and French versions of this document, the English version will take precedence.

AVANT-PROPOS

Le Conseil canadien des normes (« CCN » ou « le Conseil ») est une société d'État constituée en vertu d'une loi adoptée par le Parlement en 1970, qui a été modifiée en 1996, pour encourager au Canada une normalisation volontaire efficiente et efficace. Bien que financé en partie en vertu d'un crédit parlementaire, il est indépendant du gouvernement pour ce qui est de ses politiques et de son fonctionnement. Le Conseil du CCN est composé de personnes issues du gouvernement et d'organisations du secteur privé.

Le CCN a pour mission d'inciter les Canadiens à participer aux activités de normalisation volontaire; d'encourager au Canada la collaboration entre les secteurs privé et public dans le domaine de la normalisation volontaire; de coordonner les efforts des personnes et organisations engagées dans les activités du Système national de normes, de favoriser, dans le cadre des activités relatives à la normalisation, la qualité, la performance et l'innovation technologique liées aux produits et services canadiens; d'élaborer des stratégies de normalisation et de définir des objectifs à long terme en matière de normalisation.

Par essence, le CCN encourage au Canada une normalisation efficiente et efficace, lorsque celle-ci ne fait l'objet d'aucune mesure législative, en vue de faire progresser l'économie nationale, de contribuer au développement durable, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être des travailleurs et du public, d'aider et de protéger les consommateurs, de faciliter le commerce intérieur et extérieur, et de développer la coopération internationale en matière de normalisation.

En outre, le CCN est le point de convergence du gouvernement dans le domaine de la normalisation volontaire et représente le Canada dans le cadre des activités internationales de normalisation. Il établit les politiques et procédures nécessaires à l'élaboration des Normes nationales du Canada et à l'accréditation des organismes d'élaboration de normes, des organismes de certification de produits, des laboratoires d'essais et d'étalonnages, des organismes registraires des systèmes de gestion de la qualité et de management environnemental, des organismes de certification des auditeurs environnementaux et des prestataires de cours de formation des auditeurs. Enfin, le CCN se fait le défenseur de la reconnaissance des systèmes d'accréditation et autres systèmes équivalents pour réduire le nombre d'évaluations et d'audits, principe qu'il défend dans son pays et avec les partenaires commerciaux de ce dernier.

Le présent document fait partie de ceux qui ont été publiés par le Conseil canadien des normes pour définir les politiques, les projets et les méthodes qu'il a établis pour l'aider à remplir son mandat.

Toute demande d'éclaircissement, toute recommandation proposant des modifications au présent document et toute demande d'exemplaires de ce dernier doivent être adressées à info.palcan@scc.ca.

TABLE DES MATIERES

| | |
|--|-----------|
| OBJET | 1 |
| PATERNITÉ DU DOCUMENT..... | 1 |
| DROITS D’AUTEUR..... | 1 |
| RENSEIGNEMENTS COMPLÉMENTAIRES..... | 1 |
| 1. Introduction..... | 2 |
| 2. Interprétation et lignes directrices | 2 |
| 2.1 Essais auxquels s’applique l’incertitude | 2 |
| 2.2 Définition du mesurande | 3 |
| 2.3 Détermination des éléments d’incertitude..... | 3 |
| 2.4 Approches pour l’estimation de l’incertitude..... | 4 |
| 2.5 Degré de rigueur | 4 |
| 2.6 Incertitude liée à l’échantillonnage | 5 |
| 2.7 Déclaration de l’incertitude de mesure..... | 6 |
| 2.8 Détermination de la conformité aux spécifications..... | 7 |
| 2.9 Évaluation en prévision de l’accréditation | 7 |
| 3. Essais physiques et mécaniques | 8 |
| 4. Essais des matériaux de construction..... | 9 |
| 5. Essais électriques..... | 10 |
| 6. Essais chimiques..... | 11 |
| 6.1 Introduction..... | 11 |
| 6.2 Stratégie pour l’évaluation de l’Incertitude de mesure..... | 12 |
| 7. Essais microbiologiques..... | 14 |
| 8. Étalonnages effectués par les laboratoires d’essai | 16 |
| 9. Références..... | 17 |

Note : Dans le présent document, a été inséré textuellement l'*APLAC TC 005 – Interpretation and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing, Issue No. 1 Issue Date: 03/03.*

OBJET

Le présent document fournit l'interprétation et les lignes directrices adoptée par l'APLAC au sujet de l'incertitude des mesures des résultats d'essais. Des lignes directrices relatives aux différents domaines de spécialité sont énoncées. Le document est destiné aux organismes d'accréditation des laboratoires ainsi qu'aux laboratoires eux-mêmes.

PATERNITÉ DU DOCUMENT

Le présent document a été produit par le Comité technique de l'APLAC. Il est issu des délibérations d'un groupe d'experts réunis par les soins du Comité de formation et du Comité technique de l'APLAC à cette fin.

DROITS D'AUTEUR

L'APLAC détient les droits d'auteur du présent document. Ses publications ne peuvent être reproduites à des fins commerciales par tout organisme qui n'en est pas membre.

RENSEIGNEMENTS COMPLÉMENTAIRES

Pour de plus amples renseignements au sujet du présent document, prière de communiquer avec le secrétariat de l'APLAC à l'adresse suivante :

NATA
71-73 Flemington Road
North Melbourne VIC 3051
Australie
Tél. +61 3 9329 1633
Télec. : +61 3 9326 5148
Courriel : aplac@nata.asu.au
Internet : www.aplac.org

1. Introduction

Le présent document expose l'interprétation et les lignes directrices s'appliquant à diverses disciplines techniques. Le document est destiné aux organismes d'accréditation des laboratoires ainsi qu'aux laboratoires eux-mêmes. Il est issu des délibérations d'un groupe d'experts réunis par les soins de l'APLAC à cette fin.

La politique de l'APLAC prescrit que les laboratoires d'essais accrédités par les organismes partenaires de l'APLAC se conforment aux exigences de la norme ISO/CEI 170251. Les exigences relatives à l'incertitude des mesures sont énoncées principalement dans les clauses 5.4.6 et 5.10.3.1 c) de la norme ISO/CEI 17025. Les pratiques et recommandations mentionnées dans les documents auxquels font référence les notes corollaires de la clause 5.4.6 ne constituent pas des exigences. Ce document n'est pas prescrit par APLAC. Cependant les laboratoires doivent prendre ces lignes directrices en considération lors de la détermination de leur « budgets » d'incertitude.

La définition d'incertitude des mesures donnée dans la norme ISO – VIM 19932 s'applique.

La section 2 contient les interprétations et lignes directrices générales s'appliquant à toutes les diverses disciplines d'essais. Les interprétations et lignes directrices spécifiques aux essais physique et mécanique, matériaux de construction, électriques, chimiques, microbiologique de divers domaines de spécialité sont également présentées.. Si il y aurait des différences apparentes entre les aspects généraux et les aspects spécifiques du présent document, le Comité technique de APLAC devrait être consulté.

2. Interprétation et lignes directrices

2.1 Essais auxquels s'applique l'incertitude

Lorsqu'un essai produit des résultats numériques (ou lorsque le résultat signalé se fonde sur un résultat numérique), il convient d'en évaluer l'incertitude. Dans les cas où la nature de la méthode d'essai interdit une estimation rigoureuse et valide de l'incertitude de mesure sur le plan métrologique et statistique, un laboratoire d'essais doit tenter de procéder à une estimation des incertitudes de ces résultats. Cela s'applique tant aux méthodes d'essais rationnelles qu'empiriques.

Lorsque les résultats des essais ne sont pas numériques ou ne se fondent pas sur des données numériques (par ex. réussi/échec, positif/négatif ou s'appuyant sur des essais visuels ou tactiles ou d'autres examens qualitatifs), les estimations de l'incertitude ou d'une autre variabilité ne sont pas exigées. Toutefois, les laboratoires sont encouragés à cerner les causes de la variabilité des résultats, dans la mesure du possible.

La portée de l'incertitude des résultats d'essais qualitatifs est reconnue tout comme l'existence des machines statistiques exigées pour procéder au calcul de cette incertitude. Toutefois, compte tenu de la complexité de la question et à défaut d'approches convenues, l'APLAC n'exige pas des laboratoires qu'ils estiment l'incertitude des résultats d'essais qualitatifs à l'heure actuelle tout en se réservant de suivre la question avec attention.

2.2 Définition du mesurande

Il est admis que dans les essais, le mesurande est parfois défini en fonction de la méthode (méthode empirique) et qu'il n'est pas directement traçable au SI.

Note :

Une méthode d'essai empirique est celle qui tend à mesurer une propriété dépendant de la méthode d'essai utilisée pour la mesurer. Des méthodes différentes peuvent aboutir à des résultats différents qui ne sont pas nécessairement reliés entre eux. Dans de nombreux cas, la méthode ne peut être vérifiée à l'aide d'une autre méthode d'essai. La concentration lessivable d'un produit chimique et la dureté d'un matériau sont des exemples de méthodes d'essais empiriques. Dans le premier cas, des solvants et des conditions de lessivage variables produiront des résultats différents. Dans le deuxième cas, les formes différentes du pénétrateur, les tailles et les forces appliquées produiront des résultats numériques différents selon l'échelle de dureté applicable.

Une méthode d'essai rationnelle vise à mesurer une propriété qui se définit indépendante des méthodes d'essai. Une valeur objective s'attache à cette propriété et la méthode peut être vérifiée en faisant appel à d'autres méthodes d'essai. La concentration totale d'un produit chimique dans un échantillon et la tension générée par un thermocouple à une différence de température spécifiée sont des exemples de méthodes d'essai rationnelles. Il est admis que même s'il existe une véritable valeur objective, il peut être très difficile de la mesurer.

2.3 Détermination des éléments d'incertitude

Pour chacun des essais, le laboratoire doit déterminer tous les éléments importants d'incertitude. Les éléments qui contribuent moins de 1/5 à 1/3 de l'incertitude de la mesure totale n'auront généralement pas beaucoup d'incidence sur cette dernière.

Même lorsqu'il y a lieu d'établir la fiabilité des données de précision dans leur ensemble ou lorsque la note 2 de la clause 5.4.6.2 de la norme ISO/CEI 17025 s'applique, le laboratoire doit au moins tenter de déterminer tous les éléments appréciables. Cette démarche fournira l'information permettant de confirmer que l'approche suivie est raisonnable et qu'il a été tenu compte de tous les éléments.

La représentation graphique des étapes de la méthode d'essai appliquée et des diagrammes en arête de poisson pour présenter les éléments d'incertitude constituent des approches utiles.

Dans certains cas, des groupes d'étapes de la méthode d'essai peuvent être communs à plusieurs méthodes d'essai différentes et une fois que l'estimation de l'incertitude a été obtenue au regard de ce groupe, la mesure peut être étendue aux estimations des incertitudes de toutes les méthodes où le groupe subsiste.

2.4 Approches pour l'estimation de l'incertitude

Plusieurs approches de l'estimation de l'incertitude et(ou) de la variabilité dans les essais ont fait l'objet de publications. La norme ISO/CEI 17025 ne mentionne aucune approche ponctuelle. Les laboratoires sont encouragés à utiliser des approches valides du point de vue statistique. Toutes les approches qui donnent une estimation raisonnable et qui sont considérées valides dans un domaine de spécialité pertinent sont acceptables d'égale manière et aucune n'est privilégiée. Nous en donnons quelques exemples ci-après :

- a. Tant la précision intermédiaire que la reproductibilité (provenant de comparaisons interlaboratoires) décrites dans la norme ISO 57253 (voir la clause 5.4.6.3, note 3, de la norme ISO/CEI 17025) peuvent être utilisées dans l'estimation de l'incertitude des résultats d'essais. Toutefois, ces notions peuvent omettre certaines sources d'incertitude qui devraient faire également l'objet d'estimation si elles sont jugées importantes.
- b. Le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM4) (voir clause 5.4.6.3, note 3, de la norme ISO/CEI 17025) est considéré comme l'approche la plus rigoureuse de l'estimation de l'incertitude. Toutefois, dans certains cas, la validité des résultats se rapportant à un modèle mathématique particulier peut avoir besoin d'être vérifiée, par exemple, au moyen d'essais de comparaison interlaboratoires.
- c. Dans les cas où une méthode d'essai confirmée précise les seuils des valeurs des principales sources de l'incertitude de mesure et précise le modèle de présentation des calculs effectués, le laboratoire ayant suivi cette méthode d'essai est censé avoir satisfait aux exigences concernant l'incertitude des mesures (voir la clause 5.4.6.2, note 2, de la norme ISO/CEI 17025).

2.5 Degré de rigueur

Le degré de rigueur et la méthode utilisée pour estimer l'incertitude doivent être déterminés par le laboratoire conformément à la note 1 de la clause 5.4.6.1 d'ISO/CEI 17025.

Pour ce faire, le laboratoire doit :

- a. tenir compte des exigences et des restrictions de la méthode d'essai et du besoin de se conformer aux « bonnes pratiques » du secteur particulier;
- b. s'assurer qu'il comprend les exigences du client (voir la clause 4.4.1a de la norme ISO/CEI 17025). Il est fréquent que le client connaisse son problème sans être pour autant au fait des essais appropriés et ait besoin d'être orienté sur l'incertitude qu'il convient d'estimer pour le résoudre ;
- c. utiliser des méthodes, y compris des méthodes d'estimation de l'incertitude, répondant aux besoins du client (voir la clause 5.4.2 de la norme ISO/CEI 17025). Il faut noter que les attentes du client peuvent ne pas coïncider avec ce qui est approprié pour les essais envisagés;
- d. tenir compte de la mince marge de manœuvre à l'intérieur de laquelle les décisions concernant la conformité aux spécifications doivent être prises;
- e. apprécier la rentabilité de l'approche adoptée.

En général, la rigueur exercée est fonction du niveau du risque. Afin d'évaluer de façon appropriée la sécurité ou des risques matériels ou financiers substantiels, une estimation relativement rigoureuse de l'incertitude est requise en ce qui concerne les essais et les mesures connexes. Dans le cas des évaluations relatives aux biens où les résultats d'essais viennent conforter une conclusion de « conformité aux besoins », les essais ou l'incertitude de mesure connexes peuvent avoir un effet moindre sur la conclusion et exigeront alors une estimation moins rigoureuse.

De règle, moins l'estimation de l'incertitude de mesure est rigoureuse, plus la valeur qui en résulte sera grande en regard d'une estimation obtenue au moyen d'une approche qui l'est davantage. Les mesures semi-quantitatives exigent un traitement moins rigoureux de l'incertitude de mesure.

Lorsqu'une décision de conformité ne pose pas de problèmes, une approche moins rigoureuse de l'estimation de l'incertitude de mesure peut se justifier.

Si l'incertitude estimée n'est pas acceptable pour le client du laboratoire ou est trop importante pour la détermination de la conformité aux spécifications prescrites, le laboratoire doit s'appliquer à réduire l'incertitude, par exemple au moyen de l'identification des facteurs plus importants qui y contribuent et en s'efforçant de les réduire.

2.6 Incertitude liée à l'échantillonnage

L'incertitude de mesure s'applique de façon stricte uniquement au résultat d'une mesure ponctuelle effectuée sur un spécimen individuel.

Au cours de l'examen du contrat, il convient de se concerter avec le client pour déterminer si les résultats des essais et l'incertitude de mesure devront s'appliquer à l'échantillon testé ou à l'ensemble dont il a été tiré.

Lorsque l'échantillonnage (ou le sous-échantillonnage) traité est censé faire partie intégrante de l'essai, le laboratoire doit prendre en compte l'incertitude provenant de cet échantillonnage. L'estimation de la représentativité d'un échantillon ou d'un ensemble d'échantillons exige une analyse statistique complémentaire.

Lorsqu'une méthode d'essai prévoit des procédures d'échantillonnage particulières conçues pour caractériser un ensemble, un lot ou une population plus importante, les incertitudes de mesure relatives aux mesures individuelles sont souvent insignifiantes par rapport à la variation statistique de l'ensemble, du lot ou de la population plus importante. Dans les cas où l'estimation est significative par rapport à l'écart type de l'échantillonnage, l'incertitude de mesure doit être prise en compte dans la caractérisation de l'ensemble, du lot ou de la population plus importante.

Lorsque la procédure d'essai inclut une procédure de sous-échantillonnage particulière, il est nécessaire d'analyser la représentativité du sous-échantillon au titre de l'estimation de l'incertitude de mesure. En cas de doute sur la représentativité d'un sous-échantillon, il est recommandé d'extraire de multiples sous-échantillons et de les analyser afin d'évaluer la représentativité de chacun.

Si on ne dispose que d'un seul échantillon qui est détruit au cours de l'essai, la précision de l'échantillonnage ne peut être déterminée directement. Toutefois, il convient de déterminer la précision du système. Une méthode éventuelle d'estimation de la précision de l'échantillonnage consiste à analyser un ensemble d'échantillons « homogènes » pour l'obtention d'un mesurande ayant une reproductibilité élevée et à calculer l'écart type de l'échantillonnage à partir des résultats obtenus.

2.7 Déclaration de l'incertitude de mesure

Les laboratoires doivent avoir la compétence d'interpréter les résultats de mesure et leur incertitude de mesure connexe à l'intention de leurs clients.

En ce qui concerne les résultats d'essais quantitatifs, l'incertitude de mesure doit être déclarée dans les cas prescrits, aux termes de la clause 5.10.3 c) d'ISO/CEI 17025 qui inclut les circonstances suivantes :

- a. lorsqu'elle est significative au regard de la validité ou de l'application du résultat,
- b. lorsque les instructions du client l'exigent,
- c. lorsque l'incertitude affecte la conformité définie par une limite de spécification.

Lorsque l'incertitude de mesure n'est pas signalée en vertu de la disposition du troisième paragraphe de la clause 5.10.1 d'ISO/CEI 17025, son absence ne devrait ni affecter l'exactitude de la conclusion ni introduire d'ambiguïté dans l'information fournie au client. L'incertitude de mesure associée à des résultats sous le seuil de quantification ne doit pas être signalée car aucune convention fiable n'existe à cette fin.

L'exigence de signaler l'incertitude de mesure lorsqu'elle est significative au regard de la validité ou de l'application des résultats d'essai aura besoin d'être interprétée souvent. Dans de tels cas, il sera opportun de tenir compte des besoins exprimés par le client et de la capacité de ce dernier d'utiliser l'information. Bien qu'à court terme certains clients puissent ne pas être en mesure d'utiliser les données d'incertitude de mesure, une amélioration de la situation demeure possible.

Il est conseillé de suivre le modèle de déclaration de l'incertitude de mesure recommandé par le GUM. Les résultats des estimations d'incertitude signalés doivent se situer à un niveau de confiance de 95 %. L'emploi sans discernement d'un facteur de couverture de 2 n'est pas recommandé. Toutes les incertitudes combinées ne sont pas distribuées normalement et, autant que possible, il convient de tenir comme repère une incertitude se situant à un niveau de confiance de 95 % au regard de la distribution appropriée. Le facteur de couverture utilisé pour calculer l'incertitude élargie doit être signalé.

Dans la déclaration des résultats d'essai et de leur incertitude, l'utilisation de valeurs numériques avec un nombre de chiffres significatif est déconseillée. Sauf indication contraire, le résultat primaire doit être arrondi au nombre de chiffres significatifs correspondant à l'incertitude de mesure. Lorsque la méthode d'essai impose d'arrondir à un niveau impliquant une incertitude plus grande que l'incertitude de la mesure réelle, l'incertitude impliquée par cet arrondi doit être déclarée comme l'incertitude de mesure du résultat signalé. D'un autre côté, si l'incertitude réelle est plus importante que celle qui est impliquée par l'exigence de déclaration, le laboratoire doit inclure une attestation de l'incertitude de mesure estimée.

2.8 Détermination de la conformité aux spécifications

Les décisions concernant l'opportunité et les modalités de déclaration de conformité ou non-conformité varient en fonction des exigences du client et d'autres parties intéressées. Toutefois, le laboratoire doit prendre en compte adéquatement son incertitude de mesure en adoptant des décisions de conformité et les clients ne doivent pas être induits en erreur quant à la fiabilité de telles décisions.

Il convient, d'une manière générale, de se conformer aux principes décrits dans la norme APLAC TC 0045.

2.9 Évaluation en prévision de l'accréditation

Au cours de l'évaluation et de la surveillance du laboratoire, l'organisme d'accréditation se doit d'évaluer l'aptitude du laboratoire à estimer l'incertitude de mesure des essais inclus dans sa portée d'accréditation. L'équipe d'évaluation doit vérifier que les méthodes d'estimation appliquées sont valides, que toutes les composantes appréciables d'incertitude ont été incluses et que tous les critères de l'organisme d'accréditation sont remplis. L'équipe d'évaluation doit également s'assurer lorsque des incertitudes plus petites sont demandées qu'elles peuvent être réalisées par le laboratoire.

Cas d'interprétation particuliers

Les articles 3 à 7 ci-dessous donnent, dans les circonstances prescrites, des interprétations complémentaires particulières de la politique et des lignes directrices de l'APLAC susmentionnées, se rapportant à quelques domaines de spécialité.

L'article 8 indique les exigences et les directives relatives aux étalonnages d'équipement interne exécutés par les laboratoires d'essai.

3. Essais physiques et mécaniques

3.1 La section indique des lignes directrices complémentaires précises relativement à tous les essais physiques et mécaniques, y compris les essais END et l'inflammabilité, se rapportant à tous les matériaux, produits incluant les textiles et les vêtements. La politique et les lignes directrices décrites aux articles 2 et 3 ci-dessus s'appliquent.

3.2 En ce qui concerne les essais prévus aux termes de la note 2 de la clause 5.4.6.2 d'ISO/CEI 17025, l'évaluation de l'aptitude du laboratoire à évaluer l'incertitude de mesure des résultats d'essais peut ne pas s'avérer nécessaire car une estimation d'incertitude pour l'essai n'est pas exigée nommément par la norme. Toutefois, puisque les clients du laboratoire peuvent exiger la déclaration de l'incertitude de mesure se rapportant à de tels essais, l'organisme d'accréditation peut avoir besoin d'évaluer l'aptitude du laboratoire à procéder à de telles estimations d'incertitude de mesure et d'inclure cette aptitude dans la portée de l'accréditation si le laboratoire le demande expressément.

Il y a lieu d'interpréter les termes utilisés dans la note 2 de la clause 5.4.6.2 d'ISO/CEI 17025 comme suit :

- a. Les méthodes (ou les procédures) d'essai « reconnues » sont, d'une manière générale, celles qui remplissent les conditions énoncées au deuxième paragraphe de la clause 5.4.2 d'ISO/CEI 17025. Ce sont, en d'autres mots, les méthodes d'essai publiées dans les normes internationales, régionales ou nationales ou par les organismes techniques réputés ou bien les méthodes d'essai prescrites en vertu d'une réglementation codifiée, une loi, une réglementation ou une fiche technique qui s'applique à l'élément faisant l'objet d'évaluation. Certaines méthodes d'essai précisées par des fabricants réputés d'équipement d'essais peuvent également être «

reconnues ». Le laboratoire doit fournir des preuves suffisantes pour démontrer que ces méthodes d'essai sont valides et bien acceptées dans le domaine de spécialité pertinent.

- b. L'expression « assigne les limites aux valeurs des principales sources d'incertitude » désigne que la méthode d'essai précise la plus grande incertitude tolérée ou les seuils maximum permis au regard de chacune des mesures exigées ainsi que les limites relatives aux conditions environnementales ou d'autres facteurs qui sont réputés influencer d'une manière appréciable sur le résultat de l'essai ou des essais. Les seuils prescrits doivent s'appliquer à toutes les sources d'incertitude qui, conjuguées, contribuent au moins à hauteur de 95 % à l'incertitude combinée. Le laboratoire est tenu de démontrer qu'en appliquant la méthode d'essai, toutes ces mesures et tous ces facteurs sont contrôlés dans les limites définies.
- c. L'expression « précise le modèle de présentation des résultats calculés » désigne que la norme comprend un énoncé particulier concernant le nombre de chiffres significatifs qui doit être déclaré, la procédure d'arrondi ou d'autres modèles précis d'expression des résultats. Si la méthode (ou la procédure) d'essai fait référence au « modèle de présentation des résultats calculés » elle est censée avoir rempli les conditions suivantes :
 - i. le nombre de chiffres significatifs utilisés pour signaler les résultats,
 - ii. la façon dont les résultats signalés doivent être utilisés ou interprétés,
 - iii. la méthode de calcul des résultats signalés limite le nombre de chiffres significatifs.

Lorsque toutes ces conditions sont remplies, aucun autre calcul de l'incertitude de mesure n'est nécessaire et aucune déclaration d'incertitude de mesure n'a besoin d'être signalée.

4. Essais des matériaux de construction

4.1 La politique générale et les lignes directrices mentionnées aux articles 2 et 3 ci-dessus s'appliquent. Les essais et types de mesure compris dans ce domaine de spécialité peuvent se classer en trois catégories et les exigences de déclaration d'incertitude pour chacune d'entre elles s'énoncent comme suit :

- a. Dans le cas d'essais purement quantitatifs, les incertitudes de mesure seront déterminées et lorsqu'elles sont exigées aux termes de la clause 5.10.3.1c) d'ISO/CEI 17025, elles doivent être déclarés.
- b. Dans le cas des résultats d'évaluations exclusivement qualitatives, y compris ceux qui sont exprimés par des valeurs numériques sans qu'ils soient obtenus à l'aide d'une mesure, il n'est pas nécessaire de signaler l'incertitude de mesure.
- c. Dans le cas d'évaluations qualitatives axées sur l'application de conditions contrôlées et mesurées et lorsque la variation tolérée quant aux conditions peut avoir un effet

significatif sur l'issue de l'évaluation (souvent une conclusion réussi/échec), il est conseillé d'évaluer l'incertitude de la mesure des conditions et de leurs effets éventuels sur les résultats de l'essai et d'en faire mention dans le rapport dans la mesure où cela s'avère utile.

4.2 a Conditions d'application de la note 2 à la clause 5.4.6.2 d'ISO/CEI 17025

- i. L'expression « méthode d'essai reconnue » désigne une méthode d'essai publiée par un organisme de normalisation reconnu sur le plan national ou international ou une méthode d'essai prescrite en vertu d'une réglementation codifiée, une loi, une réglementation ou une fiche technique qui s'applique à l'élément faisant l'objet d'évaluation. Il peut également inclure des normes industrielles.
- ii. L'expression « assigne les limites aux valeurs des principales sources d'incertitude » désigne que la méthode d'essai précise la plus grande incertitude tolérée au regard de chacune des mesures exigées ainsi que les limites relatives aux conditions environnementales ou à d'autres facteurs qui sont réputés influencer de façon appréciable sur le résultat de l'essai ou des essais.
- iii. L'expression « précise le modèle de présentation des résultats calculés » désigne que la norme comprend un énoncé particulier concernant le nombre de chiffres significatifs devant être déclaré, la procédure d'arrondi ou d'autres modes précis d'expression des résultats.

4.2 b. Lorsque toutes ces conditions sont remplies, aucune autre déclaration d'incertitude de mesure n'a besoin d'être produite.

4.2 c. Dans les cas où l'incertitude de mesure réelle est plus grande que ce qui est prescrit par l'exigence dictée, le laboratoire est tenu d'inclure dans le rapport une déclaration de l'incertitude de mesure évaluée.

4.3 Si l'approche générale de l'évaluation d'incertitude traitée en 3.4 ne peut s'appliquer, une estimation raisonnable de l'incertitude de mesure fondée sur un jugement professionnel peut être utilisée. Une telle estimation doit s'appuyer sur une expérience pertinente confirmée et l'analyse des données accessibles.

5. Essais électriques

5.1 Les essais électriques peuvent se classer sous cinq domaines généraux et le présent document s'applique à tous :

- a. Essais de caractéristiques électriques (matériaux, composants, sous-ensembles, instruments et appareils)
- b. Essais environnementaux et tests de fiabilité

- c. Essais de compatibilité électromagnétique
- d. Essais de télécommunications
- e. Essais de sécurité électrique.

5.2 L'incertitude de mesure des essais électriques quantitatifs doit être évaluée. Les laboratoires doivent détenir les procédures requises et les budgets d'incertitude établis pour l'estimation de l'incertitude de mesure afférente à tous les essais

5.3 Dans le cas des essais quantitatifs, il convient de mettre en œuvre les procédures conformes au GUM pour une approche générale de l'estimation de l'incertitude de mesure. En outre, les documents suivants peuvent servir de références dans les domaines d'essai suivants :

- a. Essais environnement et tests de fiabilité : CEI 104/177/INF (ébauche)6
- b. Essais de compatibilité électromagnétique : NIS 817 & CISPR/A/CDV (ébauche)8
- c. Essais de télécommunications : ETR 0289

5.4 Dans les essais électriques, la norme ISO 5725 ne doit pas servir d'approche générale de l'estimation de l'incertitude de mesure car elle n'est pas applicable.

6. Essais chimiques

6.1 Introduction

Le présent article expose, en ce qui à trait aux essais chimiques, les exigences de la norme ISO/CEI 17025 ainsi que les interprétations générales et les lignes directrices citées à la section 3 plus haut. Des conseils sur l'incertitude de mesure en chimie analytique sont donnés sur le site d'Eurachem10 et CITAC10.

Considérant les exigences d'incertitude, il convient également de prendre en compte les spécifications de mesure, la validation de la méthode et la traçabilité. Ces aspects doivent être pris en compte pour toutes les mesures mais le degré de rigueur requis dépend de circonstances particulières (v. le point 2.5).

Le mesurande doit être défini attentivement en portant une attention particulière à l'inclusion ou à l'exclusion d'un échantillonnage ou sous-échantillonnage des exigences du client. Un sous-échantillonnage en laboratoire sera habituellement inclus mais l'échantillonnage d'un envoi sera souvent exclu du mesurande défini.

La validation de la méthode et les données de vérification d'analyses multiples des matrices de matériaux de référence des matrices, de normes «maison» d'habitation, d'analyses répétées, de programmes de comparaison interlaboratoires, etc., seront utiles dans l'établissement de la précision de la méthode qui, pour les essais chimiques, constitue généralement la principale composante d'incertitude.

Dans les méthodes d'essais chimiques, la traçabilité a souvent plusieurs composantes tel que la mesure de la pesée, la température, le volume etc..... Des balances, des thermomètres et des fioles jaugées De tels mesures sont traçables aux unités SI et une budgétisation d'incertitude intégrale doit être prévue si de telles mesures contribuent de manière appréciable à l'incertitude dans son ensemble. La traçabilité de l'estimation finale se rapporte habituellement à un matériau de référence qui, sans coïncider souvent avec la définition VIM d'un matériau de référence certifié, devrait être le meilleur que l'on puisse se procurer. Lorsque les préparations, les extractions, les digestions, les réactions chimiques, etc. d'un échantillon donné sont incluses dans la méthode et aucune correction du biais de la méthode (par ex. récupérations) n'est précisée, la méthode est considérée comme empirique et est traçable à ses directives. Une méthode différente donnerait une réponse différente.

L'incertitude des mesures physiques, la pureté des matériaux de référence d'étalonnage et leurs incertitudes, les incertitudes associées aux épreuves de récupération/biais (lorsque les facteurs de récupération sont appliqués aux résultats) ainsi que les données de précision doivent toutes être prises en considération dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.

6.2 Stratégie pour l'évaluation de l'Incertitude de mesure

Les estimations d'incertitude de mesure doivent s'étendre à toutes les sources appréciables d'incertitude qui peuvent être attribuées raisonnablement au mesurande.

Les approches de l'évaluation d'incertitude de mesure énumérées ci-dessous peuvent être suivies, selon les circonstances :

- a. Prise en compte rigoureuse des sources individuelles, conjuguée à la combinaison mathématique pour produire une incertitude de mesure. Cette approche est considérée appropriée pour les travaux les plus critiques, y compris pour la caractérisation des matériaux de référence. Toutefois, lorsqu'un modèle impropre est utilisé, cette approche fournira une incertitude de mesure inadéquate et n'est pas nécessairement meilleure que l'approche suivante.
- b. Estimation de l'incertitude de mesure axée sur une appréciation globale de la précision au travers d'études interlaboratoires et de la validation des méthodes, en prenant en compte des sources d'incertitude additionnelles. Les sources additionnelles qui doivent être prises en compte peuvent inclure l'homogénéité et la stabilité de l'échantillon, le matériau d'étalonnage et de référence, le biais/la

récupération, l'incertitude de l'équipement (lorsqu'un seul élément d'équipement a été utilisé dans l'obtention des données de précision).

Voici quelques étapes pratiques des essais chimiques courants :

- a. Définir le mesurande.
- b. Identifier les sources appréciables d'incertitude de mesure.
- c. Prendre en compte les données de reproductibilité (ISO 5725).
Dans le domaine de l'analyse chimique, il est admis de regrouper les sources d'incertitude.
- d. Prendre en compte les composantes additionnelles d'incertitude.
À elles seules, les données de précision peuvent être insuffisantes et des effets complémentaires devront être considérés. D'autres études peuvent s'avérer nécessaires pour évaluer les sources d'incertitude non mesurées par les données de précision. Le travail complémentaire requis ne doit comporter aucune R-D majeure.
- e. Conjuguer les données de précision avec les composantes additionnelles pour déterminer l'incertitude globale de la méthode.

En ce qui a trait aux méthodes empiriques, le biais de la méthode est nul par définition et seules les normes de mesure et du laboratoire individuel entrent en ligne de compte. Des conseils sur le traitement des récupérations sont donnés dans le GUM et Thompson 11. Il importe de s'assurer que tous les effets appropriés sont couverts sans aucun double emploi. Au besoin, les effets de type matriciel et les changements au niveau de la concentration doivent être inclus dans l'incertitude de mesure.

Lorsque des données de précision d'épreuves de compétence sont utilisées, il importe de s'assurer que les données utilisées pour estimer l'incertitude de mesure sont pertinentes. En particulier, elles doivent se rapporter au même mesurande (même méthode d'essai et matrice).

Dans les essais chimiques, il est courant d'évaluer l'incertitude à des niveaux sélectionnés pour une méthode d'essai particulière. Toutefois, lorsqu'une mesure est effectuée pour apprécier la conformité à des normes et valeurs de seuils particulières, il convient d'utiliser une valeur d'incertitude attribuable aux résultats de mesure adjacents aux normes et aux valeurs de seuils définies. Il est donc utile de sélectionner les normes et valeurs de seuils définies aux niveaux auxquels l'incertitude est estimée. Cette approche fournira selon toute probabilité la meilleure estimation de l'incertitude de mesure aux niveaux des résultats d'essais adjacents aux normes et aux valeurs de seuils définies.

On peut faire appel au jugement professionnel pour estimer la grandeur d'incertitude attribuée à certaines sources, lorsque des estimations meilleures ne sont pas accessibles

ou ne peuvent être obtenues facilement. Dans de tels cas, au moins une estimation de précision à court terme doit être incluse dans l'évaluation. Le jugement professionnel ne devrait pas être normalement invoqué pour des sources appréciables. Lorsqu'il y a lieu de faire appel au jugement professionnel, il doit s'appuyer sur des preuves objectives ou des expériences antérieures. Les estimations d'incertitude de mesure qui comptent des sources appréciables évaluées aux termes d'un jugement professionnel ne doivent pas être utilisées pour des applications exigeant l'évaluation d'incertitude la plus rigoureuse.

7. Essais microbiologiques

7.1 On distingue quatre types principaux d'essais microbiologiques :

- a. Procédures générales quantitatives
- b. Procédures NPP
- c. Procédures qualitatives
- d. Essais spécialisés, par ex. essais pharmaceutiques.

Les essais quantitatifs généraux peuvent avoir recours à différentes approches de l'estimation d'incertitude.

7.2 Les approches de la distribution de Poisson et de la limite de confiance décrites dans BS 576312 et ISO 721813 peuvent sous-estimer de façon significative l'incertitude car toutes les sources ne sont pas prises en compte. La distribution des particules et des organismes dans un liquide peut être décrite à l'aide de la distribution de Poisson mais d'autres composantes d'incertitude associées à la procédure d'essai ne sont pas incluses. De toute évidence, certaines composantes d'incertitude telles que les dilutions et l'uniformité de lecture des plaques ne seront pas décrites par la distribution de Poisson.

7.3 Le modèle binomial négatif décrit dans ISO/TR 1384314 peut être plus approprié car il couvre tout autant la distribution de Poisson que les coefficients de « surdispersion ».

7.4 Certaines approches décrites dans le Guide EURACHEM10 peuvent s'appliquer également à la microbiologie. La « précision intermédiaire » établie dans la norme ISO 5725 est censée incorporer la plupart des composantes d'incertitude, sinon toutes, des essais microbiologiques.

Toutes les composantes d'incertitude non incluses dans la précision intermédiaire, tels que le rendement des différents ensembles de milieux de culture, la variation des conditions d'incubateur (lorsqu'un seul incubateur est accessible pour des analyses répétées), etc., peuvent être examinées à des fins de portée par d'autres moyens statistiques.

7.5 La distribution des résultats d'essais de numération sur plaques n'est pas normale mais dissymétrique (longue queue du côté droit). De telles données peuvent d'abord être transformées à l'aide du logarithme₁₀ de chaque résultat, afin de se rapprocher d'une

distribution normale. L'écart-type logarithmique et les limites de confiance peuvent être calculées avant de calculer séparément l'antilogarithme de chaque limite.

Dans les cas où d'autres composantes d'incertitude telles que les variations de l'échantillonnage ou de l'équipement doivent être conjuguées à un résultat de précision, estimé à l'aide de logarithmes et d'antilogarithmes, des calculs mathématiques complexes peuvent être requis.

Dans les situations où les résultats d'essais sont inférieurs à 10 unités formant colonies ou proches de cette valeur, la distribution peut se rapprocher de la normale et une estimation de précision, peut-être sans recours aux logarithmes, sera nécessaire pour ces étendues particulières.

Dans le cas d'analyses ponctuelles, l'approche par la distribution de Poisson permet une estimation rapide de l'incertitude (voir la note qui accompagne la clause 10.1.6 de BS 576312). Toutefois, le résultat est susceptible de sous-estimer de façon appréciable l'incertitude réelle.

7.6 Toute incertitude associée au biais de la méthode n'est pas pertinente car les essais microbiologiques quantitatifs sont des essais empiriques dont les résultats analytiques dépendent du milieu de culture, de la durée d'incubation et des températures définis.

Quelques MRC sont accessibles pour des essais quantitatifs. Lorsqu'ils le sont, leurs résultats certifiés proviennent pour la plupart d'études collectives. Par conséquent, seules des valeurs consensuelles obtenues par application de la méthode précisée sont disponibles et à l'instar des autres méthodes d'essais microbiologiques, ces méthodes sont elles aussi empiriques.

7.7 Dans les analyses NPP, il est habituel de se reporter aux tables de McCrady pour obtenir un résultat d'essai ainsi que les limites de confiance à hauteur de 95 %. Ces données ont été établies du point de vue statistique mais éventuellement sans prendre en compte toutes les sources d'incertitude. Les laboratoires sont encouragés à identifier des combinaisons inhabituelles de tubes positifs et à rejeter de tels résultats. Si la procédure est appliquée diligemment, les incertitudes citées dans les tables seront considérées, dans le temps moyen, comme une estimation raisonnable d'incertitude, au regard de ces méthodes.

7.8 Dans certains essais propres à des domaines de spécialité, par ex. les essais microbiologiques pharmaceutiques, la note 2 de la clause 5.4.6.2 d'ISO/CEI 17025 peut s'appliquer car les méthodes concernées comprennent la validation des paramètres d'essai, assignent des limites aux valeurs des principales sources d'incertitude et définissent le modèle de présentation des résultats calculés.

7.9 À ce stade, les essais coopératifs fournissent très peu de données de rendement de la méthode, bien que cet état de choses puisse évoluer à l'avenir.

Les données d'épreuves de compétence peuvent ne pas toujours fournir des données d'incertitude de mesure appropriées car des aspects significatifs auront peut-être été omis.

- a. Des différences matricielles peuvent apparaître entre les échantillons des épreuves de compétence (EC) et les échantillons analysés couramment par un laboratoire.
- b. Les niveaux de population peuvent différer des niveaux couramment analysés dans un laboratoire et(ou) ne pas s'étendre à toute l'étendue des niveaux de population rencontrée dans des travaux de laboratoire courants.
- c. Les laboratoires participants peuvent utiliser une gamme variée de méthodes empiriques (des mesurands différents) pour produire les résultats des EC.

Toutefois, l'analyse statistique des résultats des EC peut donner une indication de la précision qui peut être obtenue facile à obtenir par application d'une méthode particulière.

7.10 À l'heure actuelle, les laboratoires microbiologiques ne sont pas tenus de déclarer l'incertitude à moins que ce paramètre ne soit requis par les clients ou à moins que l'interprétation des résultats puisse être compromise sans lui. Dans la déclaration de l'incertitude, une description de la procédure utilisée pour l'estimer devrait être également incluse en raison des méthodes variées utilisées à l'échelle mondiale, lesquelles donnent des résultats différents.

7.11 Les lignes directrices relatives à la conformité de la déclaration aux spécifications sont énoncées dans la norme APLAC TC 0045. Toutefois, la mise en œuvre de ces lignes directrices ne va pas toujours de soi.

- a. La spécification fait rarement état de la méthode empirique préconisée.
- b. Par suite de la manière dont un laboratoire estime que ses situations d'incertitude peuvent surgir où, en fonction de la proximité des résultats avec la limite définie par la spécification, un laboratoire peut déclarer qu'un échantillon est conforme, tandis qu'un autre peut émettre des réserves.

Lorsque l'estimation de l'incertitude laisse subsister un doute quant à la conformité ou à la non-conformité, le laboratoire a le devoir de signaler un résultat et son incertitude associée sans se prononcer sur la conformité ou la non-conformité.

8. Étalonnages effectués par les laboratoires d'essai

Lorsqu'un étalonnage affecte de manière appréciable les résultats des essais, il convient que le laboratoire s'adresse à un laboratoire d'étalonnage accrédité. Lorsqu'un laboratoire d'essais choisit de procéder à ses propres étalonnages internes, l'organisme d'accréditation doit s'assurer que les procédures d'étalonnage sont valides et que l'incertitude est déterminée conformément aux procédures du GUM. Les organismes

d'accréditation peuvent fournir des lignes directrices sur l'estimation de l'incertitude au regard de dispositifs communs, par ex. balances, thermomètres, fioles jaugées et manomètres.

9. Références

1. ISO/CEI 17025: 1999: Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
2. Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie (VIM), 2e édition, 1993, ISO/BIPM/CEI/IFCC/IUPAC/IUPAP/IOML, publié par les soins de l'ISO.
3. ISO/CEI 5725: 1994: Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure. Parties 1 à 6.
4. Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, 1re édition, 1995, ISO/BIPM/CEI/IFCC/IUPAC/IUPAP/IOML, publié par les soins de l'ISO
5. APLAC TC004: Method of Stating Test Results and Compliance with Specification.
6. IEC 104/177/INF (draft): A guide to Calculating the Uncertainty of the Performance of Environment Chambers, IEC 104/177/INF, July 2000, TC No. 104 (Environment conditions, classifications and methods of test), Society of Environment Engineers, UK.
7. NIS 81: The Treatment of Uncertainty in EMC Measurements, NAMAS executive, National Physical Laboratory, May 1994.
8. CISPR/A/CDV (draft): Accounting for Measurement Uncertainties when Determining Compliance with a Limit, May 1998.
9. ETR 028: Radio Equipment and Systems (RES), Uncertainties in the Measurement of Mobile Radio Equipment Characteristics, 2nd edition, ETSI, March 1994.
10. EURACHEM / CITAC Guide, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd edition 2000, (v. www.eurachem.ul.pt ou www.measurementuncertainty.org).
11. M Thompson et al, Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement, Pure & Applied Chemistry.,71 (2), 337-348, 1999.
12. BS 5763-Part 5:1981: Methods for Microbiological Examination of Food and Animal Feeding Stuffs Part 5 - Enumeration of Micro-organism – Colony count at 30 °C.
13. ISO 7218 : 1996: Microbiologie des aliments – Règles générales pour les examens microbiologiques.

14. ISO/TR 13843:2000: Qualité de l'eau – Lignes directrices pour la validation des méthodes microbiologiques.