MÉTROLOGIE, COMMENT INTÉGRER LES INFORMATIONS D'UN PLAN D'EXPÉRIENCES DANS UN BILAN D'INCERTITUDE ?

APEX XIV

Michèle DESENFANT

5 octobre 2022

CRÉER LA CONFIANCE LNE

LNE : Laboratoire national de métrologie et d'essais

R&D

étalonnage, essais

✓ EPIC sous tutelle du Ministère chargé de l'Industrie

✓Acteur clé dans le domaine de la **qualité des mesures, traçabilité** et é**valuation des incertitudes**

Assistance technique

Formation

Certification

Chiffres clés
- ✓ 900 collaborateurs (dont environ 200 au GMED)
- ✓ 55 000 m^2 de laboratoires
- ✓ 9 implantations
- ✓ 85 M€ de chiffres d'affaire, dont 70 M€ marchand
- ✓ 21 % du budget dédié à la R&D
- ✓ 45 % ingénieurs & chercheurs – 40 % techniciens

CRÉER LA CONFIANCE LNE

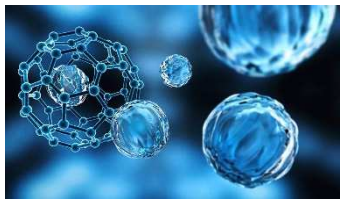
Axes stratégiques en R&D

numérique
et soutien à
l'industrie

transition
écologique

médical,
santé

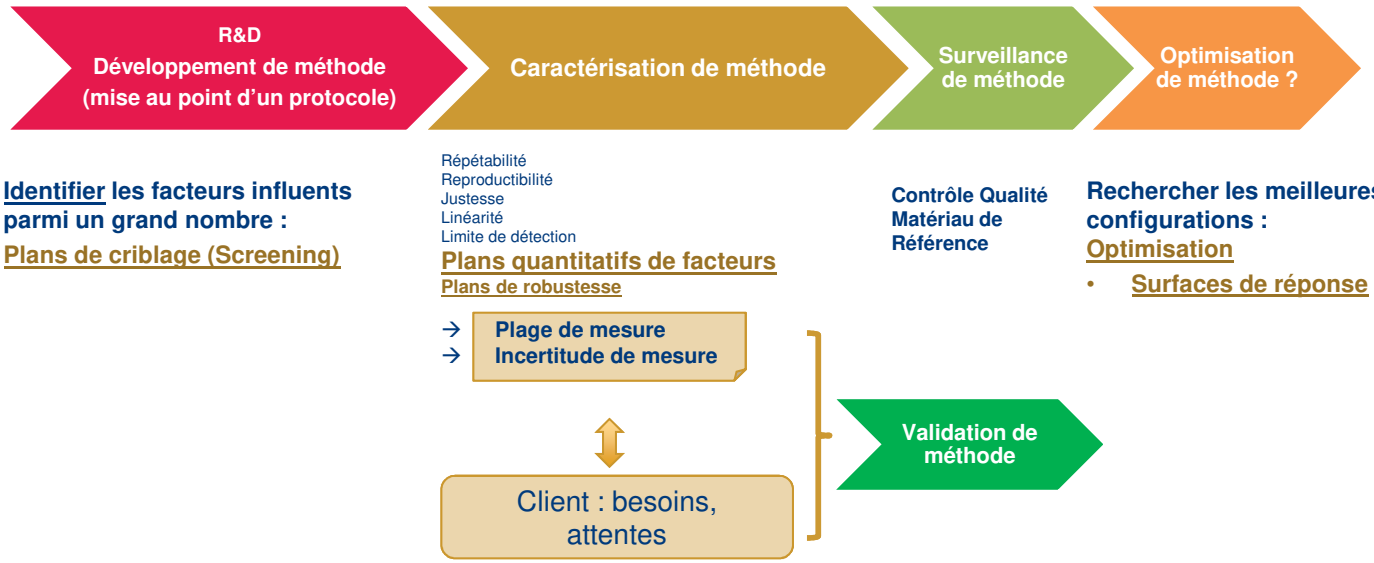
matériaux,
technologies
innovantes



le SI et les
références

CRÉER LA CONFIANCE

CONTEXTE DES PLANS D'EXPÉRIENCE AU LNE :



De la métrologie

à l'incertitude de mesure

et les plans d'expérience

La science des mesurages et ses applications

Objectifs de la métrologie :

Avoir confiance dans la mesure (traçabilité et incertitude de mesure) **pour éviter les barrières techniques dans les échanges nationaux ou internationaux** pour la fabrication et le contrôle des produits, la délivrance de services ou la recherche et le développement

Comment avoir confiance dans des mesures ?

- En communiquant (définitions, processus)
- **En se comparant**

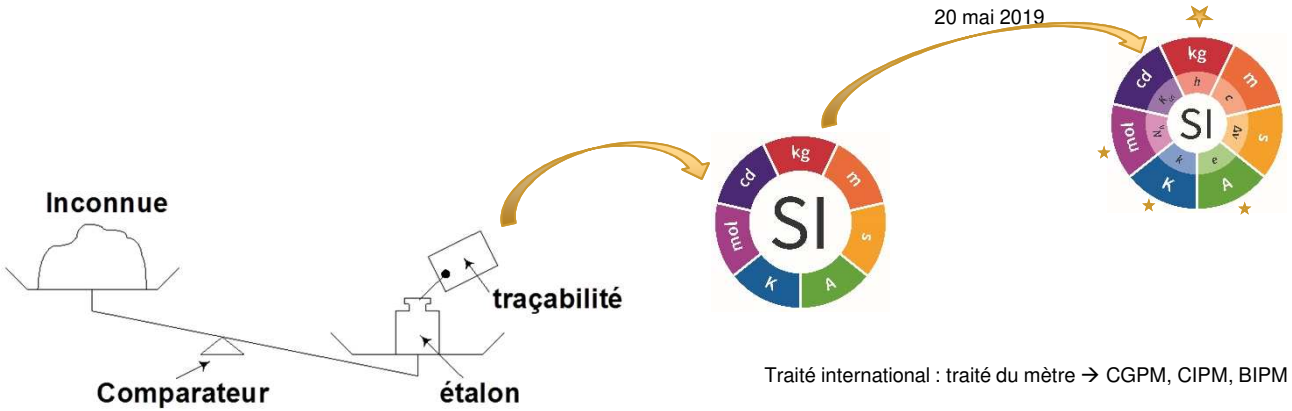
Pour obtenir cette confiance, **il a fallu définir des références internationales et monter un gigantesque réseau de comparaisons et d'audits**

LABORATOIRE NATIONAL DE MÉTROLOGIE ET D'ESSAIS

C’est quoi la métrologie….en quelques mots

- **Définition officielle : Science des mesurages et ses applications**

Mesurer, c’est comparer. Et pour obtenir la confiance, il faut disposer de référence et assurer la traçabilité métrologique.



Traité international : traité du mètre → CGPM, CIPM, BIPM

COMMENT EST NÉE LA MÉTROLOGIE « MODERNE » ET LE SYSTÈME INTERNATIONAL DES UNITÉS ?

En France, à l'issue de la Révolution !

Les cahiers de doléances de 1789 Poids et Mesures

Lors de la préparation des Etats Généraux de 1789, l'unification des poids et des mesures est très largement réclamée par les trois états dans les cahiers de doléances.

- la multiplication de valeurs des mesures, qui changent dans le temps et dans l'espace,
- les fraudes constantes,
- l'éloignement de l'idée de justice dans la répartition des biens entre les membres des communautés y sont exprimés.

Les systèmes de mesure sont entrés, par la multiplication des droits seigneuriaux et des ecclésiastiques, des villes et des communes, dans la « **démesure** », **la notion primordiale de la justice dans les échanges a disparu et la justesse des mesures n'est plus assurée**.

LES REVENDICATIONS ANTI-SEIGNEURIALES

« la mesure des nobles augmente tous les ans.» (1)

«Chaque seigneur pour l'ordinaire de ce pays a son boisseau différent » (2)

LES CONFLITS AVEC LES MEUNIERS

« Il faudrait dans le royaume qu'un seul et une seule mesure, mais que de difficultés se présentent pour y parvenir ! […] l'âpreté des mesniers et la manière de mesurer les grains sur les marchés méritent l'attention la plus sérieuse. Il y a presque autant de mesures locales pour les redevances seigneuriales que de fiefs particuliers. » (13)

«Que toutes les mesures des seigneurs soient réduites à la mesure du roi, sans qu'aucun seigneur puisse de plus fortes ou plus petites. » (20)

DÉCRET DE L'ASSEMBLÉE NATIONALE CONSTITUANTE DU 30 MARS 1791

*L'assemblée nationale, considérant que pour **parvenir à** établir l'uniformité des poids et des mesures, conformément à son décret du 8 mai 1790, **il est nécessaire de fixer une unité de mesure naturelle et invariable**, et que le seul moyen d'étendre cette uniformité aux nations étrangères, et de les engager à convenir d'un même système de mesure, est de choisir une unité, qui dans sa détermination, ne renferme rien d'arbitraire, ni de particulier à la situation d'aucun peuple, sur le globe; considérant de plus que l'unité proposée dans l'avis de l'Académie des sciences du 19 mars de cette année, réunit toutes les conditions, a décrété et décrète qu'elle adopte la grandeur du quart du méridien terrestre pour base du nouveau système de mesures; qu'en conséquent, les opérations nécessaires pour déterminer cette base, telles qu'elles sont indiquées dans l'avis de l'Académie, et notamment la mesure d'un arc du méridien depuis Dunkerque jusqu'à Barcelone, seront incessamment exécutées; qu'en conséquence, le Roi chargera l'Académie des sciences de nommer des commissaires qui s'occuperont sans délai de ces opérations, et se concertera avec l'Espagne pour celles qui doivent être faites sur son territoire.*

DÉCRET RELATIF AUX POIDS ET AUX MESURES DU 18 GERMINAL AN III (7 AVRIL 1795)

……

*2. **Il n'y aura qu'un seul étalon des poids et mesures pour toute la République**: ce sera une règle de platine sur laquelle sera tracé le mètre qui a été adopté pour l'unité fondamentale de tout le système des mesures. Cet étalon sera exécuté avec la plus grande précision…,*

*3. **Il sera envoyé dans chaque chef-lieu de district un modèle conforme à l'étalon prototype** dont il vient d'être parlé, et en outre un modèle de poids exactement déduit du système des nouvelles mesures. Ces modèles serviront à la fabrication de toutes les sortes de mesures employées aux usages des citoyens.*

……

MÈTRE

1795 Le mètre est défini comme **la dix millionième partie du quart du méridien terrestre** La définition de l'unité de poids lui est reliée, c'est le poids du décimètre cube d'eau. (1 litre).

Prototype

1799 La première définition est maintenue, mais il est ajouté : le mètre et le kilogramme en platine, déposés aux Archives, sont les étalons définitifs. Ces étalons matériels, représentants de définitions théoriques, deviennent la base pratique et légale du système métrique décimal.

1875 La **Convention du Mètre** est le traité international à Paris (France) par les représentants de dix-sept États désirant « assurer l'unification internationale et le perfectionnement du système métrique »[1]. Ce traité a créé le Bureau international des poids et mesures (BIPM), l'une des premières organisations intergouvernementales dont la mission aujourd'hui est de coordonner la métrologie au niveau international.

MÈTRE

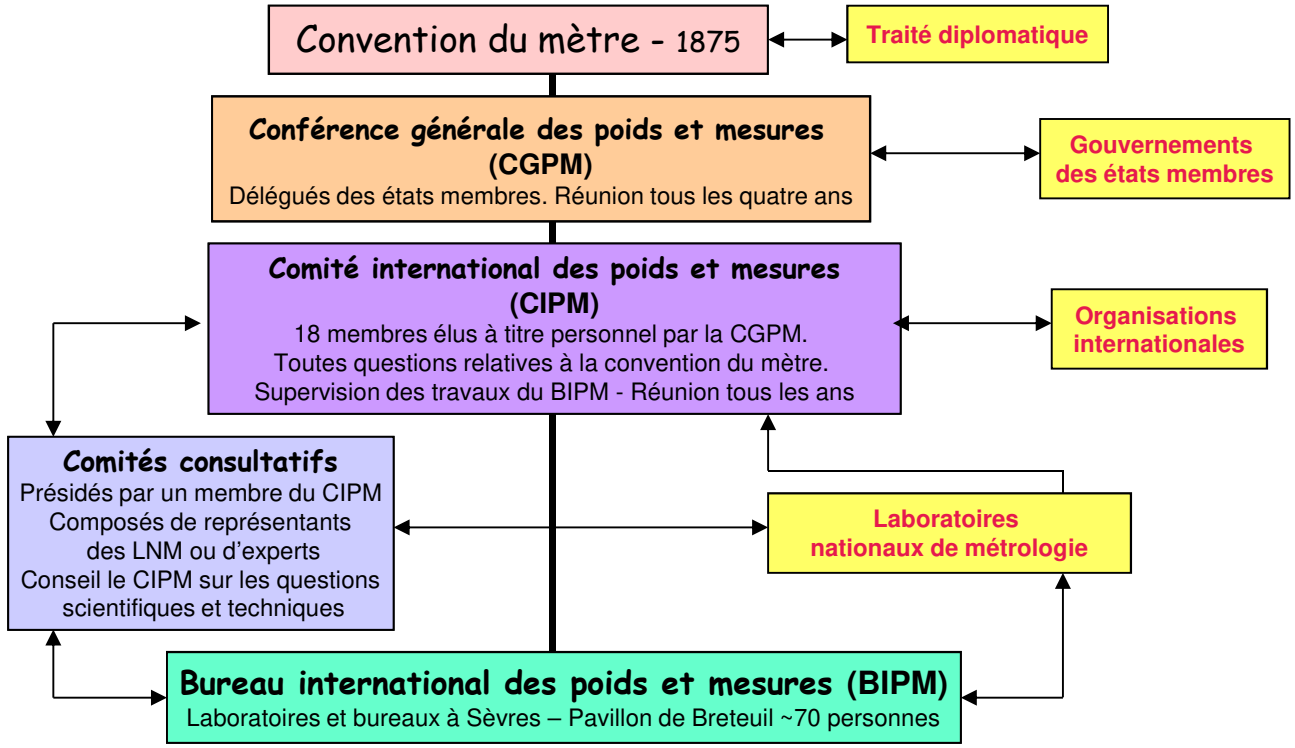
1889 Les prototypes internationaux du mètre et du kilogramme

1983 Le mètre est défini comme la longueur du trajet parcouru par la lumière, dans le vide, pendant une durée de 1/299 792 458 seconde. (17 ème CGPM)

La définition de l'unité continue d'évoluer avec les progrès techniques, prochainement une nouvelle définition

LES ACTEURS DE LA MÉTROLOGIE

La Convention du mètre

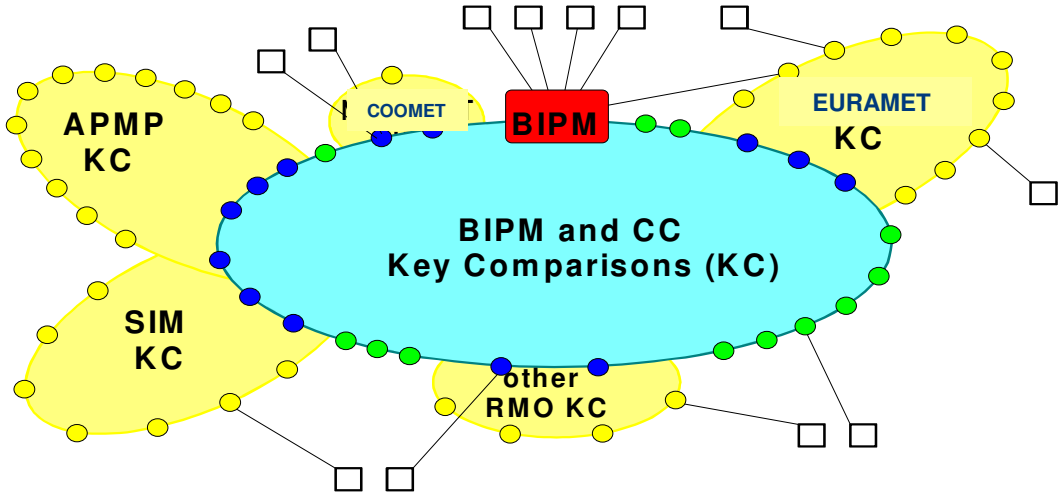


2- Le CIPM-MRA

- **Signé en 1999 par 38 Etats et 2 Organisations internationales (AIEA et IRMM)**
- **Base de donnée disponible sur le site internet du BIPM (KCDB = *Key Comparison DataBase*) qui inclut**
  - **presque 28 000 possibilités d'étalonnage validées et internationalement acceptées par les Etats ou laboratoires signataires du CIPM-MRA**
    - **les CMC (*Calibration and Measurement Capabilities*)**
    - **données montrant l'équivalence entre les étalons nationaux**
  - **1111 résultats de comparaisons clés internationales**
  - **La KCDB est la seule base de données existante sur les possibilités d'étalonnage des NMI et autres signataires qui démontre la traçabilité des mesures au SI**
- **Le CIPM-MRA couvre environ 257 laboratoires dans le monde (NMI et laboratoires désignés – DI)**

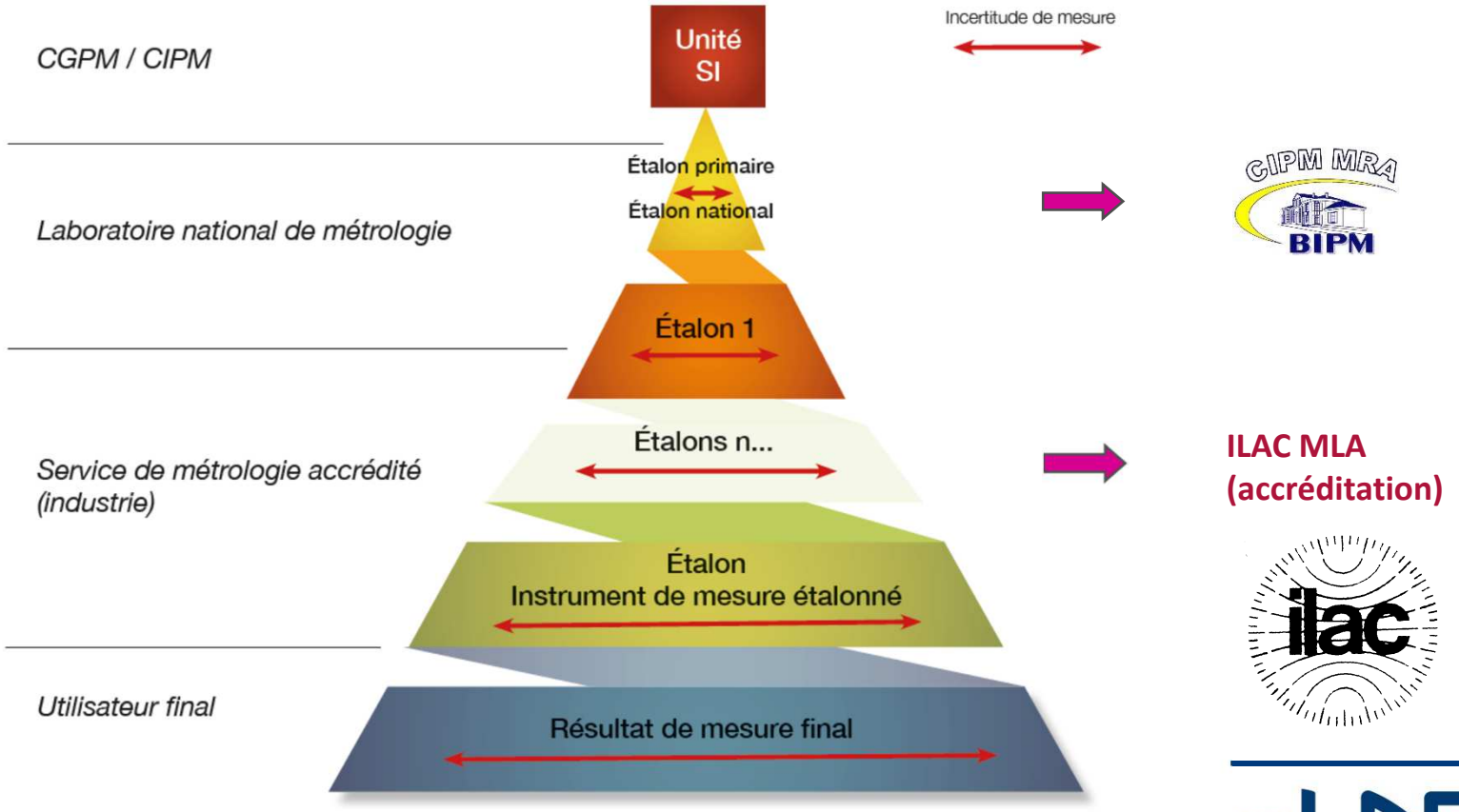
certificats d'étalonnage (CIPM-MRA) reconnus et acceptés partout

2- Mise en œuvre du CIPM-MRA



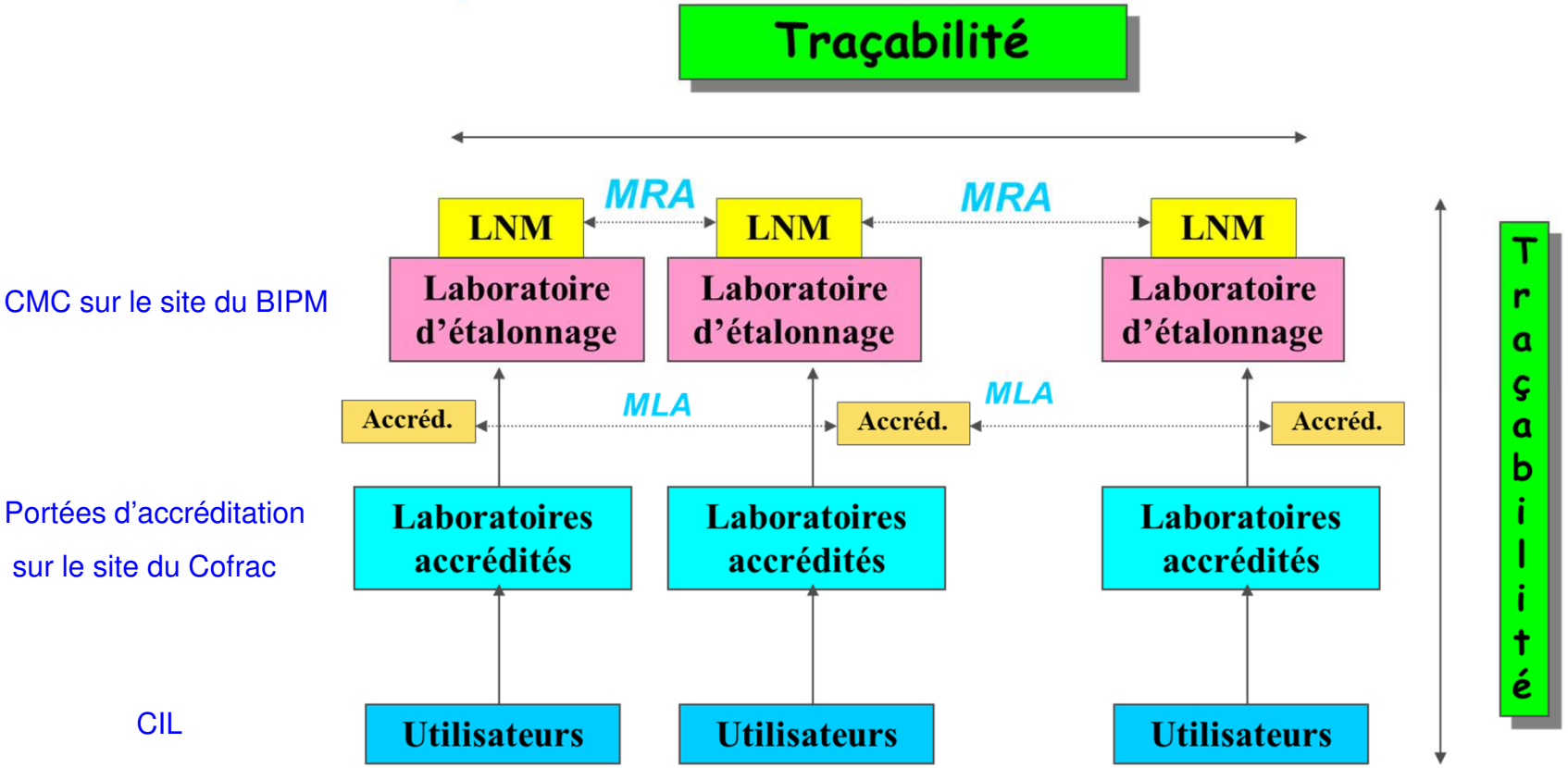
○ NMI participating at BIPM/CC KC (●), RMO KC (●) or both (●).
□ NMI participating in a bilateral KC

Traçabilité



La traçabilité métrologique

Réseau de comparaisons avec tous les acteurs



Exemples de bénéfices du CIPM-MRA

Korean Air – US/FAA*

** Federal Aviation Administration*

réclamation

au regard du « *US repair station act* »

- US/FAA requiert auprès de KA d'assurer que les certificats d'étalonnage soient traçables au NIST

solution

- Le KRISS et le NIST participent au CIPM-MRA
- La US/FAA a accepté que tous les instruments de mesure de la KA soient raccordés au KRISS, et par conséquence sont traçables au NIST

effet

9.4 M$ de dépenses en moins

40 k$ de dépenses pour les étalonnages

x 235

Sans le CIPM-MRA, ou ILAC-MRA, …

- **Suspension des services pendant 3 mois pendant que le NIST étalonne les instrumentations**

ou

- **Coût additionnel pour des instrumentations de substitution utilisé , et pour établir la traçabilité au NIST**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

LE COFRAC (COMITÉ D'ACCRÉDITATION FRANÇAIS)

L'**accréditation** est une reconnaissance, par un organisme indépendant, de la compétence d'un *organisme* pour la réalisation **d'activités spécifiées** d'évaluation de la conformité.

L'énoncé formel et précis de ces activités, objet de la demande d'accréditation, est consigné dans la **portée d'accréditation**.

Différents référentiels d'exigences générales :

- Laboratoires d'essais et d'étalonnages, **NF EN ISO/CEI 17025**,
- Producteurs de matériaux de Référence, NF ISO 17034,
- …

CRÉER LA CONFIANCE LNE

LES NORMES APPLICABLES

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

BIPM JCGM (Joint committee for guides in metrology)

ISO

CASCO (évaluation)
TC 69 (statistique)
TC 176 (qualité)

AFNOR
Commission métrologie
X07

8 organisations internationales

- **BIPM → les LNM**
- **CEI et ISO → normes**
- **OIML → métrologie légale**
- **IFCC → Les biologistes**
- **UICPA → les chimistes**
- **UIPPA → les physiciens**
- **ILAC → les accréditeurs**

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES (JCGM)

- **VIM** JCGM 200 (2012) ou NF ISO/IEC 99 : **Vocabulaire international de métrologie**
  - Document bilingue très utilisé
  - Téléchargeable gratuitement sur site du BIPM
  - 3ème édition, Edition 4 en préparation

- **GUM** JCGM 100 (2008) ou NF ISO/IEC 98-3 : **Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure**
  - Le document de référence depuis 1993
  - Téléchargeable gratuitement sur site du BIPM
  - Plusieurs suppléments (GUM-S1, GUM-S2, …)

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES (ISO/CASCO)

- **ISO 17025**: 2017 : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais
  - Référentiel d'accréditation des laboratoires

- ISO 17034 : 2016 Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

- **NF ISO 5725** (2020) **:** Exactitude des résultats et méthodes de mesure- 6 parties
  - Très utilisée en statistique pour estimer la répétabilité et reproductibilité
  - Citée dans l'ISO 17025
  - Peut être utilisée comme méthode d'évaluation d'incertitude (pour les essais)
- **ISO 10012** (2003) Systèmes de management de la mesure
  - Citée en annexe de l'ISO 9001
  - En révision
- **FD X07-011** (1994) Constat de vérification des moyens de mesure
- **FD X07-012** (1995) Certificat d'étalonnage des moyens de mesure
- FD X07-014 (2006) Optimisation des intervalles de confirmation métrologique des équipements de mesure

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

- **J'utilise le bon vocabulaire →**
- **Je gère mes processus de mesure →**
- **Je fais la distinction Certificat d'étalonnage / constat de vérification →**
- **Je connais les exigences d'un laboratoires accrédité →**
- **J'estime mes incertitudes de mesure →**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

L'incertitude de mesure

Pourquoi ?

Comment ?

12 est-il différent de 13 ?

- **le « mathématicien » répond : OUI**
- **Que répond le « technicien » ?**

Mathématiques → Expérimentation

LA MESURE

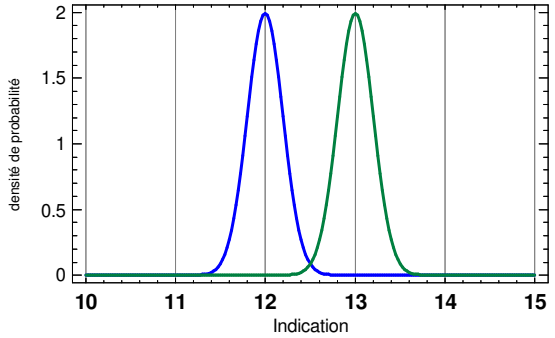
- unités de mesure,
- méthode de mesure,
- erreurs de mesure,
- fidélité de mesure, …
- incertitude de mesure

CRÉER LA CONFIANCE LNE

12 est-il différent de 13 ?

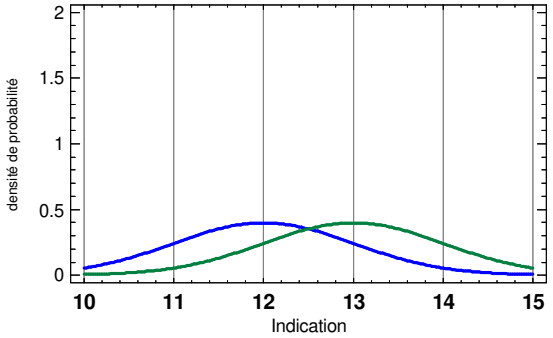
Seule l'incertitude permet de comparer 2 valeurs

Si $u = 0{,}2 \Rightarrow 12{,}0 \neq 13{,}0$



Si $u = 1 \Rightarrow 12 = 13$

12 non signif. ≠ de 13

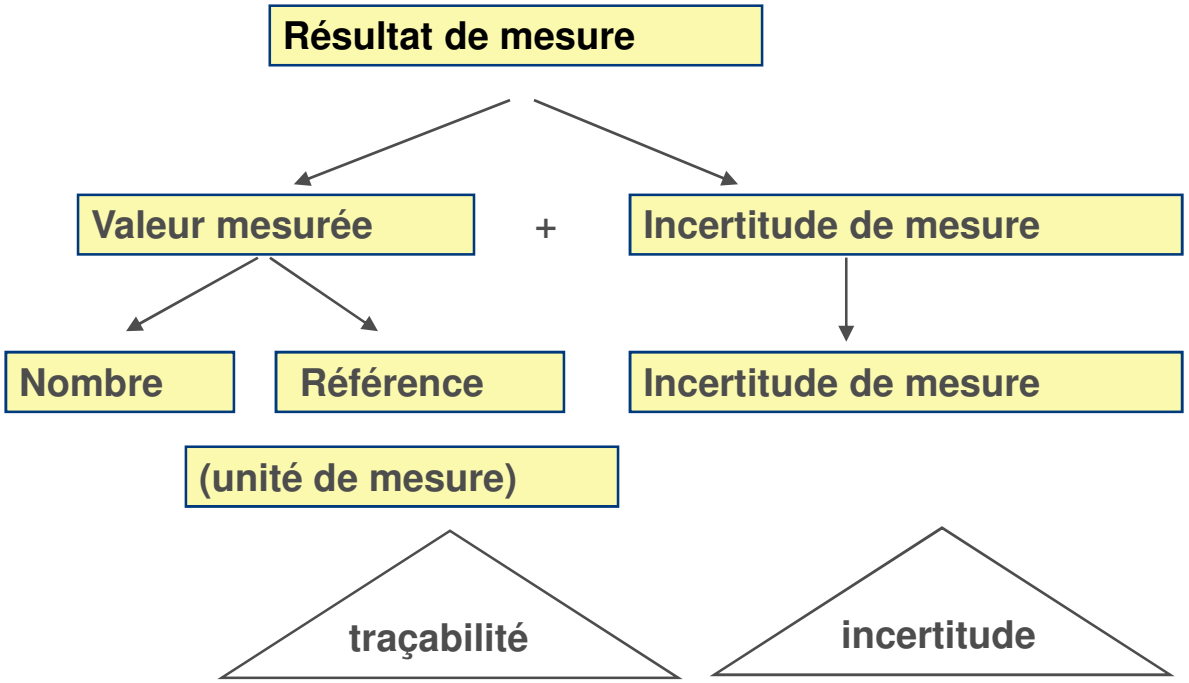


CRÉER LA CONFIANCE

Bienvenue au pays des incertitudes !

Il faut quantifier la connaissance ou plutôt la « méconnaissance » que l'on a d'une valeur mesurée pour pouvoir l'utiliser.

Résultat de mesure



Un peu de vocabulaire

Les termes fondamentaux

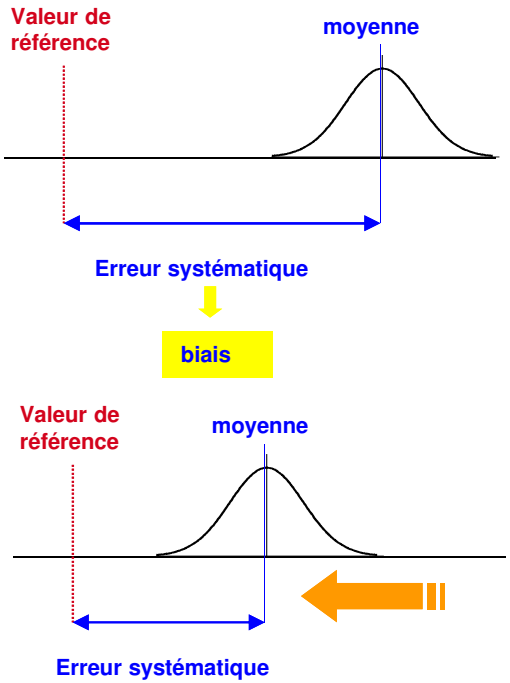
VIM chapitre « Mesurages »

justesse de mesure (2.14)

étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence

NOTE 1 La justesse de mesure n'est pas une grandeur et ne peut donc pas s'exprimer numériquement, mais l'ISO 5725 donne des caractéristiques pour l'étroitesse de l'accord.
NOTE 2 La justesse de mesure varie en sens inverse de l'erreur systématique mais n'est pas liée à l'erreur aléatoire.
NOTE 3 Il convient de ne pas utiliser «exactitude de mesure» pour la justesse de mesure.

Illustration justesse de mesure



Pour être juste, on cherche donc à réduire les erreurs systématiques en appliquant des corrections.

VIM chapitre « Mesurages »

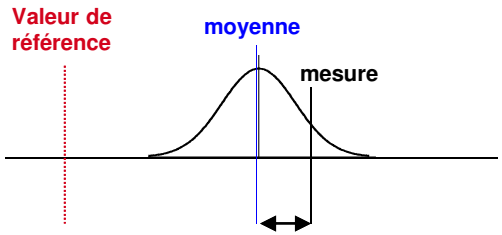
fidélité de mesure (2.15) **(precision en anglais)**

étroitesse de l'accord entre les indications ou les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées

NOTE 1 La fidélité est en général exprimée numériquement par des caractéristiques telles que l'écart-type, la variance ou le coefficient de variation dans les conditions spécifiées.
NOTE 2 Les conditions spécifiées peuvent être, par exemple, des conditions de répétabilité, des conditions de fidélité intermédiaire ou des conditions de reproductibilité (voir l'ISO 5725-1:1994).
NOTE 3 La fidélité sert à définir la répétabilité de mesure, la fidélité intermédiaire de mesure et la reproductibilité de mesure.
NOTE 4 Le terme «fidélité de mesure» est quelquefois utilisé improprement pour désigner l'exactitude de mesure.

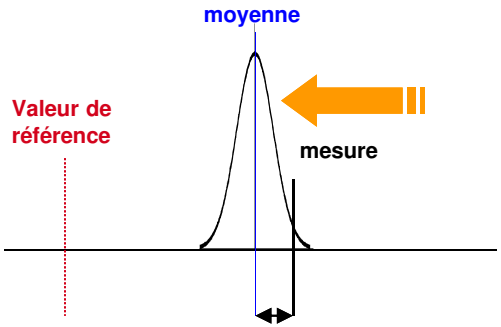
CRÉER LA CONFIANCE LNE

Illustration fidélité



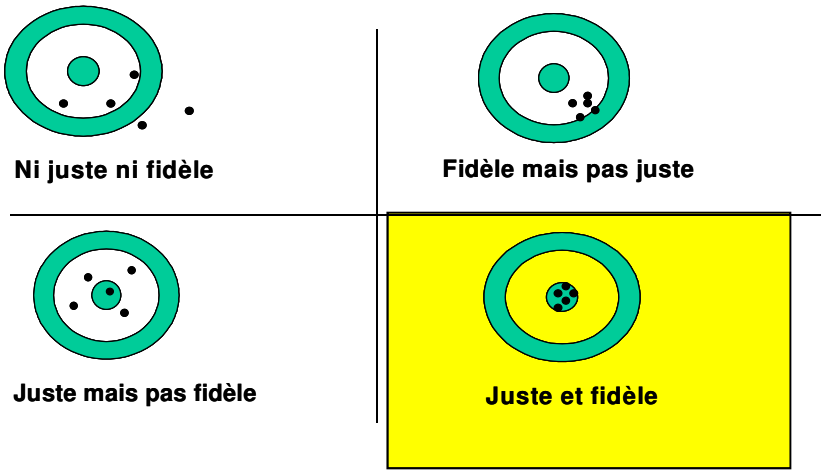
Erreur aléatoire

Ecart-type répétabilité



Erreur aléatoire

Illustation justesse et fidélité



Exactitude de mesure

étroitesse de l'accord et re une valeur mesurée et une valeur vraie d'un mesurande

GUM

Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure

- Composé de 8 chapitres et 10 annexes

- LNE : découpage pédagogique de la démarche en 4 étapes

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ALEATOIRE

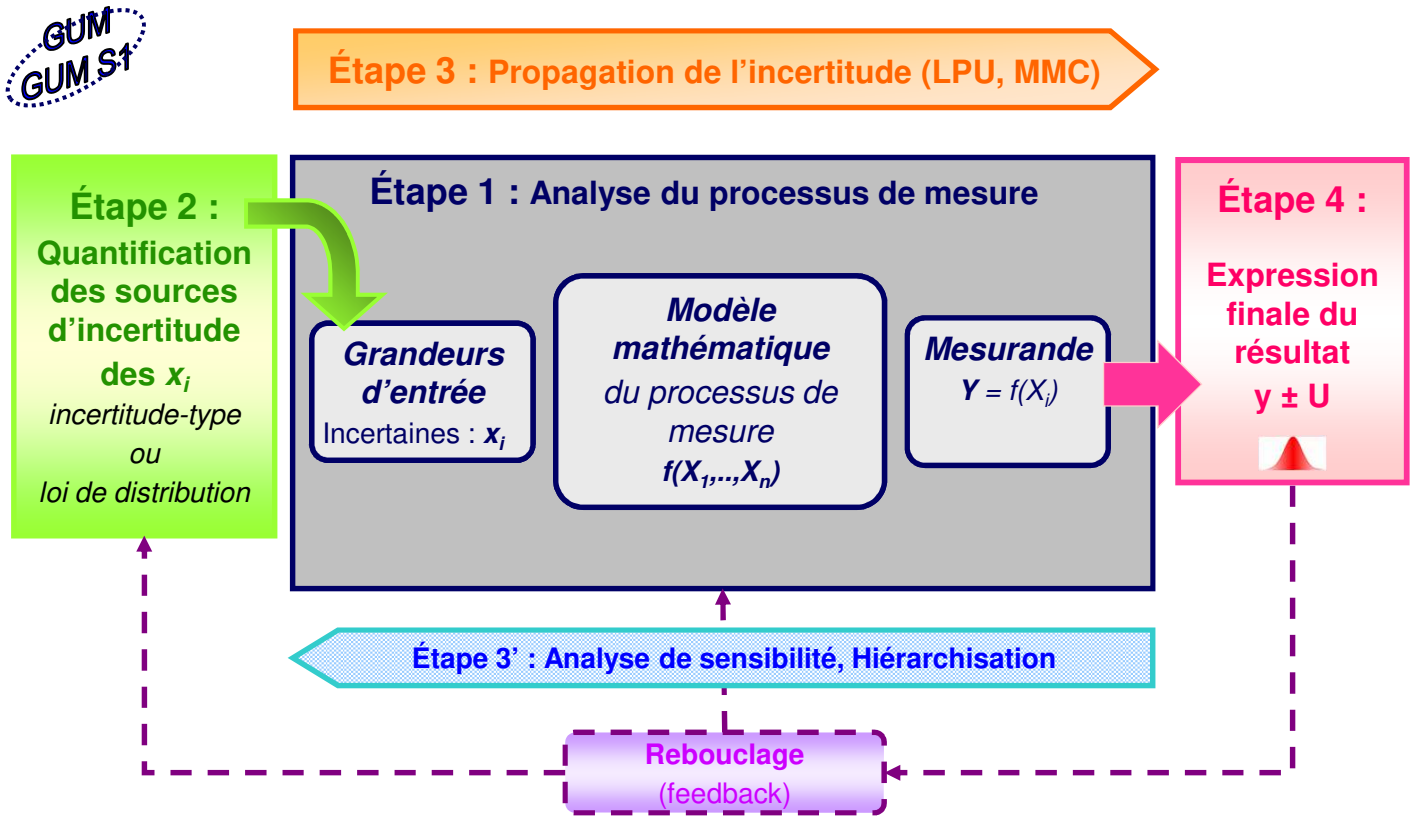
Dans le GUM : on introduit la notion de *variable aléatoire*

NOTE 1 Par économie de notation, on utilise dans ce *Guide* le même symbole *Xi* pour la grandeur physique (le mesurande) et pour la variable aléatoire qui représente le résultat possible d'une observation de cette grandeur...
NOTE 3 L'estimation de *Xi* (à proprement parler, de son espérance mathématique) est notée *xi*.

variable aléatoire
variable pouvant prendre n'importe quelle valeur d'un ensemble déterminé de valeurs, et à laquelle est associée une *loi de probabilité* .[ISO 3534-1:1993]

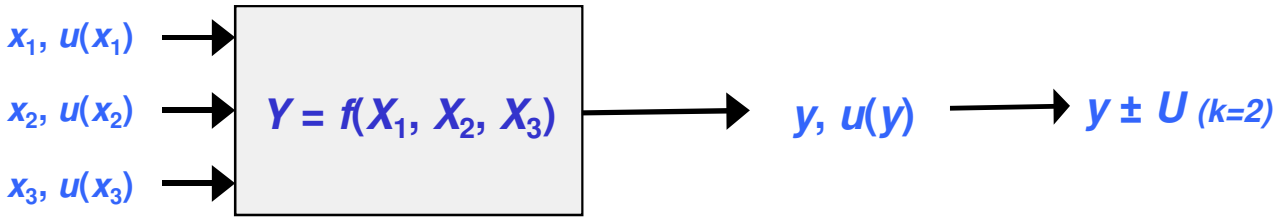
CRÉER LA CONFIANCE LNE

Schéma de l'évaluation de l'incertitude de mesure

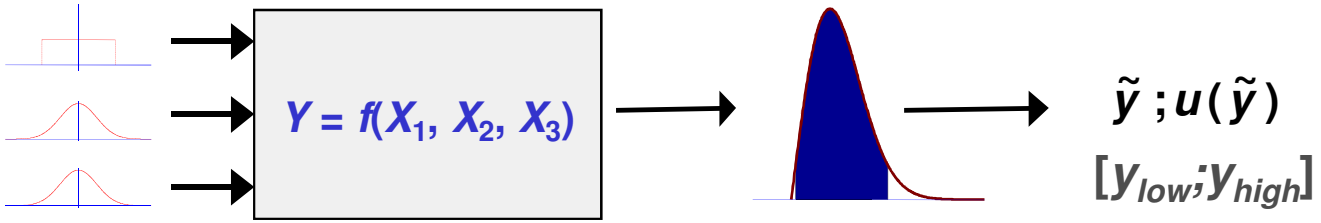


CRÉER LA CONFIANCE LNE

Propagation de l'incertitude (GUM)



Propagation des distributions (GUM-S1)



Incertitude de mesure : La démarche en 4 étapes

- **Etape 1 : estimation du résultat de mesure**
  - ✓**définition du mesurande**
  - ✓**analyse du processus de mesure et liste des facteurs influents**
  - ✓**modèle mathématique du processus de mesure**
- **Etape 2 : estimation des incertitudes-types**
  - ✓**méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : calcul de l'incertitude-type composée**
  - ✓**loi de propagation de l'incertitude**

Etape 4 : expression du résultat

- ✓ **incertitude élargie**
- ✓ **expression du résultat**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM étape 1 - Définir le mesurande

- **Définir avec suffisamment de détails le mesurande c'est :**

  - **éviter de perdre du temps avec l'utilisateur du résultat de mesure à cause d'une mauvaise compréhension ;**
  - **ne pas introduire des causes d'incertitudes liées à une définition «floue» de ce que l'on veut mesurer ;**
  - **choisir un processus de mesure adapté.**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM : étape 1 - Le processus de mesure

➢ **Ne pas focaliser son attention sur l'instrument, mais s'intéresser au processus qui conduit à l'obtention d'un résultat de mesure.**

➢ **L'incertitude caractérise le résultat et non l'instrument.**

➢ **Dans le processus vont intervenir :**

- les instruments, les étalons
- la méthode de mesure et le mode opératoire
- les opérateurs
- l'environnement de la mesure (température, pression…)
- l'objet mesuré

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM : étape 1

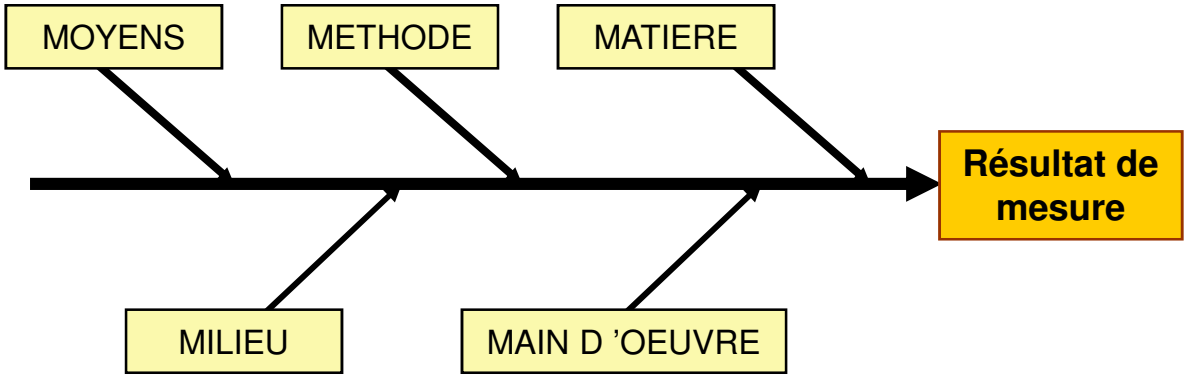
Pourquoi faut-il analyser le processus de mesure ?

Identifier les facteurs qui influencent le résultat de mesure (causes d'erreurs) en dresser une liste aussi exhaustive que possible :

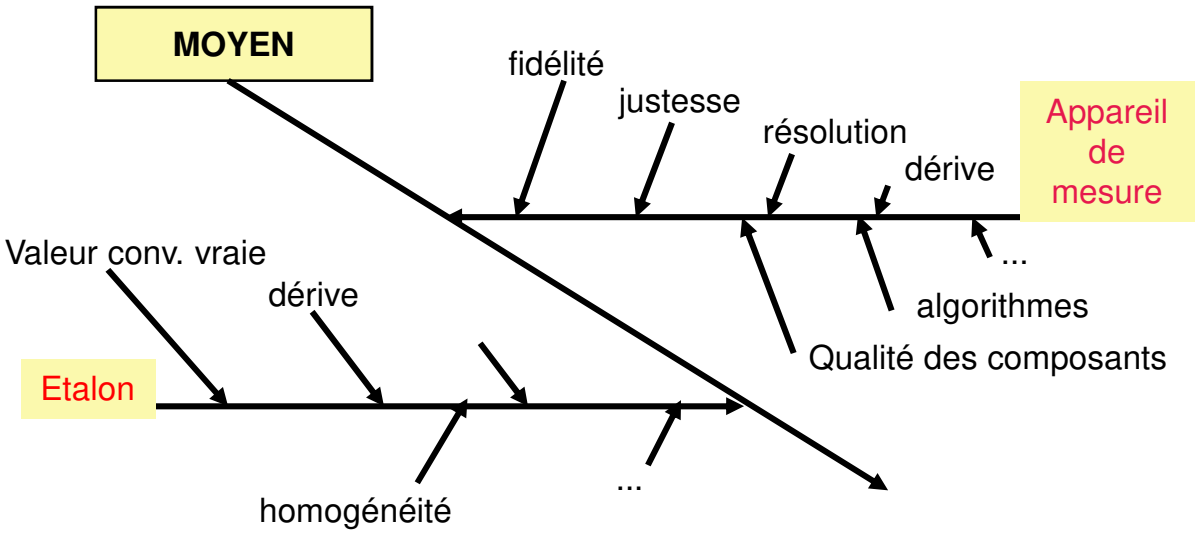
- pour les maîtriser,
- pour en diminuer les effets :
  - soit par application de correction,
  - soit par répétition des mesures et calcul de moyennes arithmétiques de séries d'observations

CRÉER LA CONFIANCE LNE

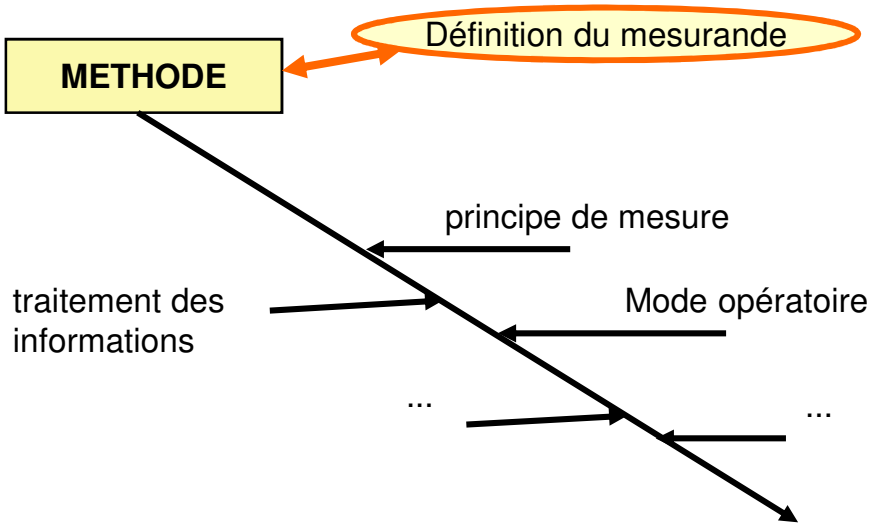
La méthode des 5 M



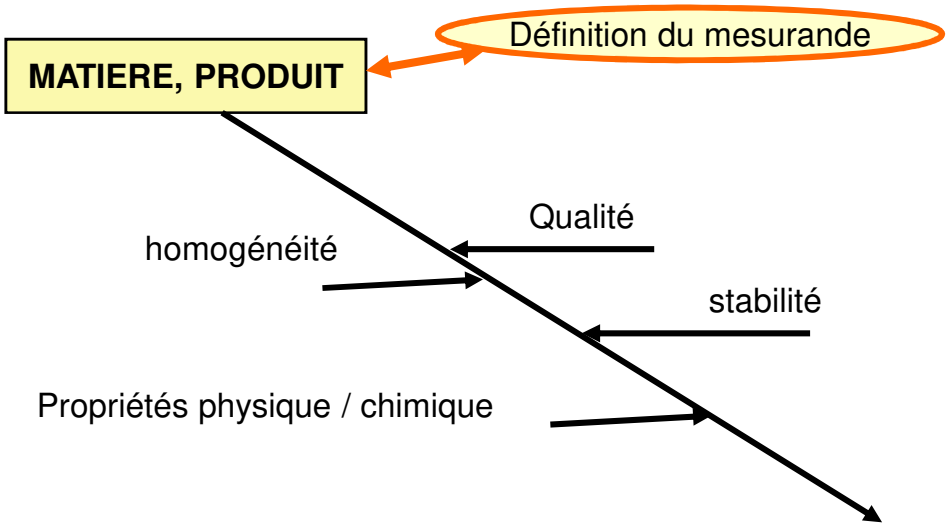
La méthode des 5 M



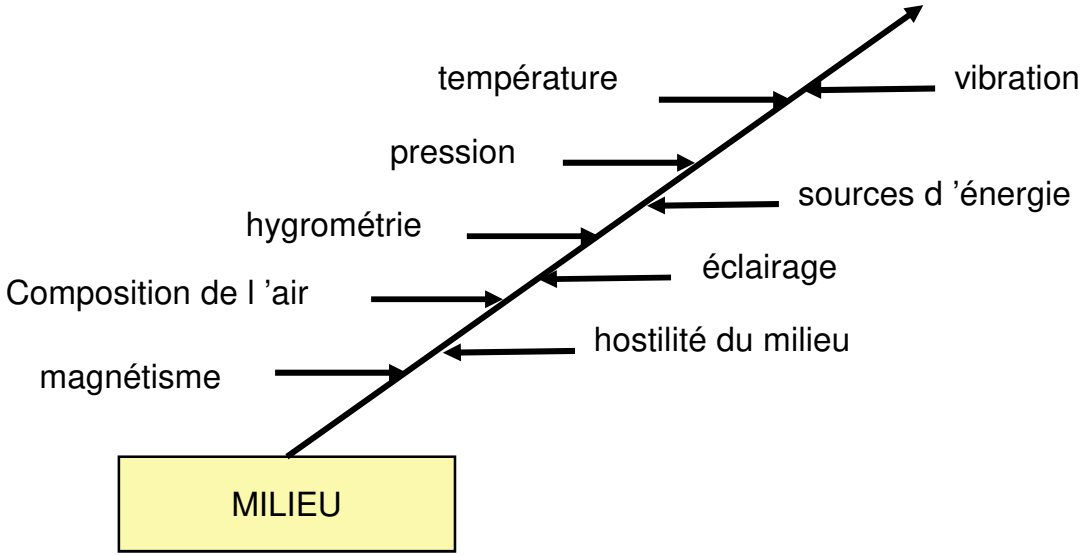
La méthode des 5 M



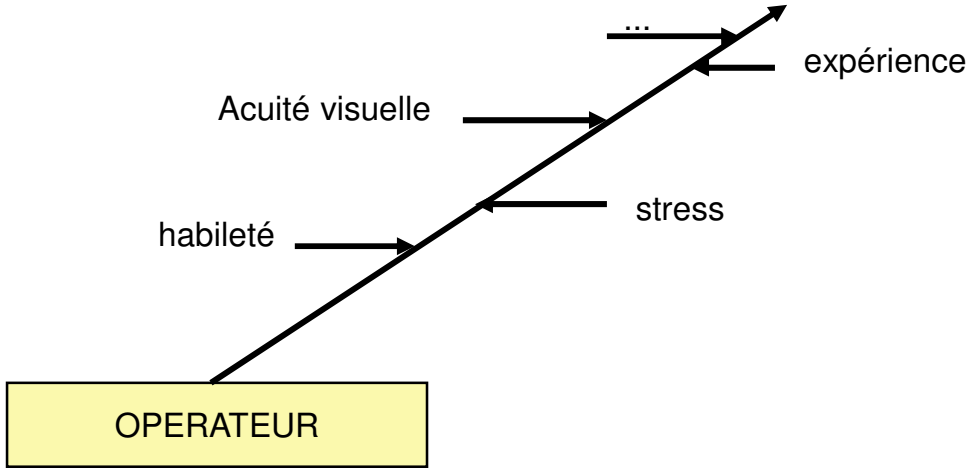
La méthode des 5 M



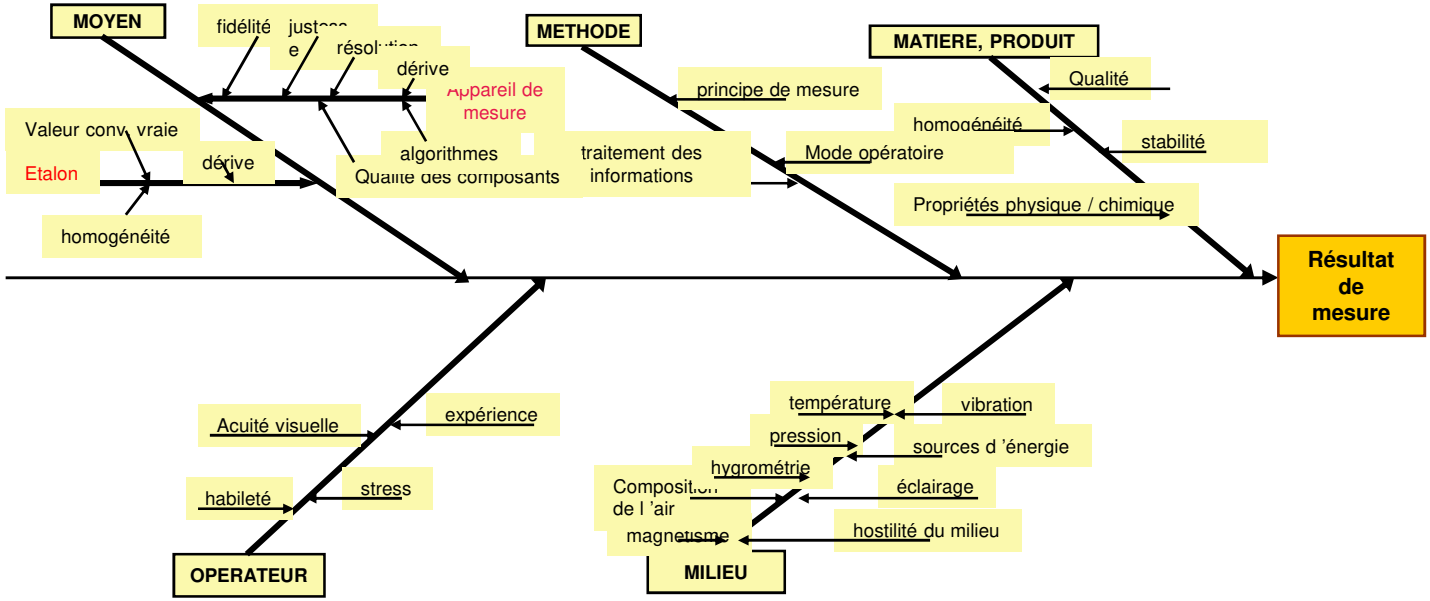
La méthode des 5 M



La méthode des 5 M



La méthode des 5 M



GUM : étape 2 Evaluation des incertitudes-types

Deux méthodes :

- **Type A : évaluation par l'analyse statistique de séries d'observations.**
- **Type B : évaluation par d'autres moyens**

GUM Etape 2 - Méthode d'évaluation de type A

Evaluation de la répétabilité ou de la fidélité intermédiaire

Evaluation à partir des observations (*n*)

Exemple :

90,040 mm 90,044 mm 90,049 mm 90,046 mm 90,041 mm
90,054 mm 90,056 mm 90,052 mm 90,063 mm 90,060 mm

S^2 : Estimateur sans biais de σ^2

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{10}(x_i - \bar{x})^2} = 7{,}9\,\mu\text{m}$$

GUM étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

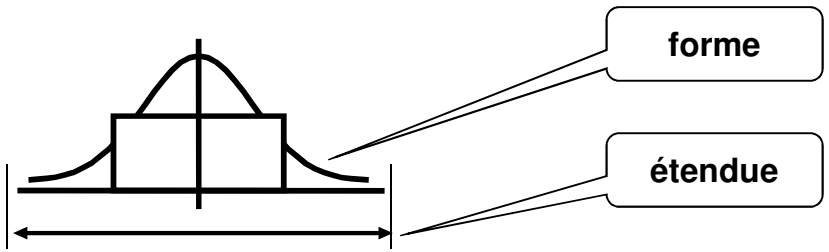
- Une évaluation de type B de l'incertitude-type s'effectue par un jugement scientifique fondé sur toutes les informations disponibles qui peuvent comprendre :

- des données fournies par des certificats d'étalonnage et autres documents (incertitude connue) ;
- des résultats de mesures antérieures ;
- l'expérience ou la connaissance générale du comportement des matériaux, des instruments utilisés, des facteurs d'influence… ;
- des spécifications de fabricants.

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

➢Deux informations sont nécessaires :

- l'étendue de variation possible de la grandeur considérée
- la forme de la distribution de probabilité de la grandeur considérée (normale, uniforme, U, ...)



GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 1

Un micromètre au 1/1000 est conforme à la classe I, d'après son constat de vérification, son e.m.t. est de ± 7 µm :

$$u\,(e_{justesse}) = \frac{7}{\sqrt{3}} = 4{,}04\ \mu m$$

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 2

Un manomètre a une résolution de 0,05 bar, l'incertitude type correspondante est :

$$u\,(e_{résolution}) = \frac{0{,}05}{2\sqrt{3}} = 0{,}014 \text{ bar}$$

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 3

Une verrerie de laboratoire présente une erreur d'indication de +0,3 ml, son certificat d'étalonnage mentionne une incertitude de ± 0,08 ml à 2 incertitudes-types :

$$u\,(e_{indication}) = \frac{U}{k} = \frac{0{,}08}{2} = 0{,}04 \text{ ml}$$

GUM étape 2 Tableau de présentation des calculs

Source d'incertitude	Type d'évaluat.	Demi-étendue	Loi	Incertitude -type	Variance	% influence

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM Etape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

- **Soit *y* l'estimation du mesurande Y :**

$$y = f(X_1, X_2, X_3, \ldots X_N)$$

- **La variance $u_c^2(y)$ s 'écrit :**

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

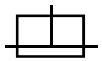
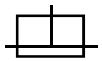
GUM Etape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

- **Lorsque les estimations des grandeurs d'entrée x_i sont <u>indépendantes</u>, la loi de propagation des incertitudes s'écrit :**

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 \cdot u^2(x_i)$$

GUM : étape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

Tableau de présentation des calculs - exemple

Source d 'incertitude	Type d 'évaluat.	Demi-étendue	loi	Incertitude type	Variance	% influence
Répétabilité	A	----	----	0,32 ° C	0.1024	76.1 %
Résolution	B	0.05		0.029	0.0008	0.6 %
E. M.T. de l 'appareil Constat de vérif. OU *Certif. d'étalonnage*	B *Incertitud. Du C.E. / k (k =2)*	0,3		0.17 <u>0.05</u>	0.0289 *0.0025*	21.4 % *2.4 %*
Héterogénéité de la température	B	0.15		0.05	0.0025	1.9 %
					0.1346 *0.1082*	

$u_c^2 = 0{,}1346 \Rightarrow u_c = 0{,}37\ ^\circ C \Rightarrow U = 0{,}74\ ^\circ C$

$u_c^2 = 0{,}1082 \Rightarrow u_c = 0{,}33\ ^\circ C \Rightarrow U = 0{,}66\ ^\circ C$

GUM étape 4 : Expression finale du résultat

$y \pm U$ unité (valeur de k)

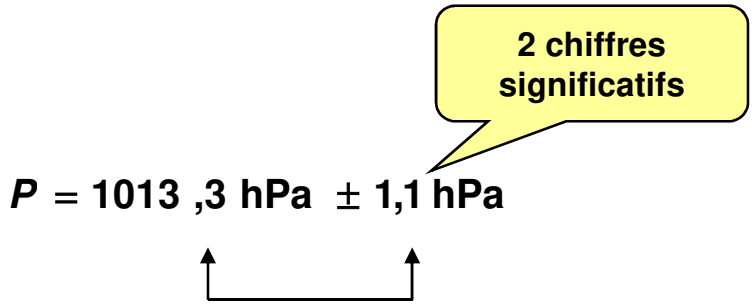
Un résultat de mesure, pour qu'il ait une signification physique, doit être arrondi en fonction de l'incertitude liée à ce résultat.

Par exemple, il est inutile d'annoncer une mesure de longueur au micron si l'incertitude liée à la mesure au pied à coulisse est égale au dixième de millimètre.

CRÉER LA CONFIANCE LNE

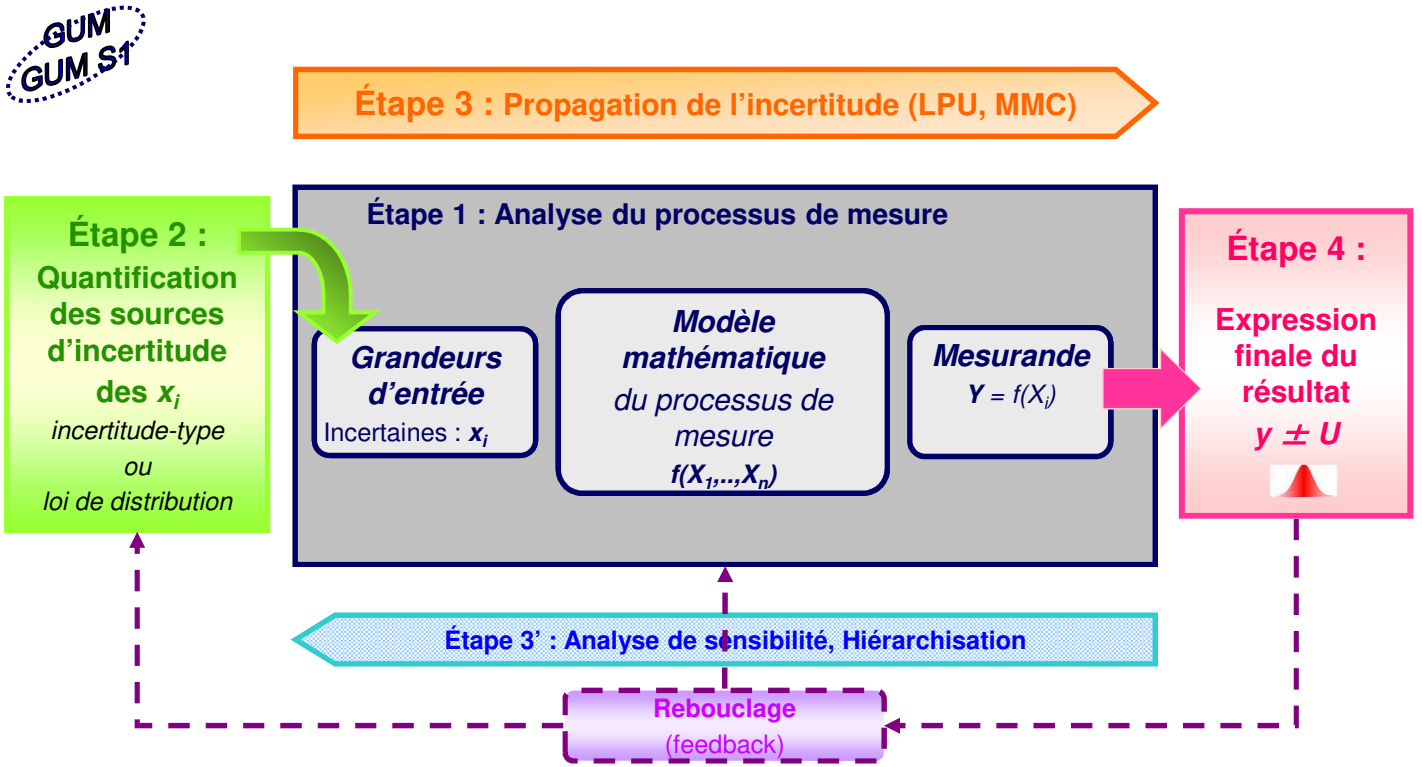
GUM étape 4 : Expression finale du résultat

Combien de chiffres significatifs pour exprimer l'incertitude et la valeur numérique du résultat ?



Pour la valeur numérique du résultat, le dernier chiffre à retenir est celui qui à la même position que le deuxième chiffre significatif dans l'expression de l'incertitude

Schéma de l'évaluation de l'incertitude de mesure



Liens entre évaluation d'incertitude et plans d'expérience

Quand on mène un plan d'expérience, il est nécessaire de vérifier la qualité des mesures : limite de détection et incertitude de mesure

Une estimation d'incertitude, c'est mener une enquête !

Il peut être nécessaire de faire appel aux plans d'expérience

→ intégrer non pas les effets de facteurs significatifs mais des variances

LNE - Paris

Je vous remercie

LNE - Trappes

Questions ?

michele.desenfant@lne.fr

Estimation de l'incertitude

associée à la concentration d’une préparation de solution d’acide chlorhydrique

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

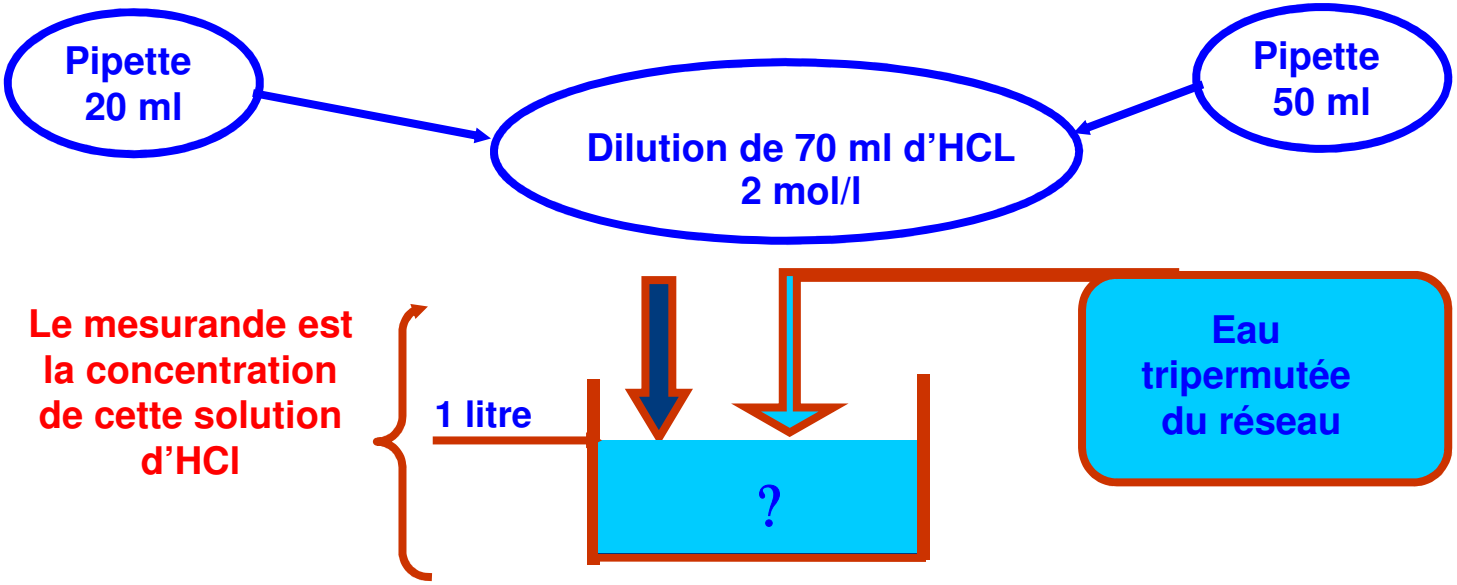
- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 1 : Définition du mesurande et processus

La préparation de la solution d'HCl se fait en salle <u>climatisée</u>



ETAPE 1 : Modèle du processus

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

Concentration de la solution mère (2 mol/l)

Volume de la solution mère [(50+20) ml]

Volume de la solution finale d'HCl (1000ml)

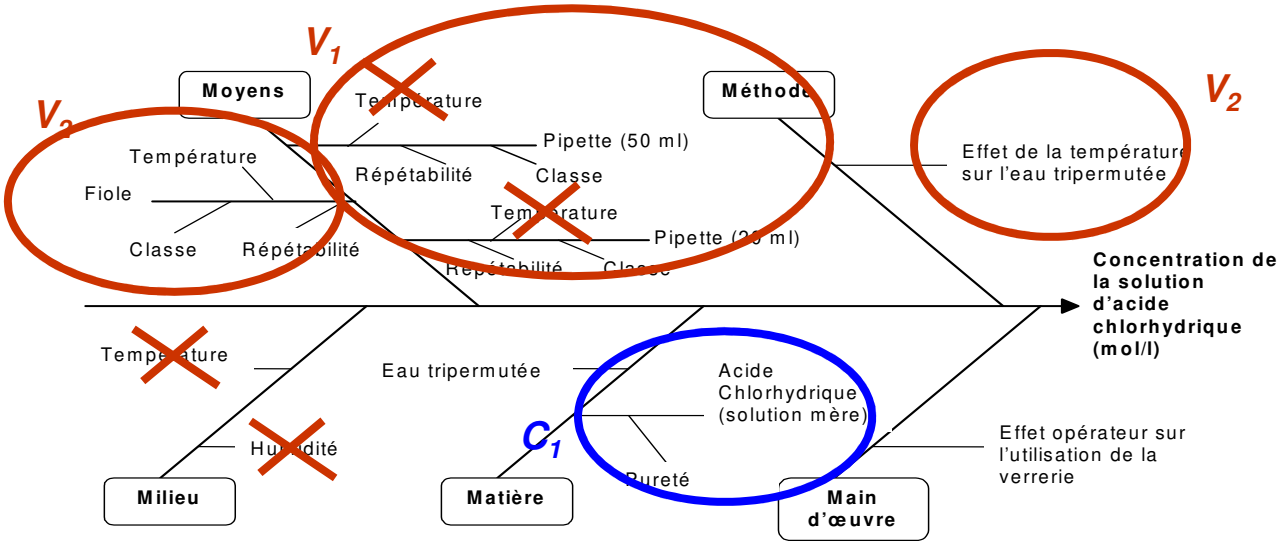
Concentration de la préparation de la solution d'HCl(mol/l)

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2} = f(C_1, V_1, V_2)$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE1: Analyse du processus (5M)

Diagramme causes-effets (appelation Quam Eurachem)



Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 2 Les incertitudes-types (C_1)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude type $u(x_i)$	
C_1	2 mol/l	Tolérance: ± 0,1 % (certificat fournisseur)	0,1% * 2	B : ⎍	$\frac{2.10^{-3}}{\sqrt{3}}$	0,001154701 mol/l

ETAPE 2 Les incertitudes-types (V_1)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude-type $u(x_i)$		
V_1	50 ml	**Pipette 50 ml**					
		Tolérance ± 0,05 ml (norme verrerie)	0,05	B : ⊓	$\frac{0,05}{\sqrt{3}}$		
		Répétabilité : 0,01184 ml (estimée à partir de n=10 pesées transformées en volume)	0,01184	A	0,01184	0,0312012	
		Effet température (solution et verrerie en salle climatisée à 23° C)	négligeable	-			0,036219 ml
	20 ml	**Pipette 20 ml**					
		Tolérance ± 0,03 ml (norme verrerie)	0,03	B : ⊓	$\frac{0,03}{\sqrt{3}}$		
		Répétabilité : 0,00619 ml (estimée à partir de n=10 pesé es transformées en volume)	0,00619	A	0,00619	0,0183933	
		Effet température (solution et verrerie en salle climatisée à 23° C)	négligeable	-			

ETAPE 2 Les incertitudes-types (V_2)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude-type $u(x_i)$	
V_2	1000 ml	**Fiole 1000 ml**				1,04508 ml
		Tolérance ± 0,5 ml (norme verrerie)	0,5	B : ⊓	$\frac{0,5}{\sqrt{3}}$	
		Effet opérateur ± 0,7 ml (essai de reproductibilité)	0,7	B : ⊓	$\frac{0,7}{\sqrt{3}}$	
		Répétabilité : 0,42292 ml (estimée à partir de n=10 pesées transformées en volume)	0,42292	A	0,4229	
		Effet température (solution aqueuse via le réseau de distribution : 23° C±10 ° C)	2	B : △	$\frac{2}{\sqrt{6}}$	

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 3 Propagation des incertitudes

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2} = f(C_1, V_1, V_2)$$

Les sources d'incertitudes étant supposées <u>indépendantes</u>

Expression en relatif

$$\frac{u(C_2)}{C_2} = \sqrt{\left(\frac{u(C_1)}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_1)}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_2)}{V_2}\right)^2}$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 3 : Contribution

Sources d'incertitude	Valeur	Incertitude-type $u(x_i)$	Incertitude-type relative $u(x_i)/x_i$	Contribution
C_1 Concentration de la solution mère (en mol/l)	2 mol/l	0,001154701	0,00057735	19,7 %
V_1 Volume de la solution mère (en ml)	70 ml	0,036219	0,000517418	15,8 %
V_2 Volume de la solution aqueuse (en ml)	1000 ml	1,04508	0,00104508	64,5 %

CRÉER LA CONFIANCE LNE

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

Etape 4 expression du résultat

Mesurande C2	Valeur mol/l	Incertitude-type mol/l	Incertitude élargie (k=2) mol/l
Concentration solution HCl	0,14000	0,000182	0,00036

0,140 00 ± 0,000 36 mol/l (k=2)

Titre

LNE - Paris

Je vous remercie

LNE - Trappes

Questions ?

michele.desenfant@lne.fr

Objectifs de la métrologie :

Avoir confiance dans la mesure (traçabilité et incertitude de mesure) **pour éviter les barrières techniques dans les échanges nationaux ou internationaux** pour la fabrication et le contrôle des produits, la délivrance de services ou la recherche et le développement

Comment avoir confiance dans des mesures ?

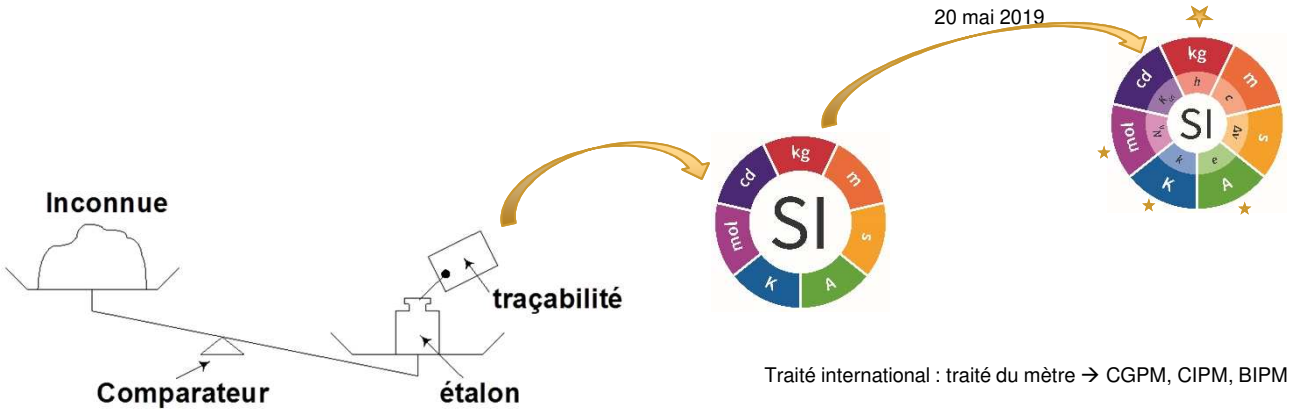
- En communiquant (définitions, processus)
- **En se comparant**

Pour obtenir cette confiance, **il a fallu monter un gigantesque réseau de comparaisons et d'audits**

C’est quoi la métrologie….en quelques mots

- **Définition officielle : Science des mesurages et ses applications**

Mesurer, c’est comparer. Et pour obtenir la confiance, il faut disposer de référence et assurer la traçabilité métrologique.



Traité international : traité du mètre → CGPM, CIPM, BIPM

COMMENT EST NÉE LA MÉTROLOGIE « MODERNE » ET LE SYSTÈME INTERNATIONAL DES UNITÉS ?

En France, à l'issue de la Révolution !

Les cahiers de doléances de 1789 Poids et Mesures

Lors de la préparation des Etats Généraux de 1789, l'unification des poids et des mesures est très largement réclamée par les trois états dans les cahiers de doléances.

- la multiplication de valeurs des mesures, qui changent dans le temps et dans l'espace,
- les fraudes constantes,
- l'éloignement de l'idée de justice dans la répartition des biens entre les membres des communautés y sont exprimés.

Les systèmes de mesure sont entrés, par la multiplication des droits seigneuriaux et des ecclésiastiques, des villes et des communes, dans la « **démesure** », **la notion primordiale de la justice dans les échanges a disparu et la justesse des mesures n'est plus assurée**.

LES REVENDICATIONS ANTI-SEIGNEURIALES

« la mesure des nobles augmente tous les ans.» (1)

«Chaque seigneur pour l'ordinaire de ce pays a son boisseau différent » (2)

LES CONFLITS AVEC LES MEUNIERS

« Il faudrait dans le royaume qu'un seul et une seule mesure, mais que de difficultés se présentent pour y parvenir ! […] l'âpreté des mesniers et la manière de mesurer les grains sur les marchés méritent l'attention la plus sérieuse. Il y a presque autant de mesures locales pour les redevances seigneuriales que de fiefs particuliers. » (13)

«Que toutes les mesures des seigneurs soient réduites à la mesure du roi, sans qu'aucun seigneur puisse de plus fortes ou plus petites. » (20)

DÉCRET DE L'ASSEMBLÉE NATIONALE CONSTITUANTE DU 30 MARS 1791

*L'assemblée nationale, considérant que pour **parvenir à** établir l'uniformité des poids et des mesures, conformément à son décret du 8 mai 1790, **il est nécessaire de fixer une unité de mesure naturelle et invariable**, et que le seul moyen d'étendre cette uniformité aux nations étrangères, et de les engager à convenir d'un même système de mesure, est de choisir une unité, qui dans sa détermination, ne renferme rien d'arbitraire, ni de particulier à la situation d'aucun peuple, sur le globe; considérant de plus que l'unité proposée dans l'avis de l'Académie des sciences du 19 mars de cette année, réunit toutes les conditions, a décrété et décrète qu'elle adopte la grandeur du quart du méridien terrestre pour base du nouveau système de mesures; qu'en conséquent, les opérations nécessaires pour déterminer cette base, telles qu'elles sont indiquées dans l'avis de l'Académie, et notamment la mesure d'un arc du méridien depuis Dunkerque jusqu'à Barcelone, seront incessamment exécutées; qu'en conséquence, le Roi chargera l'Académie des sciences de nommer des commissaires qui s'occuperont sans délai de ces opérations, et se concertera avec l'Espagne pour celles qui doivent être faites sur son territoire.*

DÉCRET RELATIF AUX POIDS ET AUX MESURES DU 18 GERMINAL AN III (7 AVRIL 1795)

……

*2. **Il n'y aura qu'un seul étalon des poids et mesures pour toute la République**: ce sera une règle de platine sur laquelle sera tracé le mètre qui a été adopté pour l'unité fondamentale de tout le système des mesures. Cet étalon sera exécuté avec la plus grande précision…,*

*3. **Il sera envoyé dans chaque chef-lieu de district un modèle conforme à l'étalon prototype** dont il vient d'être parlé, et en outre un modèle de poids exactement déduit du système des nouvelles mesures. Ces modèles serviront à la fabrication de toutes les sortes de mesures employées aux usages des citoyens.*

……

MÈTRE

1795 Le mètre est défini comme **la dix millionième partie du quart du méridien terrestre** La définition de l'unité de poids lui est reliée, c'est le poids du décimètre cube d'eau. (1 litre).

Prototype

1799 La première définition est maintenue, mais il est ajouté : le mètre et le kilogramme en platine, déposés aux Archives, sont les étalons définitifs. Ces étalons matériels, représentants de définitions théoriques, deviennent la base pratique et légale du système métrique décimal.

1875 La **Convention du Mètre** est le traité international à Paris (France) par les représentants de dix-sept États désirant « assurer l'unification internationale et le perfectionnement du système métrique »[1]. Ce traité a créé le Bureau international des poids et mesures (BIPM), l'une des premières organisations intergouvernementales dont la mission aujourd'hui est de coordonner la métrologie au niveau international.

MÈTRE

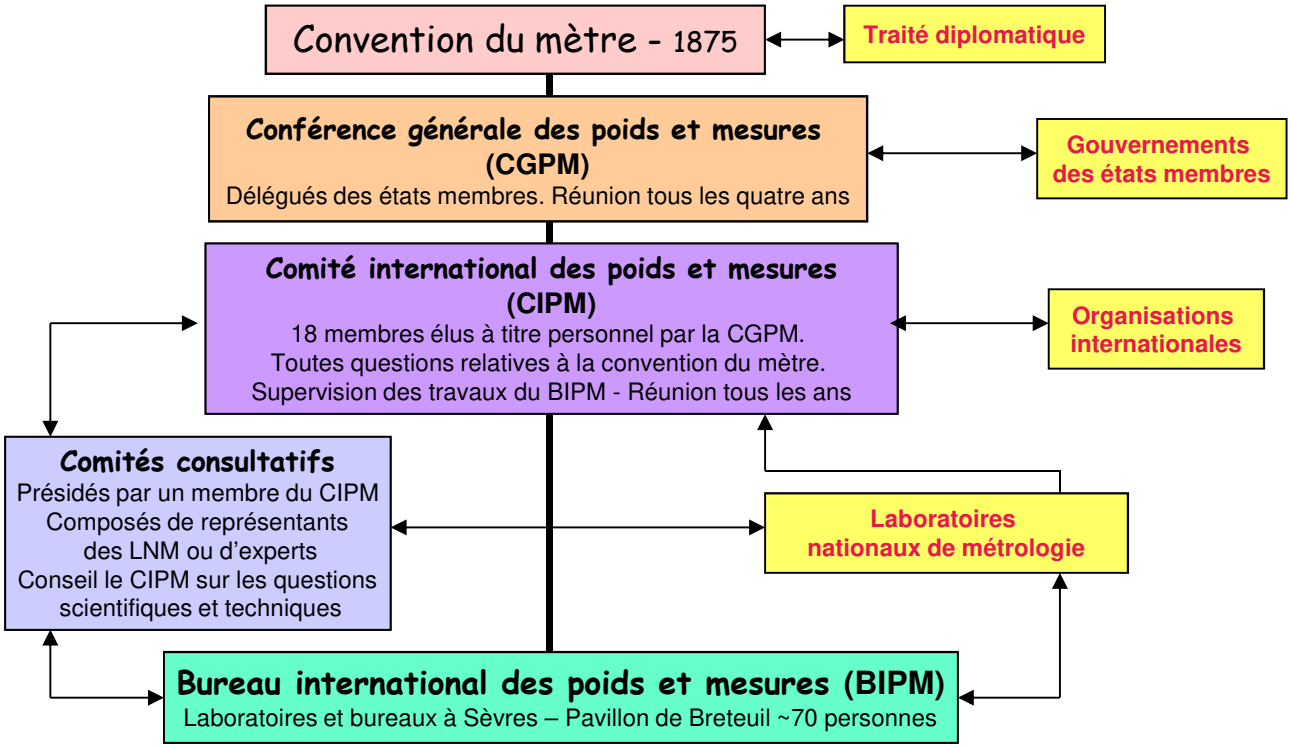
1889 Les prototypes internationaux du mètre et du kilogramme

1983 Le mètre est défini comme la longueur du trajet parcouru par la lumière, dans le vide, pendant une durée de 1/299 792 458 seconde. (17 ème CGPM)

La définition de l'unité continue d'évoluer avec les progrès techniques prochainementune nouvelle définition

LES ACTEURS DE LA MÉTROLOGIE

La Convention du mètre

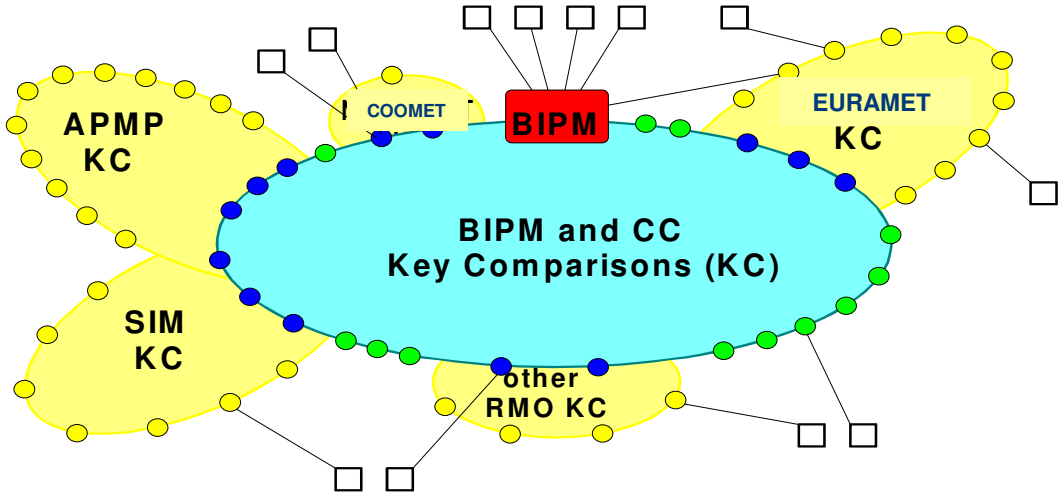


2- Le CIPM-MRA

- **Signé en 1999 par 38 Etats et 2 Organisations internationales (AIEA et IRMM)**
- **Base de donnée disponible sur le site internet du BIPM (KCDB = *Key Comparison DataBase*) qui inclut**
  - **presque 28 000 possibilités d'étalonnage validées et internationalement acceptées par les Etats ou laboratoires signataires du CIPM-MRA**
    - **les CMC (*Calibration and Measurement Capabilities*)**
    - **données montrant l'équivalence entre les étalons nationaux**
  - **1111 résultats de comparaisons clés internationales**
  - **La KCDB est la seule base de données existante sur les possibilités d'étalonnage des NMI et autres signataires qui démontre la traçabilité des mesures au SI**
- **Le CIPM-MRA couvre environ 257 laboratoires dans le monde (NMI et laboratoires désignés – DI)**

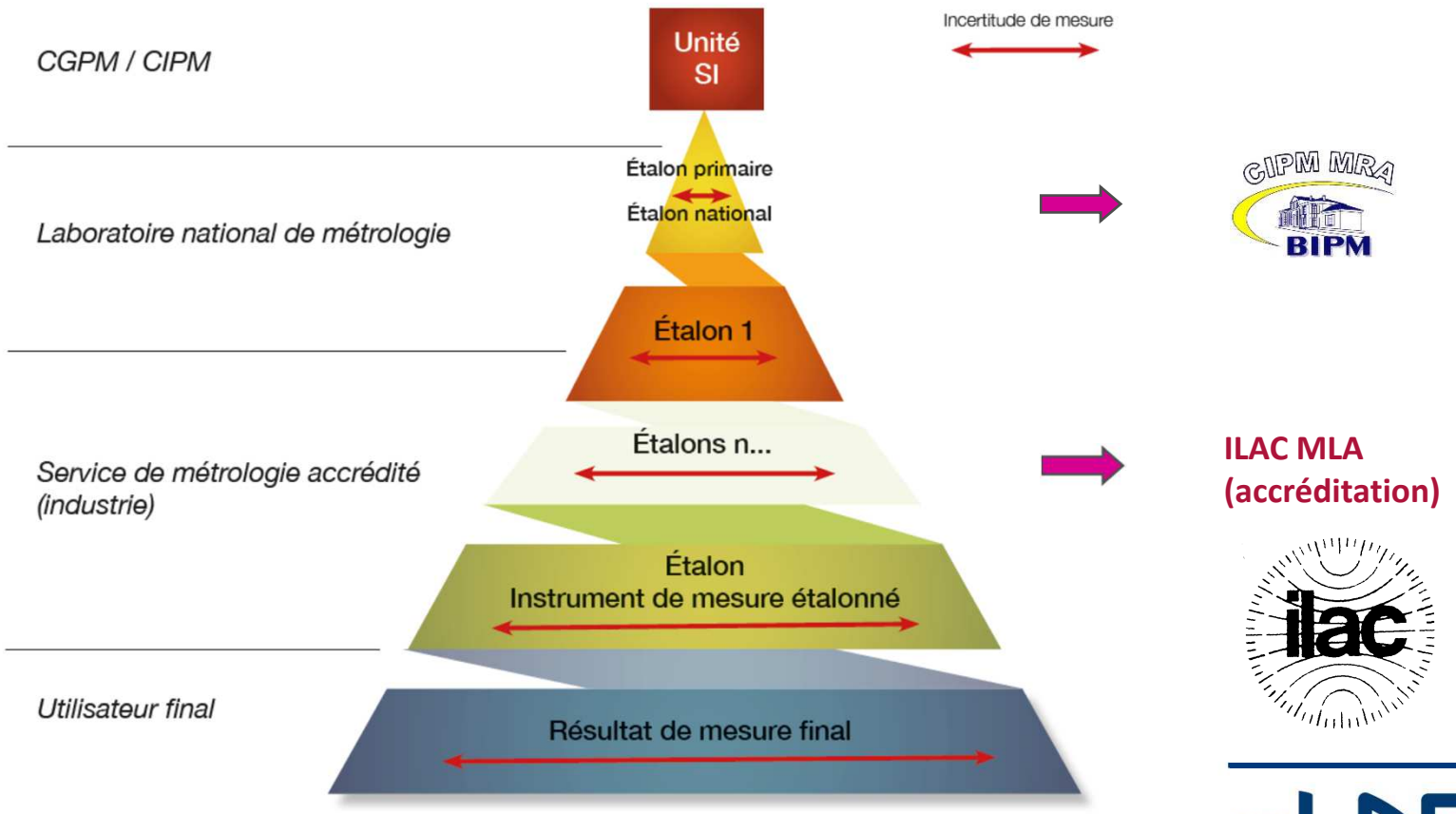
certificats d'étalonnage (CIPM-MRA) reconnus et acceptés partout

2- Mise en œuvre du CIPM-MRA



○ NMI participating at BIPM/CC KC (●), RMO KC (●) or both (●).
□ NMI participating in a bilateral KC

Traçabilité



Exemples de bénéfices du CIPM-MRA

Korean Air – US/FAA*

** Federal Aviation Administration*

réclamation

au regard du « *US repair station act* »

- US/FAA requiert auprès de KA d'assurer que les certificats d'étalonnage soient traçables au NIST

solution

- Le KRISS et le NIST participent au CIPM-MRA
- La US/FAA a accepté que tous les instruments de mesure de la KA soient raccordés au KRISS, et par conséquence sont traçables au NIST

effet

9.4 M$ de dépenses en moins

40 k$ de dépenses pour les étalonnages

x 235

Sans le CIPM-MRA, ou ILAC-MRA, …

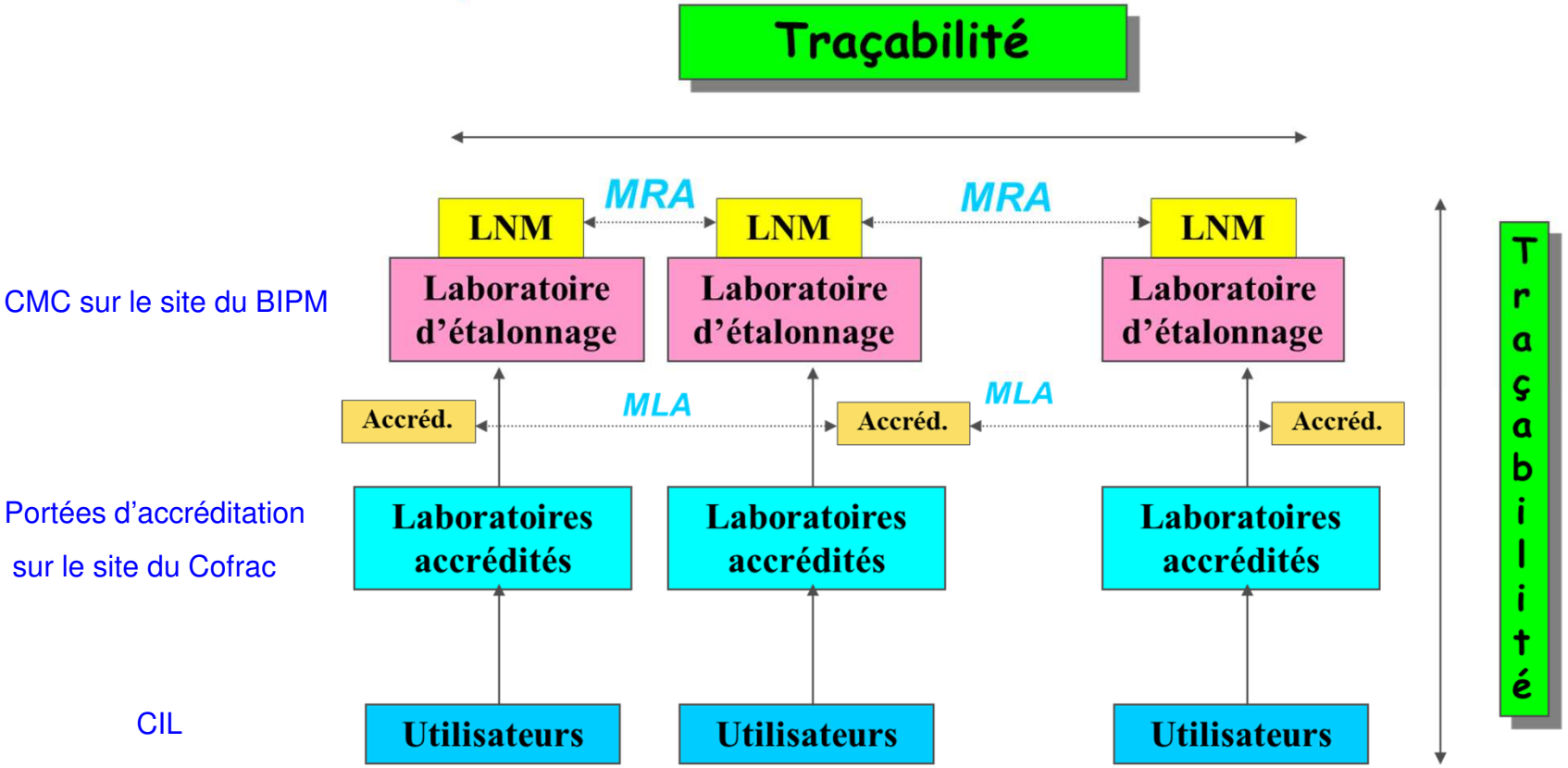
- **Suspension des services pendant 3 mois pendant que le NIST étalonne les instrumentations**

ou

- **Coût additionnel pour des instrumentations de substitution utilisé , et pour établir la traçabilité au NIST**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

Réseau de comparaisons avec tous les acteurs



LE COFRAC (COMITÉ D'ACCRÉDITATION FRANÇAIS)

L'**accréditation** est une reconnaissance, par un organisme indépendant, de la compétence d'un *organisme* pour la réalisation **d'activités spécifiées** d'évaluation de la conformité.

L'énoncé formel et précis de ces activités, objet de la demande d'accréditation, est consigné dans la **portée d'accréditation**.

Différents référentiels d'exigences générales :

- Laboratoires d'essais et d'étalonnages, **NF EN ISO/CEI 17025**,
- Producteurs de matériaux de Référence, NF ISO 17034,
- …

LES NORMES APPLICABLES

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

BIPM JCGM (Joint committee for guides in metrology)

ISO

CASCO (évaluation)
TC 69 (statistique)
TC 176 (qualité)

AFNOR
Commission métrologie
X07

8 organisations internationales

- **BIPM → les LNM**
- **CEI et ISO → normes**
- **OIML → métrologie légale**
- **IFCC → Les biologistes**
- **UICPA → les chimistes**
- **UIPPA → les physiciens**
- **ILAC → les accréditeurs**

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES (JCGM)

- **VIM** JCGM 200 (2012) ou NF ISO/IEC 99 : **Vocabulaire international de métrologie**
  - Document bilingue très utilisé
  - Téléchargeable gratuitement sur site du BIPM
  - 3ème édition, Edition 4 en préparation

- **GUM** JCGM 100 (2008) ou NF ISO/IEC 98-3 : **Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure**
  - Le document de référence depuis 1993
  - Téléchargeable gratuitement sur site du BIPM
  - Plusieurs suppléments (GUM-S1, GUM-S2, …)

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES (ISO/CASCO)

- **ISO 17025**: 2017 : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais
  - Référentiel d'accréditation des laboratoires

- ISO 17034 : 2016 Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

- **NF ISO 5725** (2020) **:** Exactitude des résultats et méthodes de mesure- 6 parties
  - Très utilisée en statistique pour estimer la répétabilité et reproductibilité
  - Citée dans l'ISO 17025
  - Peut être utilisée comme méthode d'évaluation d'incertitude (pour les essais)
- **ISO 10012** (2003) Systèmes de management de la mesure
  - Citée en annexe de l'ISO 9001
  - En révision
- **FD X07-011** (1994) Constat de vérification des moyens de mesure
- **FD X07-012** (1995) Certificat d'étalonnage des moyens de mesure
- FD X07-014 (2006) Optimisation des intervalles de confirmation métrologique des équipements de mesure

LES PRINCIPALES NORMES TRANSVERSES

- **J'utilise le bon vocabulaire →**
- **Je gère mes processus de mesure →**
- **Je fais la distinction Certificat d'étalonnage / constat de vérification →**
- **Je connais les exigences d'un laboratoires accrédité →**
- **J'estime mes incertitudes de mesure →**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

La traçabilité métrologique

L'incertitude de mesure

Pourquoi ?

Comment ?

12 est-il différent de 13 ?

- **le « mathématicien » répond : OUI**

- **Que répond le « technicien » ?**

Mathématiques → Expérimentation

LA MESURE

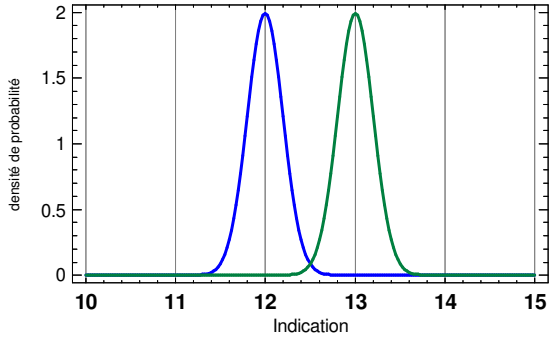
- unités de mesure,
- méthode de mesure,
- erreurs de mesure,
- fidélité de mesure, …
- incertitude de mesure

CRÉER LA CONFIANCE LNE

12 est-il différent de 13 ?

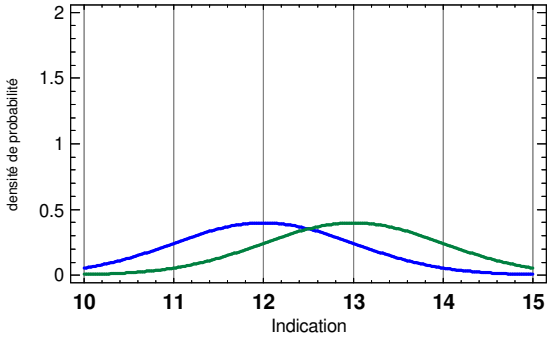
Seule l'incertitude permet de comparer 2 valeurs

Si $u = 0{,}2 \Rightarrow 12{,}0 \neq 13{,}0$



Si $u = 1 \Rightarrow 12 = 13$

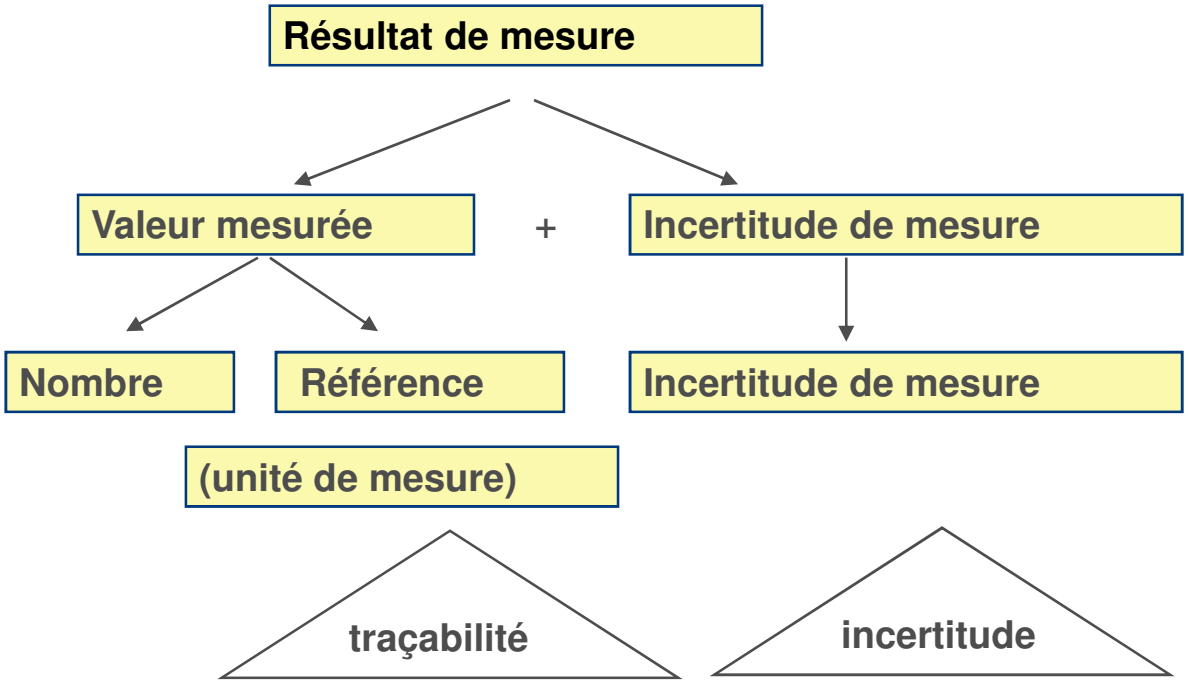
12 non signif. ≠ de 13



Bienvenue au pays des incertitudes !

Il faut quantifier la connaissance ou plutôt la « méconnaissance » que l'on a d'une valeur mesurée pour pouvoir l'utiliser.

Résultat de mesure



Un peu de vocabulaire

Les termes fondamentaux

Le chapitre 2 « Mesurages »

justesse de mesure (2.14)

étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence

NOTE 1 La justesse de mesure n'est pas une grandeur et ne peut donc pas s'exprimer numériquement, mais l'ISO 5725 donne des caractéristiques pour l'étroitesse de l'accord.

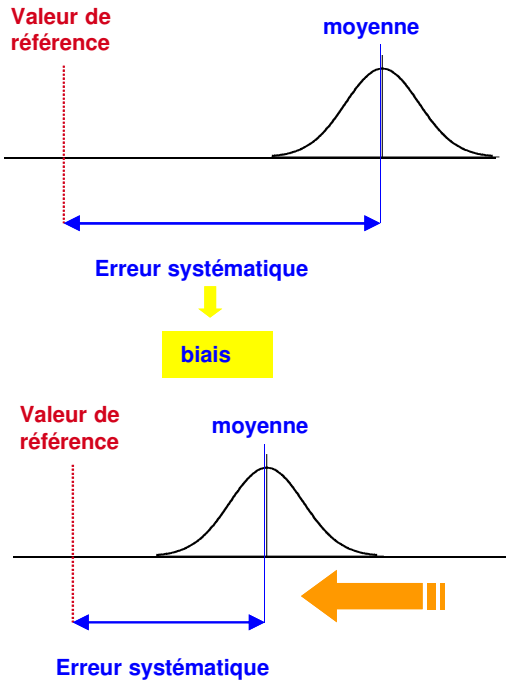
NOTE 2 La justesse de mesure varie en sens inverse de l'erreur systématique mais n'est pas liée à l'erreur aléatoire.

NOTE 3 Il convient de ne pas utiliser «exactitude de mesure» pour la justesse de mesure.

CRÉER LA CONFIANCE LNE

Illustration justesse de mesure

Pour être juste, on cherche donc à réduire les erreurs systématiques en appliquant des corrections.



Le chapitre 2 « Mesurages »

fidélité de mesure (2.15) (precision en anglais)

étroitesse de l'accord entre les indications ou les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées

NOTE 1 La fidélité est en général exprimée numériquement par des caractéristiques telles que l'écart-type, la variance ou le coefficient de variation dans les conditions spécifiées.

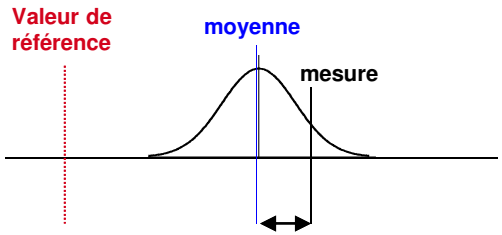
NOTE 2 Les conditions spécifiées peuvent être, par exemple, des conditions de répétabilité, des conditions de fidélité intermédiaire ou des conditions de reproductibilité (voir l'ISO 5725-1:1994).

NOTE 3 La fidélité sert à définir la répétabilité de mesure, la fidélité intermédiaire de mesure et la reproductibilité de mesure.

NOTE 4 Le terme «fidélité de mesure» est quelquefois utilisé improprement pour désigner l'exactitude de mesure.

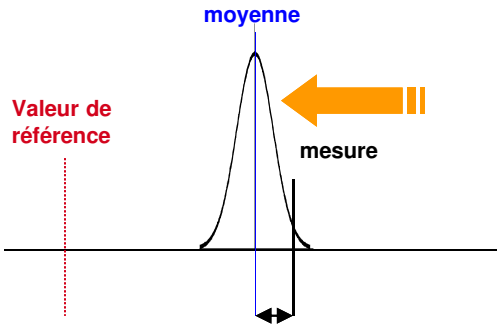
CRÉER LA CONFIANCE LNE

Illustration fidélité



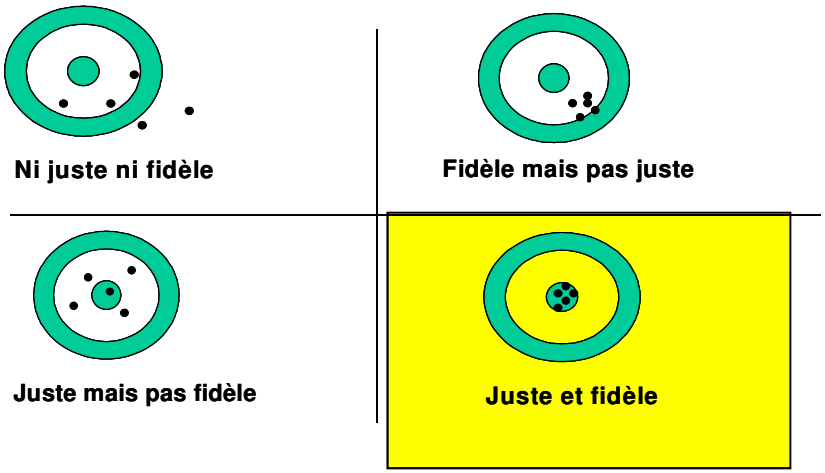
Erreur aléatoire

Ecart-type répétabilité



Erreur aléatoire

Illustation justesse et fidélité



Exactitude de mesure (2.13)

étroitesse de l'accord entre une valeur mesurée et une valeur vraie d'un mesurande

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM

Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure

- Composé de 8 chapitres et 10 annexes

- LNE : découpage pédagogique de la démarche en 4 étapes

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ALEATOIRE

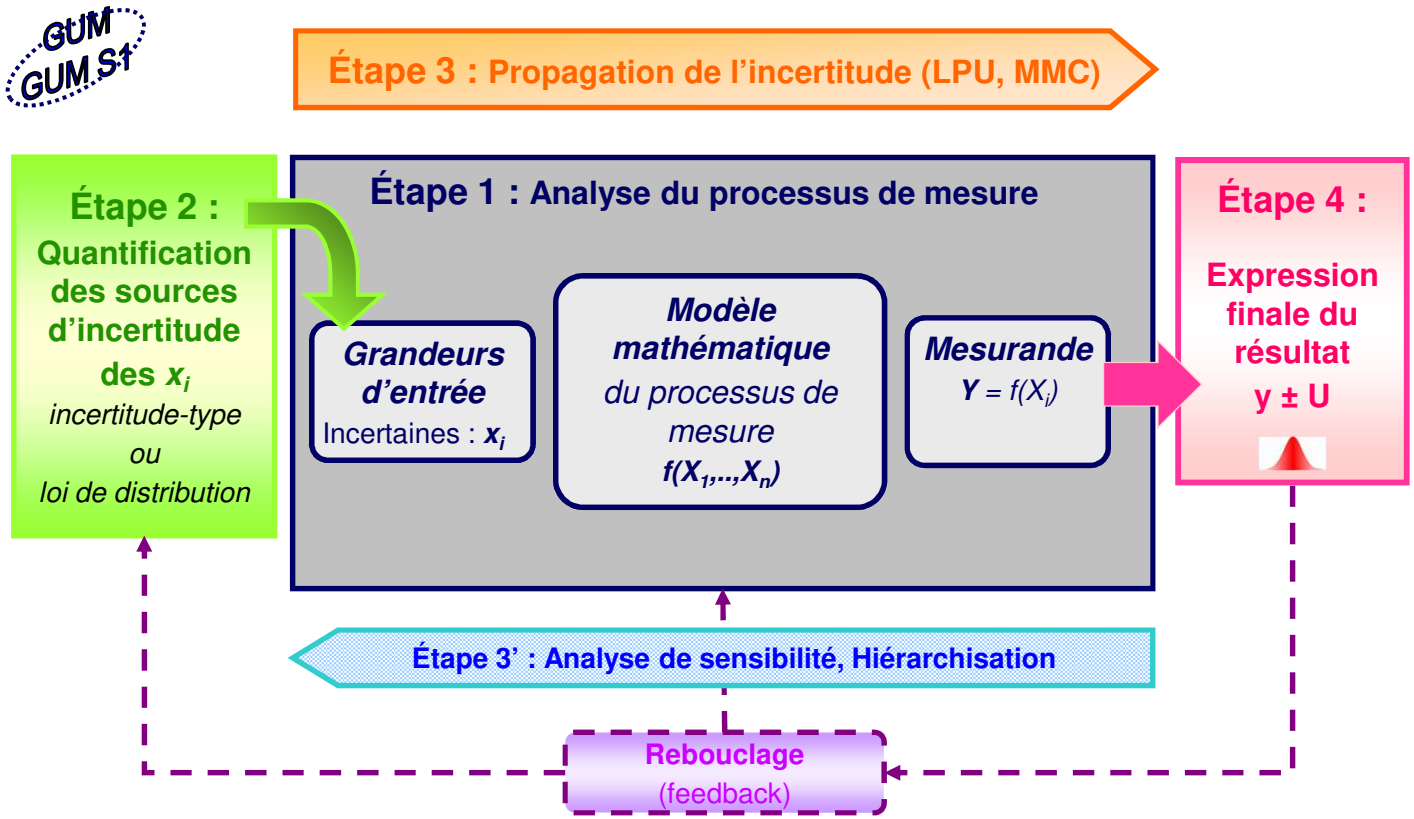
Dans le GUM : on introduit la notion de *variable aléatoire*

NOTE 1 Par économie de notation, on utilise dans ce *Guide* le même symbole *Xi* pour la grandeur physique (le mesurande) et pour la variable aléatoire qui représente le résultat possible d'une observation de cette grandeur...
NOTE 3 L'estimation de *Xi* (à proprement parler, de son espérance mathématique) est notée *xi*.

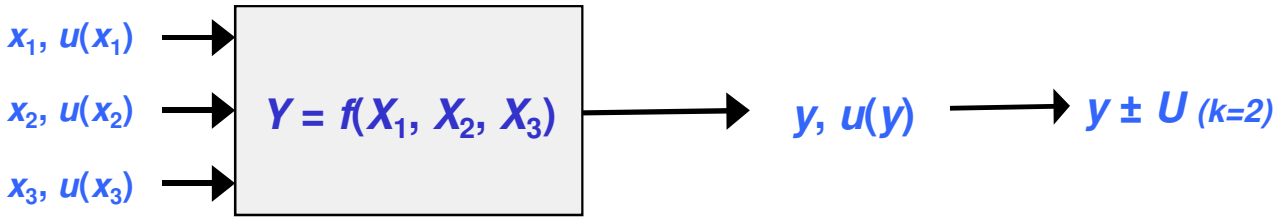
variable aléatoire
variable pouvant prendre n'importe quelle valeur d'un ensemble déterminé de valeurs, et à laquelle est associée une *loi de probabilité* .[ISO 3534-1:1993]

CRÉER LA CONFIANCE LNE

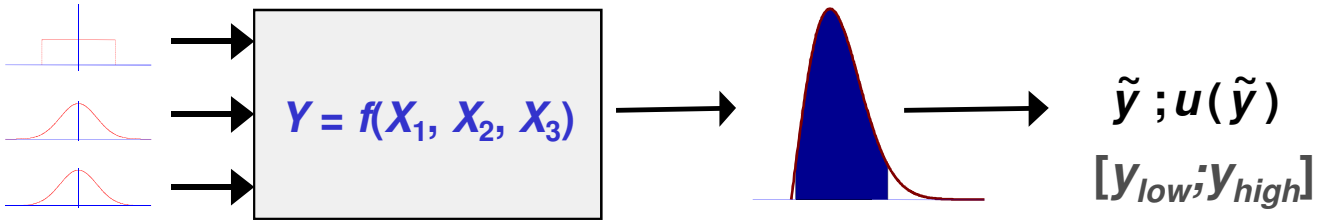
Schéma de l'évaluation de l'incertitude de mesure



Propagation de l'incertitude (GUM)



Propagation des distributions (GUM-S1)



Incertitude de mesure : La démarche en 4 étapes

- **Etape 1 : estimation du résultat de mesure**
  - ✓définition du mesurande
  - ✓analyse du processus de mesure et liste des facteurs influents
  - ✓modèle mathématique du processus de mesure
- **Etape 2 : estimation des incertitudes-types**
  - ✓méthodes d'évaluation de type A et de type B
- **Etape 3 : calcul de l'incertitude-type composée**
  - ✓loi de propagation de l'incertitude

Etape 4 : expression du résultat

- ✓ incertitude élargie
- ✓ expression du résultat

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM étape 1 - Définir le mesurande

- **Définir avec suffisamment de détails le mesurande c'est :**

  - **éviter de perdre du temps avec l'utilisateur du résultat de mesure à cause d'une mauvaise compréhension ;**
  - **ne pas introduire des causes d'incertitudes liées à une définition «floue» de ce que l'on veut mesurer ;**
  - **choisir un processus de mesure adapté.**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM : étape 1 - Le processus de mesure

➢**Ne pas focaliser son attention sur l'instrument, mais s'intéresser au processus qui conduit à l'obtention d'un résultat de mesure.**

➢**L'incertitude caractérise le résultat et non l'instrument.**

➢**Dans le processus vont intervenir :**

- les instruments, les étalons
- la méthode de mesure et le mode opératoire
- les opérateurs
- l'environnement de la mesure (température, pression…)
- l'objet mesuré

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM : étape 1

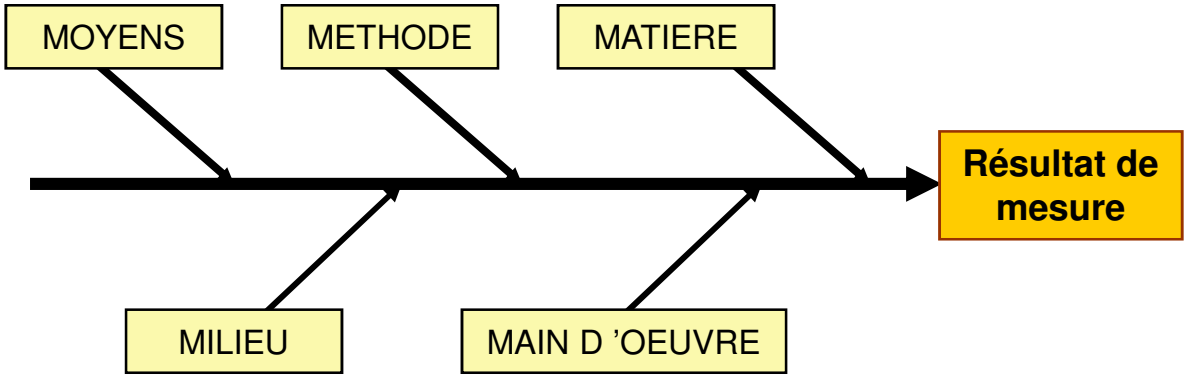
Pourquoi faut-il analyser le processus de mesure ?

Identifier les facteurs qui influencent le résultat de mesure (causes d'erreurs) en dresser une liste aussi exhaustive que possible :

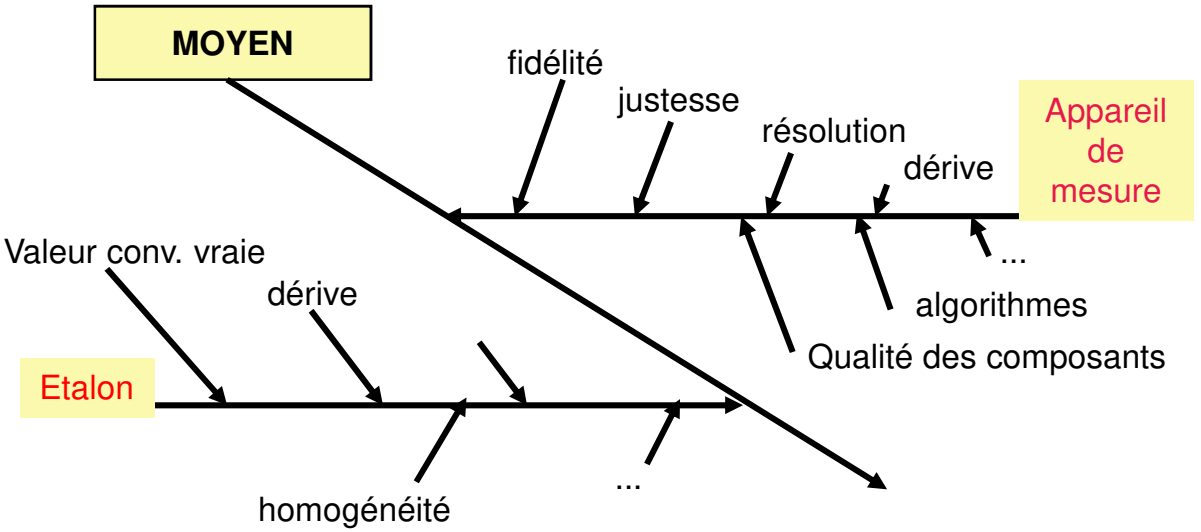
- pour les maîtriser,
- pour en diminuer les effets :
  - soit par application de correction,
  - soit par répétition des mesures et calcul de moyennes arithmétiques de séries d'observations

CRÉER LA CONFIANCE LNE

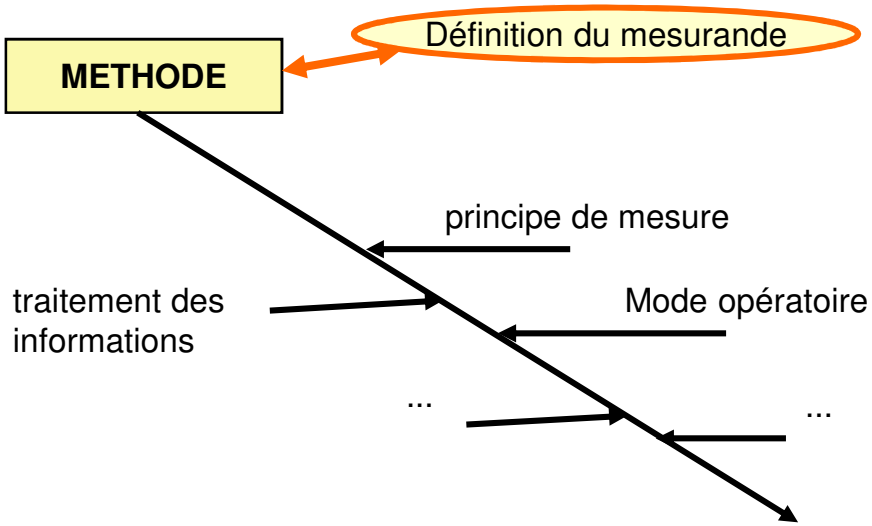
La méthode des 5 M



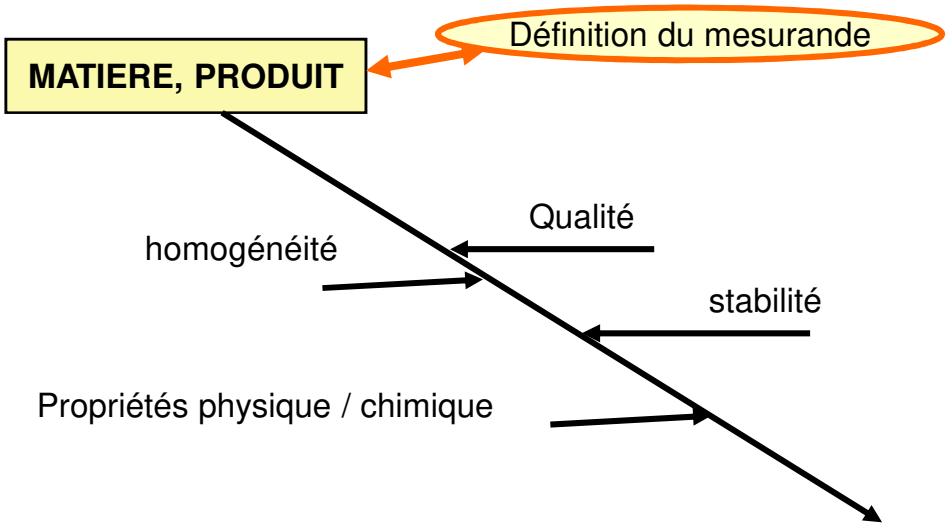
La méthode des 5 M



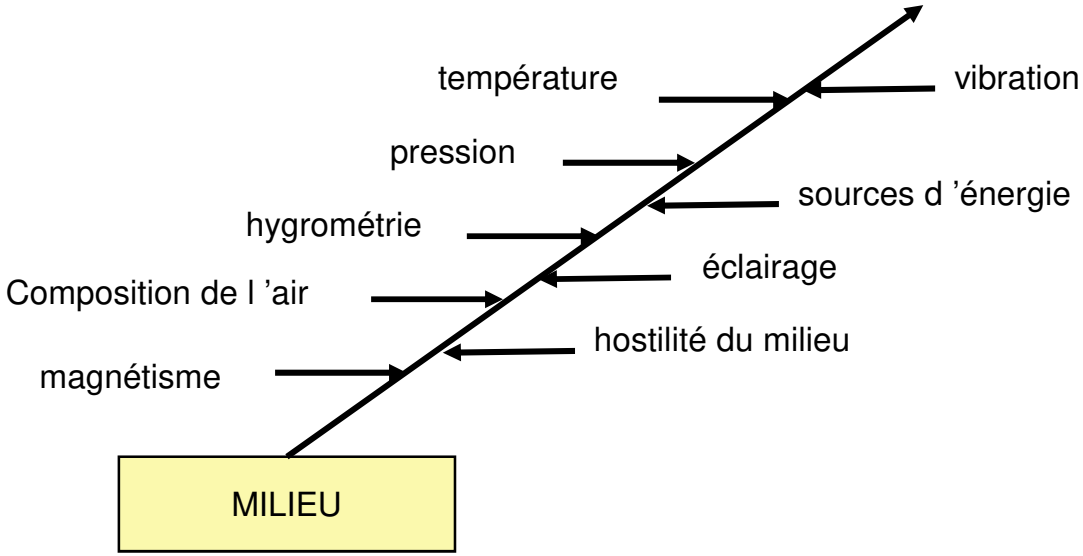
La méthode des 5 M



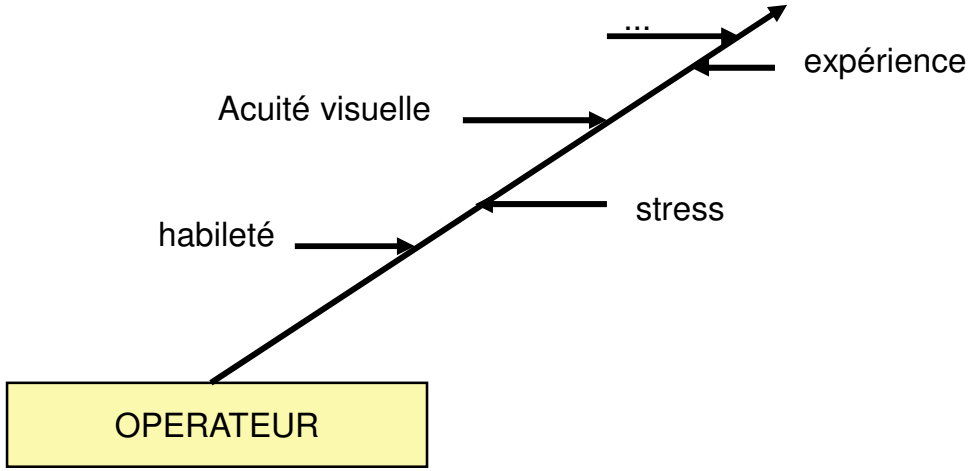
La méthode des 5 M



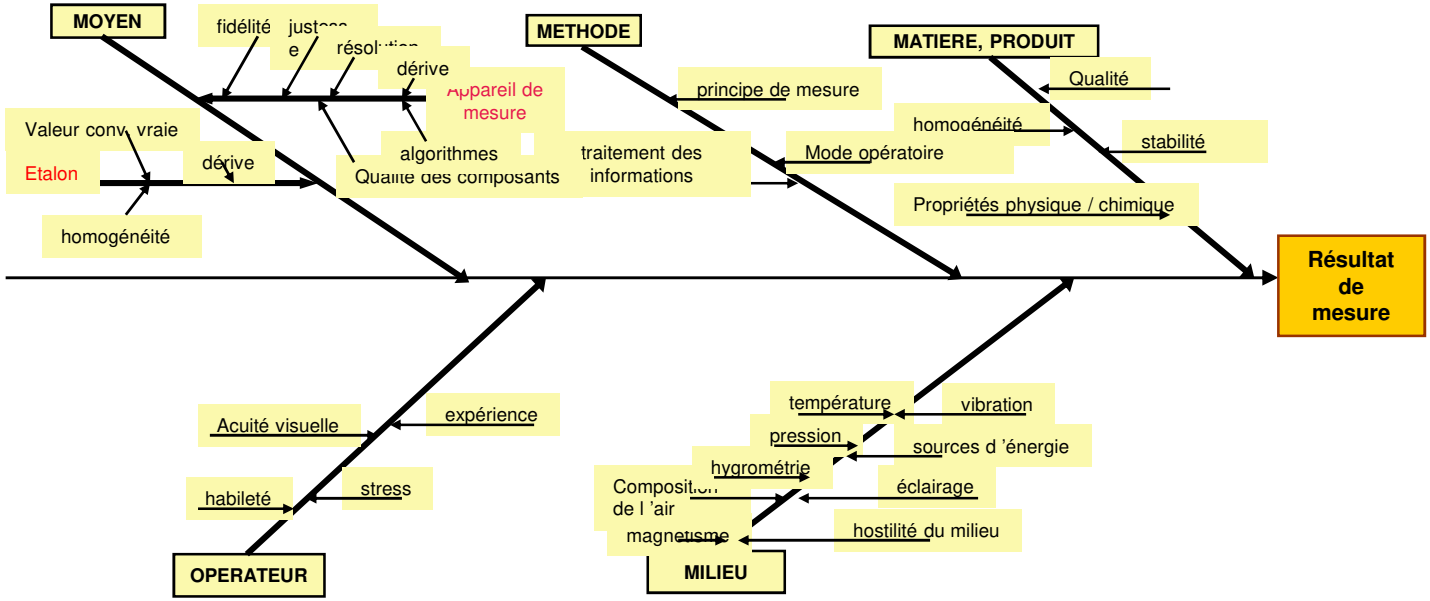
La méthode des 5 M



La méthode des 5 M



La méthode des 5 M



GUM : étape 2 Evaluation des incertitudes-types

Deux méthodes :

- **Type A : évaluation par l'analyse statistique de séries d'observations.**
- **Type B : évaluation par d'autres moyens**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM Etape 2 - Méthode d'évaluation de type A

Evaluation de la répétabilité ou de la fidélité intermédiaire

Evaluation à partir des observations (*n*)

Exemple :

90,040 mm 90,044 mm 90,049 mm 90,046 mm 90,041 mm
90,054 mm 90,056 mm 90,052 mm 90,063 mm 90,060 mm

S^2 : Estimateur sans biais de σ^2

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{10}(x_i - \bar{x})^2} = 7{,}9\,\mu\text{m}$$

GUM étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

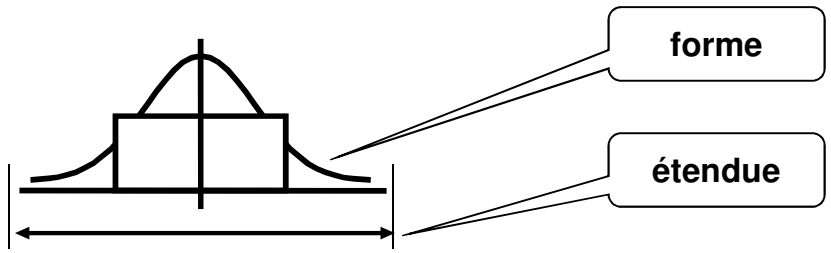
- Une évaluation de type B de l'incertitude-type s'effectue par un jugement scientifique fondé sur toutes les informations disponibles qui peuvent comprendre :

- des données fournies par des certificats d'étalonnage et autres documents (incertitude connue) ;
- des résultats de mesures antérieures ;
- l'expérience ou la connaissance générale du comportement des matériaux, des instruments utilisés, des facteurs d'influence… ;
- des spécifications de fabricants.

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

➢Deux informations sont nécessaires :

- l'étendue de variation possible de la grandeur considérée
- la forme de la distribution de probabilité de la grandeur considérée (normale, uniforme, U, ...)



GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 1

Un micromètre au 1/1000 est conforme à la classe I, d'après son constat de vérification, son e.m.t. est de ± 7 µm :

$$u\,(e_{justesse}) = \frac{7}{\sqrt{3}} = 4{,}04\ \mu m$$

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 2

Un manomètre a une résolution de 0,05 bar, l'incertitude type correspondante est :

$$u\,(e_{résolution}) = \frac{0{,}05}{2\sqrt{3}} = 0{,}014 \text{ bar}$$

GUM : étape 2 - Méthode d'évaluation de type B

Exemple 3

Une verrerie de laboratoire présente une erreur d'indication de +0,3 ml, son certificat d'étalonnage mentionne une incertitude de ± 0,08 ml à 2 incertitudes-types :

$$u\,(e_{indication}) = \frac{U}{k} = \frac{0{,}08}{2} = 0{,}04 \text{ ml}$$

GUM étape 2 Tableau de présentation des calculs

Source d'incertitude	Type d'évaluat.	Demi-étendue	Loi	Incertitude -type	Variance	% influence

CRÉER LA CONFIANCE LNE

GUM Etape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

- **Soit *y* l'estimation du mesurande Y :**

$$y = f(X_1, X_2, X_3, \ldots X_N)$$

- **La variance $u_c^2(y)$ s 'écrit :**

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j)$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

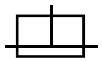
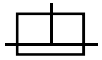
GUM Etape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

- **Lorsque les estimations des grandeurs d'entrée x_i sont <u>indépendantes</u>, la loi de propagation des incertitudes s'écrit :**

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 \cdot u^2(x_i)$$

GUM : étape 3 - Loi de propagation de l'incertitude

Tableau de présentation des calculs - exemple

Source d 'incertitude	Type d 'évaluat.	Demi-étendue	loi	Incertitude type	Variance	% influence
Répétabilité	A	----	----	0,32 ° C	0.1024	76.1 %
Résolution	B	0.05		0.029	0.0008	0.6 %
E. M.T. de l 'appareil Constat de vérif. OU *Certif. d'étalonnage*	B *Incertitud. Du C.E. / k (k =2)*	0,3		0.17 0.05	0.0289 *0.0025*	21.4 % *2.4 %*
Héterogénéité de la température	B	0.15		0.05	0.0025	1.9 %
					0.1346 *0.1082*	

$u_c^2 = 0{,}1346 \Rightarrow u_c = 0{,}37\ ^\circ C \Rightarrow U = 0{,}74\ ^\circ C$

$u_c^2 = 0{,}1082 \Rightarrow u_c = 0{,}33\ ^\circ C \Rightarrow U = 0{,}66\ ^\circ C$

GUM étape 4 : Expression finale du résultat

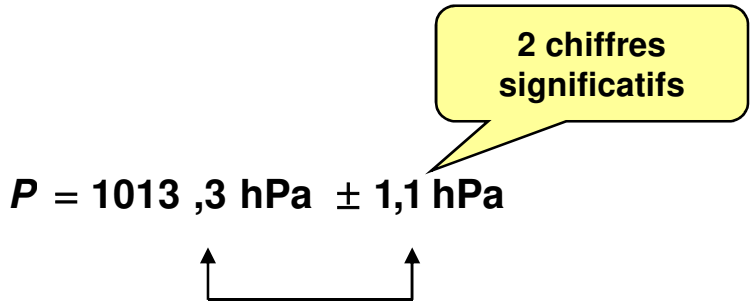
$$y \pm U \text{ unité} \quad (\text{valeur de } k)$$

Un résultat de mesure, pour qu'il ait une signification physique, doit être arrondi en fonction de l'incertitude liée à ce résultat.

Par exemple, il est inutile d'annoncer une mesure de longueur au micron si l'incertitude liée à la mesure au pied à coulisse est égale au dixième de millimètre.

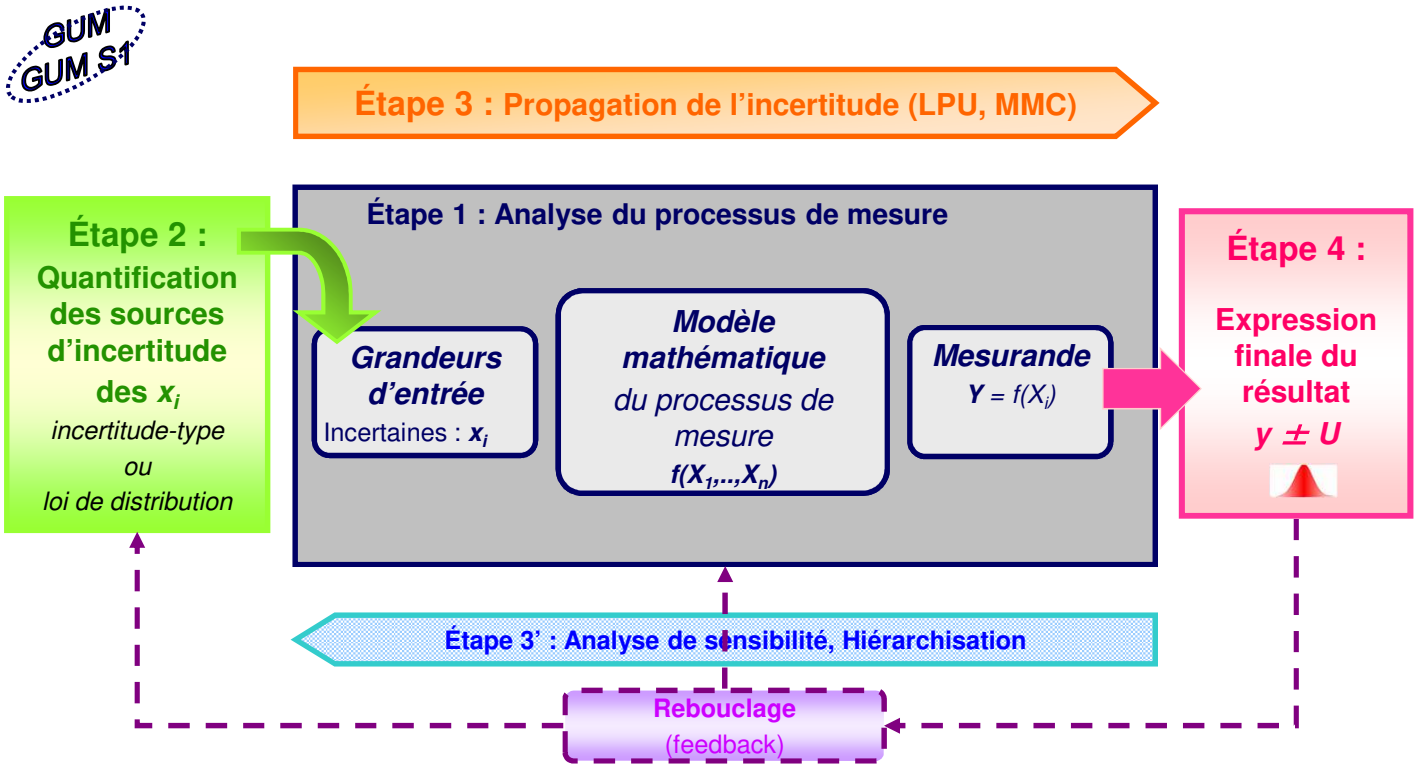
GUM étape 4 : Expression finale du résultat

Combien de chiffres significatifs pour exprimer l'incertitude et la valeur numérique du résultat ?



Pour la valeur numérique du résultat, le dernier chiffre à retenir est celui qui à la même position que le deuxième chiffre significatif dans l'expression de l'incertitude

Schéma de l'évaluation de l'incertitude de mesure



CRÉER LA CONFIANCE LNE

Liens entre évaluation d'incertitude et plans d'expérience

Quand on mène un plan d'expérience, il est nécessaire de vérifier la qualité des mesures : limite de détection et incertitude de mesure

Une estimation d'incertitude, c'est mener une enquête !

Il peut être nécessaire de faire appel aux plans d'expérience

→ intégrer non pas les effets de facteurs significatifs mais des variances

LNE - Paris

Je vous remercie

LNE - Trappes

Questions ?

michele.desenfant@lne.fr

Estimation de l'incertitude

associée à la concentration d’une préparation de solution d’acide chlorhydrique

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

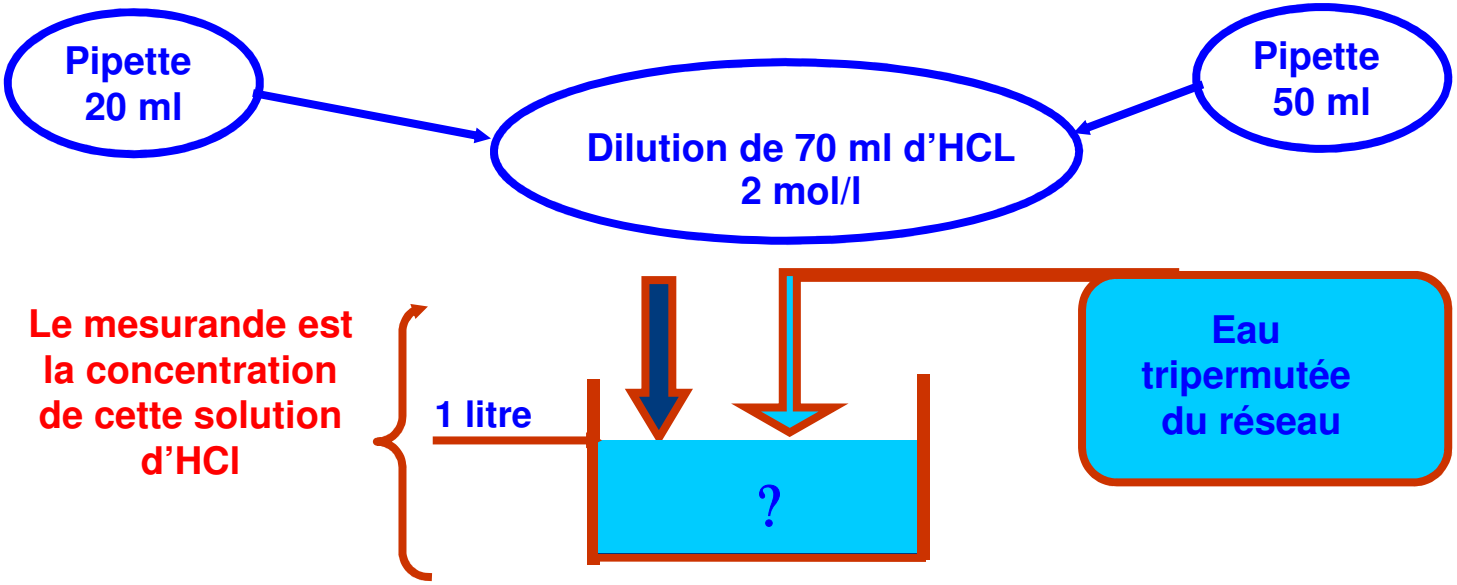
- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 1 : Définition du mesurande et processus

La préparation de la solution d'HCl se fait en salle <u>climatisée</u>



ETAPE 1 : Modèle du processus

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

Concentration de la solution mère (2 mol/l)

Volume de la solution mère [(50+20) ml]

Volume de la solution finale d'HCl (1000ml)

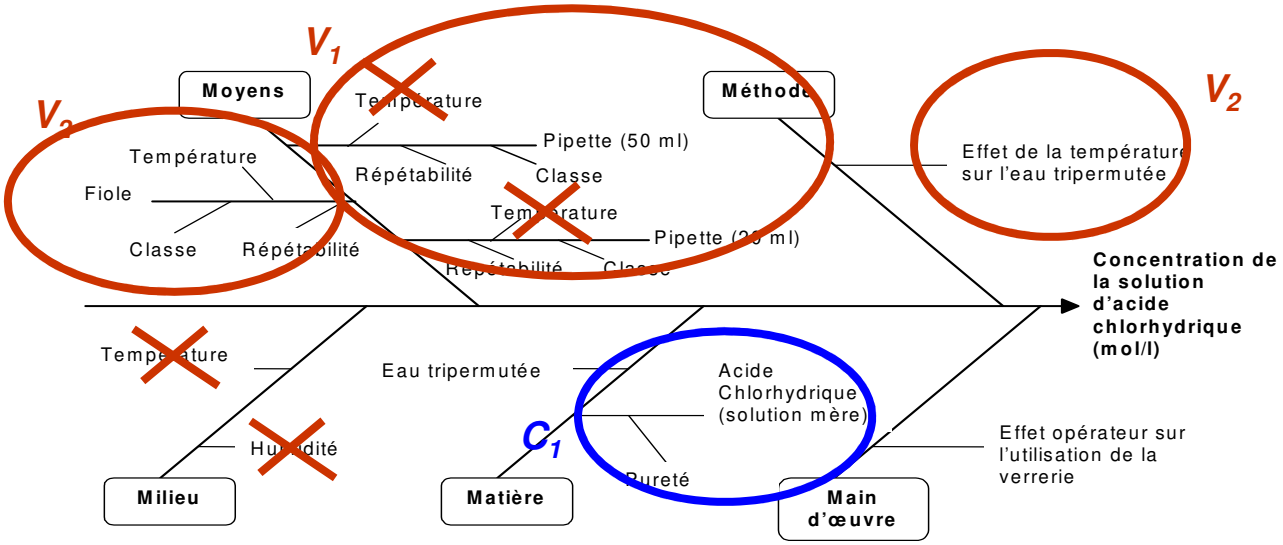
Concentration de la préparation de la solution d'HCl(mol/l)

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2} = f(C_1, V_1, V_2)$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE1: Analyse du processus (5M)

Diagramme causes-effets (appelation Quam Eurachem)



Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 2 Les incertitudes-types (C_1)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude type $u(x_i)$	
C_1	2 mol/l	Tolérance: ± 0,1 % (certificat fournisseur)	0,1% * 2	B : ⎍	$\frac{2.10^{-3}}{\sqrt{3}}$	0,001154701 mol/l

ETAPE 2 Les incertitudes-types (V_1)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude-type $u(x_i)$		
V_1	50 ml	**Pipette 50 ml**					
		Tolérance ± 0,05 ml (norme verrerie)	0,05	B : ⊓	$\frac{0,05}{\sqrt{3}}$		
		Répétabilité : 0,01184 ml (estimée à partir de n=10 pesées transformées en volume)	0,01184	A	0,01184	0,0312012	
		Effet température (solution et verrerie en salle climatisée à 23° C)	négligeable	-			0,036219 ml
	20 ml	**Pipette 20 ml**					
		Tolérance ± 0,03 ml (norme verrerie)	0,03	B : ⊓	$\frac{0,03}{\sqrt{3}}$		
		Répétabilité : 0,00619 ml (estimée à partir de n=10 pesé es transformées en volume)	0,00619	A	0,00619	0,0183933	
		Effet température (solution et verrerie en salle climatisée à 23° C)	négligeable	-			

161

ETAPE 2 Les incertitudes-types (V_2)

Variables X_i	Valeur (unité)	Sources d'incertitude	½ Etendue de variation	Type (loi)	Incertitude-type $u(x_i)$	
V_2	1000 ml	**Fiole 1000 ml**				1,04508 ml
		Tolérance ± 0,5 ml (norme verrerie)	0,5	B : ⊓	$\frac{0,5}{\sqrt{3}}$	
		Effet opérateur ± 0,7 ml (essai de reproductibilité)	0,7	B : ⊓	$\frac{0,7}{\sqrt{3}}$	
		Répétabilité : 0,42292 ml (estimée à partir de n=10 pesées transformées en volume)	0,42292	A	0,4229	
		Effet température (solution aqueuse via le réseau de distribution : 23° C±10 ° C)	2	B : △	$\frac{2}{\sqrt{6}}$	

CRÉER LA CONFIANCE LNE

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 3 Propagation des incertitudes

$$C_2 = \frac{C_1 V_1}{V_2} = f(C_1, V_1, V_2)$$

Les sources d'incertitudes étant supposées <u>indépendantes</u>

Expression en relatif

$$\frac{u(C_2)}{C_2} = \sqrt{\left(\frac{u(C_1)}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_1)}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_2)}{V_2}\right)^2}$$

CRÉER LA CONFIANCE LNE

ETAPE 3 : Contribution

Sources d'incertitude	Valeur	Incertitude-type $u(x_i)$	Incertitude-type relative $u(x_i)/x_i$	Contribution
C_1 Concentration de la solution mère (en mol/l)	2 mol/l	0,001154701	0,00057735	19,7 %
V_1 Volume de la solution mère (en ml)	70 ml	0,036219	0,000517418	15,8 %
V_2 Volume de la solution aqueuse (en ml)	1000 ml	1,04508	0,00104508	64,5 %

CRÉER LA CONFIANCE LNE

Une démarche LNE structurée en 4 étapes

Etape 1 : le calcul du résultat de mesure

- définition du mesurande
- l'analyse du processus de mesure
- le modèle mathématique du processus de mesure

- **Etape 2 : l'estimation des incertitudes-types**
  - ✓ **les méthodes d'évaluation de type A et de type B**
- **Etape 3 : détermination de l'incertitude composée**
  - ✓ **Loi de propagation de l'incertitude**
- **Etape 4 : détermination de l'incertitude élargie**
  - ✓ **Exprimer le résultat et son incertitude**

Etape 4 expression du résultat

Mesurande C2	Valeur mol/l	Incertitude-type mol/l	Incertitude élargie (k=2) mol/l
Concentration solution HCl	0,14000	0,000182	0,00036

0,140 00 ± 0,000 36 mol/l (k=2)

LNE - Paris

Je vous remercie

LNE - Trappes

Questions ?

michele.desenfant@lne.fr