

Evaluation des méthodes d'analyses pour la caractérisation de matériaux de référence et Evaluation de l'aptitude des laboratoires de l'unité de recherche URASM accrédités.

Djamila Abbas¹ Sihem Achouri¹ Ziani Slimane¹

¹ Research Center in Industrial Technologies CRTI , P.O.Box 64, Cheraga 16014 Algiers, Algeria

Souma_sihem@yahoo.fr
s.ziani@crti.dz
s.achouri@crti.dz

Résumé :

La détermination des valeurs assignées et des écarts-types des essais de caractérisation faisant l'objet de cet étude, COMPALAB a choisi les valeurs consensuelles de l'ensemble des participants en leur appliquant la méthode robuste de l'analyse des données préconisées par la norme ISO 13528.2005, le calcul est effectué à partir de la totalité des données, sans exclure au préalable les valeurs aberrantes, ce sont les itérations de la méthode de calcul qui vont donner un moindre poids aux résultats extrêmes, Il s'agit effectivement de l'option la plus appropriée pour estimer les valeurs consensuelles, en cas de méthodes empiriques. Dans le domaine des essais, quand la valeur assignée et l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude sont obtenus par des méthodes robustes, et que l'on ne dispose pas de l'incertitude associée à chacun des résultats des participants, le critère d'évaluation de l'aptitude des laboratoires classiquement calculé est le Z score.

Introduction

A travers les siècles qui ont formé la période historique, et dans toute activité, l'homme a toujours cherché à mesurer et attribuer des grandeurs à toutes sortes de choses, soit pour déceler les mystères de la nature ou pour tout ce qui devait être acheté, payé ou troqué au poids, plus particulièrement à tout ce qui avait trait au commerce . [1]

Le commerce, l'une des principales sources de l'opulence des nations, associe aujourd'hui les peuples éloignés par la plus grande distance, la providence ayant voulu que les hommes s'échangent leurs productions dans les diverses contrées de la terre. [2]

Dans un but de justice dans les échanges, pour y maintenir la bonne foi, la sécurité et y éviter les mépris sur le prix et la valeur des denrées et marchandises, mais aussi pour les sciences, il est essentiel et même indispensable de connaître les différences de poids, des mesures de monnaies, comparés et rapportés à une proportion connue. Sans cette connaissance, il est impossible de s'entendre et de se faire une idée juste de la grandeur des marchandises et de connaître la richesse des empires, l'homme a donc ainsi cherché au fil des siècles à définir des références (poids, longueur, volume, etc) que l'on pouvait reproduire le plus aisément possible. Les premières références étaient empruntées à la morphologie humaine, leurs noms en conservait fréquemment le souvenir : le doigt, le pied, la coudée, le pas, etc. [2] [3]

Ces références n'étaient pas fixes, elles varient non seulement d'un individu à l'autre, d'une région à une autre mais aussi selon la nature de l'objet mesuré, par exemple la superficie des

planchers et des tapis s'exprimait différemment. Pourquoi réaliser des mesures si c'est pour exprimer quelque chose qui n'a pas la même signification pour tout le monde ? [3]

Source d'erreurs et de fraudes lors des transactions commerciales, cette situation générait trop de conflits et de contestations et portait aussi préjudice au développement des sciences. A mesure que l'industrie et le commerce prenaient de l'ampleur, ces grandeurs ne furent plus appropriées, la nécessité d'une harmonisation se faisait de plus en plus pressante. [2] [3]

C'est cette initiative qui a été le point de départ à la recherche de reconnaissance mutuelle des moyens de mesure utilisés, et de ce fait on a attaché une grande importance à l'uniformité des poids et de mesures. Le but est d'assurer l'invariabilité des mesures en les rapportant à un modèle emprunté à un phénomène naturel, un modèle universel. [3]

En 1790 les anciennes unités furent supprimé et un système simple, stable, uniforme fut créé c'est le système métrique qui a été rapidement adopté par de nombreuses nations. [4]

En 1960 est né officiellement Le Système international d'unité dont L'abréviation est (SI) quelle que soit la langue utilisée. Ainsi la précision autrefois acceptées ne suffiraient plus de nos jours, où l'on a besoin de mesurer des distances très grandes, dans les domaines de l'astronomie, l'aéronautique ou le spatial, où encore très petites, comme les nanoparticules, et ceci avec une grande précision. [3]

Lors de ces dernières décennies et dans le domaine de la sidérurgie, les questions liées à la qualité des produits ont pris une importance croissante dans l'esprit des consommateurs ; Pour assurer cette qualité, les produits sont soumis à des contrôles réguliers pour vérifier leur bonne conformité.

Pour atteindre des résultats de contrôles fiables deux (02) facteurs essentielles entrent en jeu ; l'échantillonnage des produits et l'analyse qui suppose que non seulement il existe une méthode d'analyse validée, mais aussi que le laboratoire prestataire soit compétent pour la mettre en œuvre. Un des critères à satisfaire pour démontrer cette compétence est l'évaluation d'aptitude résultante de la participation à des comparaisons inter laboratoires.

Dans ce contexte L'objectif de ce travail est de déterminer l'intérêt et les limites de l'organisation d'essais inter-laboratoires et l'évaluation de nos laboratoires accrédités, dans le futur ce travail permettra à l'entreprise de s'auto-évaluer et de calculer ses critères de performances en se basant sur les programmes qu'on va développer.

Ce mémoire s'est basé sur les comparaisons interlaboratoires réalisés au sein de l'entreprise, suite à l'accréditation des laboratoires d'analyse chimique et les essais mécaniques.

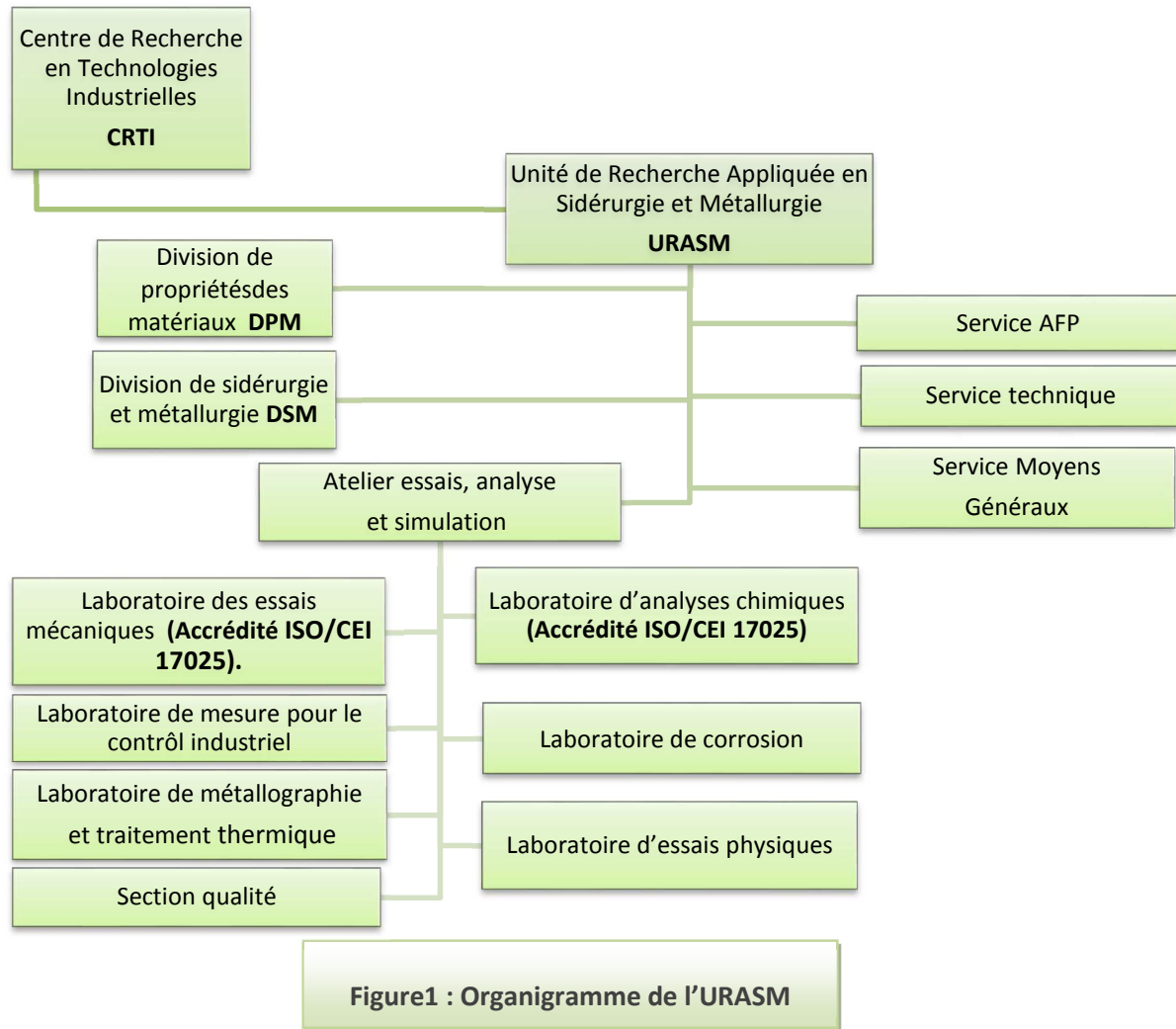
Pour répondre à la problématique du sujet, Le présent travail sera subdivisé en 03 trois chapitres :

Après une présentation de l'entreprise URASM, des généralités portant sur l'intérêt et les limites des comparaisons interlaboratoires on été présenté.

L'objectif des comparaisons interlaboratoires qui vise l'aptitude des laboratoires ou essai d'aptitude a été développé ainsi que Les référentiels normatifs qui lui correspondent.

L'application de ces référentiels est mise en évidence à travers la participation de L'URASM aux essais d'aptitude par les analyses chimiques et les essais mécaniques sur les aciers.

I. L'organigramme de l'URASM



II. Présentation des laboratoires accrédités ISO/CEI 17025

1. Laboratoire des essais mécaniques :

Le laboratoire des essais mécaniques est accrédité ISO/CEI 17025 :2005 pour la portée essai de traction et pliage sur les matériaux métalliques, sa principale mission est :

- La détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux métalliques et contrôle de conformité
- Le contrôle des propriétés mécaniques des produits sidérurgique.
- Autre que les essais de traction et pliage accrédités, le laboratoire réalise d'autres essais tel que : Dépliage, Texture, Résilience, Compression, Dureté, micro dureté

Les objets qui sont soumis à ces différents essais sont :

Aciers alliés et non alliés , Aciers inoxydables, fontes, Aluminium et alliages, cuivre, nickel et alliages, Tôles et feuillard, Fil et barres profilées, Pièces forgées, pièces moulées, Eprouvettes prélevées sur assemblages soudées et Matériaux métalliques sur assemblages soudées
Le laboratoire emploie une diversité d'équipement et d'instruments de mesure parmi lesquelles :

- Machine d'essai universelle d'une capacité de 100KN ZWICK série 1476
- Machine d'essai universel d'une capacité de 600KN ZWICK MFL
- Mouton pendule KARLFRANK type 53580
- Duromètre universel KARLFRANK type 38532 et un micro-Duromètre type MXT-70
- Pied à coulisse, Micromètre, Réglet
- Thermomètre de contrôle, Hygromètre

2. Laboratoire d'analyses chimiques :

Ce laboratoire est accrédité ISO/CEI 17025 :2005 pour la portée Analyse chimique sa mission est:

- Analyse chimique des métaux, alliages et composés minéraux
- Contrôle de conformité des matériaux du point de vue composition chimique.

Parmi les matériaux traités :

Acier ordinaire, Acier faiblement allié, Acier allié au manganèse, Acier inoxydable, Acier inconel, fonte, Zinc, Cuivre, Bronze, minerais, Agglomérés, laitier, scorie, Dolomie, sable, réfractaire, phosphate et manganèse.

Le laboratoire s'appuie sur deux (02) méthodes pour la détermination des éléments des matériaux métalliques ;

- 1) La détermination de la teneur en carbone et soufre basée sur la méthode de Spectrométrie à infrarouge.
- 2) La détermination de la teneur en Molybdène, Cuivre, Nickel, Manganèse, Chrome, Vanadium, soufre, Silicium, Phosphore et l'aluminium basée sur la méthode de Spectromètre à fluorescence X.

Les équipements employés par le laboratoire sont :

- Spectromètre à fluorescence X Siemens SRS3000
- Spectrométrie à infrarouge LECO C/S 244

1) Qu'est ce qu'un essai de comparaison inter laboratoire ?

Dans sa forme de base, une comparaison **inter laboratoire** (CIL) est une démarche expérimentale, son principe consiste à réunir un groupe de laboratoires qui s'engagent à analyser un même échantillon homogène et à comparer les résultats. [17].

La norme ISO/CEI 17043 :2010, « **Évaluation de la conformité — Exigences générales concernant les essais d'aptitude** » définit une comparaison inter laboratoire comme étant :

« Organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou sur des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées »

Procédure de vérification de l'homogénéité et de la stabilité des objets soumis à l'essai selon la norme ISO 13528 :2005

Deux critères importants sont la garantie de l'homogénéité et de la stabilité des objets soumis à l'essai. Le fait de garantir, en tant qu'organisateur, ces deux derniers paramètres est bien sûr primordial puisque les participants sont évalués sur base de critères tels que la répétabilité et la justesse.

L'évaluation de l'homogénéité doit normalement être effectuée après avoir conditionné sous leur forme finale les entités soumises à l'essai d'aptitude et elle doit également être testée de préférence avant l'envoi des échantillons. Afin de garantir la stabilité

Les échantillons utilisés doivent provenir du même lot que celui dont sont extraits les échantillons de l'essai d'aptitude.

La procédure de vérification de l'homogénéité comprend les étapes suivantes :

1. Sélection de n échantillons (au moins 10).
2. Analyse des 2n prises d'essai sous des conditions de répétabilité, avec une méthode d'analyse suffisamment précise.

T : représente l'échantillon (t = 1, 2, ..., g)

K : représente la prise d'essai (k = 1, 2)

Définir la moyenne des échantillons comme:

$$\bar{x}_{t..} = (x_{t,1} + x_{t,2}) / 2$$

Calculer la moyenne générale:

$$\bar{x}_{...} = \sum x_{t..} / g$$

L'écart-type de la moyenne des échantillons:

$$s_x = \sqrt{\sum (x_{t..} - \bar{x}_{...})^2 / (g - 1)}$$

et l'écart-type intra-échantillon:

$$s_w = \sqrt{\sum w_i^2 / (2g)}$$

où la sommation se fait sur les échantillons (t = 1, 2, ..., g).

Enfin, calculer l'écart-type interéchantillons comme suit:

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_w^2 / 2)}$$

Comparer l'écart-type interéchantillons s_s à l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude $\hat{\sigma}$.

Les échantillons peuvent être considérés comme suffisamment homogènes si

Les échantillons peuvent être considérés comme suffisamment homogènes si

$$s_s \leq 0,3 \hat{\sigma}$$

Si le critère d'homogénéité n'est pas respecté, il est recommandé d'améliorer la procédure de préparation des échantillons.

Procédure de vérification de la stabilité

- Sélectionner au hasard un nombre d'échantillons ≥ 3 et Préparer deux prises d'essai de chaque échantillon dans des conditions de reproductibilités, en utilisant les mêmes techniques que pour la vérification de l'homogénéité.

- Calcul de la moyenne générale de tous les essais $\bar{y}_{..}$
- Comparer la moyenne générale des résultats d'analyses de l'étude de l'homogénéité à celle des résultats obtenus lors de l'étude de la stabilité.
- Les échantillons peuvent être considérés comme suffisamment stables si la différence absolue des 02 moyennes est inférieure ou égale à $0,3\sigma$

$$|\bar{x}_{..} - \bar{y}_{..}| \leq 0,3\sigma$$

a) Plan statistique.

La mise en œuvre d'un programme d'essais d'aptitude dans le but **d'évaluer la performance d'un laboratoire** nécessite trois étapes essentielles, on en distingue : [10]

- La détermination de la valeur de référence et de son incertitude ;
- La détermination de l'écart type d'évaluation de l'aptitude.
- La détermination de l'écart type de répétabilité et de reproductibilité.

La valeur de référence est nommée « **valeur assignée** » Dans la norme ISO 13528:2005

En conséquence : les organisateurs des Essais d'aptitude calculent :

- **Le biais** des laboratoires participant pour évaluer la justesse de leurs résultats.
- **Les écarts types de répétabilité** et de **reproductibilité** des laboratoires participants pour estimer la fidélité de leurs résultats.

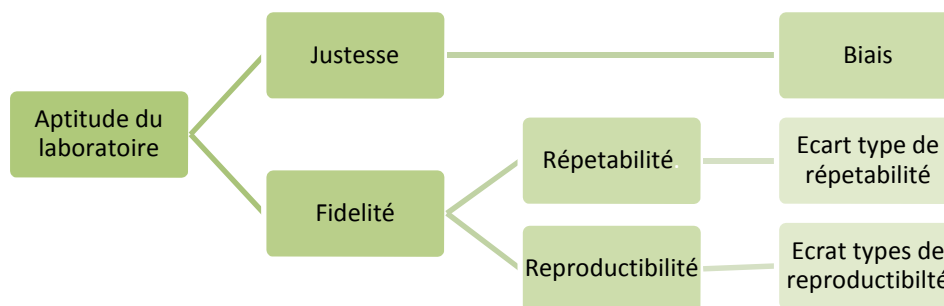


Figure 4 : paramètres à calculer dans les essais d'aptitude

La norme envisage **cinq** méthodes pour déterminer la valeur assignée, elles sont donc classées selon que la valeur assignée est déterminée à partir ou non des résultats des participants à l'essai d'aptitude: [23]

1) Les estimateurs robustes de l'ISO 13528:2005

L'annexe C de L'ISO 13528:2005 fournit des algorithmes robustes pour la détermination des moyennes et des écarts-types. Ces algorithmes sont dits « robustes » car les valeurs qu'ils fournissent sont peu influencées par les valeurs extrêmes des participants et ne nécessite pas le retrait des observations aberrantes.

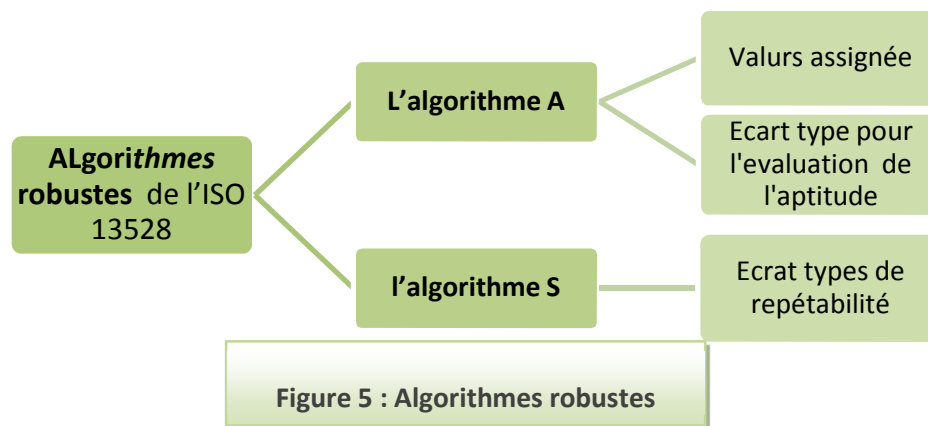
Les algorithmes robustes A et S de l'ISO 13528 :2005 sont utilisés dans une procédure itérative. L'adjectif «robuste» qualifie l'algorithme d'estimation et non pas l'estimation qu'il produit, Cependant, pour éviter les lourdeurs de la terminologie, il convient d'utiliser les termes

«moyenne robuste» et «écart-type robuste» au lieu de moyenne de la population ou l'écart-type de la population, calculés par un algorithme robuste.

L'algorithme A est utilisé pour déterminer la **valeur assignée** et l'écart type pour l'évaluation de l'aptitude.

L'algorithme S est utilisé pour une estimation des écarts-types de reproductibilité par combinaison robuste des écarts-types intra-laboratoires de tous les laboratoires

La figure suivante résume les objectifs de chaque algorithme



Partie Pratique

I- Mise en œuvre d'essais d'aptitude des laboratoires

Les deux (02) laboratoires accrédités ISO/CEI 17025 :2005 de l'URASM ont participé durant l'année 2014 et 2015 aux comparaisons interlaboratoires pour les essais d'aptitude que COMPALAB a organisé et ceci dans le but de satisfaire l'exigence 5.9 et l'exigence 5.6 sur la traçabilité métrologique de la norme ISO 17025, Les essais d'aptitude auxquels l'URASM a participé sont organisées en conformité avec les normes ISO/CEI 17043 :2010 et ISO 13528 :2005.

II-Réalisation des essais :

L'URASM a reçu des échantillons de différents matériaux, pour des essais en analyse chimique et des essais mécaniques (traction et pliage), les essais ont été réalisés sous des conditions de répétabilité selon les recommandations de COMPALAB qui sont résumés dans les tableaux suivants.

Les analyses interlaboratoires organisées par COMPALAB auxquelles nos 02 laboratoires ont participer au cours des années 2014 et 2015, sont données dans les Tableaux suivants :

Laboratoire de chimie

Type de CIL	Cil 2014 Analyse chimique sur aciers non alliés	Cil 2015 Analyse chimique sur aciers faiblement alliés
Nombre de Participants	6 laboratoires (15 participations).	18.

	la plupart des participants ont utilisé plusieurs méthodes de détermination,	
Produits soumis aux essais	acier non allié	acier faiblement allié.
Dimensions des échantillons	Φ=40 mm, e= 9 mm	Φ =40 mm, e= 10 mm.
Durée de réalisation des essais	1 mois.	3 mois
Nombre d'échantillons par laboratoire	6	
Eléments chimiques à déterminer	Carbone (C), Soufre (S), Mo(Molybdène), Cu (cuivre), Ni (Nickel), Mn(Manganèse), Cr(Chrome), V(Vanadium), Si(Silicium), P(Phosphore), Al(Aluminium).	
Méthodes utilisées pour les déterminations	Le choix de la méthode d'analyse est laissé aux participants. Méthode utilisé par l'URASM : Spectromètre à fluorescence X et Spectrométrie à infrarouge.	

Tableau4: Données des CIL 2014 et CIL 2015 pour les analyses chimiques.

Atelier mécanique- Essais d'aptitude 2014

Type de CIL	Essai de traction sur fil tréfilé lisse	Essai de traction sur fil machine	Essais sur aciers pour béton armé
Nombre de Participants	8		20
Normes utilisés pour les essais.	ISO 6892-1 : Matériaux métalliques – Essais de traction – Méthode à température ambiante.		ISO 15630-1 : Acier pour l'armature et la précontrainte du béton – Méthodes d'essais – Partie 1 : Barres, fil-machine, fils pour béton armé.
Produits soumis aux essais	acier déroulé, non allié, bas carbone, tréfilé lisse.	Acier laminé à chaud, non allié er à bas carbone	acier non allié à empreintes, laminé à froid et déroulé
Dimensions des échantillons	Φ 3,9 mm, L : 450 mm.	Φ 12 mm, L : 450 mm.	Φ 8 mm, L 550 mm.
Durée de réalisation des essais	1 mois		
Nbr d'échantillons par laboratoire	6 : Ce nombre d'échantillons a été déterminé en conformité avec l'ISO 13528 :2005		
Paramètres à déterminer	Allongement à rupture A5d(%)		
	Fm (KN)		Rm (MPa, 1 MPa=1 N/mm2)

Tableau 5 : Données de la CIL 2014 pour les essais mécaniques

Atelier mécanique- Essais d'aptitude 2015

Type de CIL	Essais sur aciers pour béton armé	Essai de traction sur barre brute	Essai de traction sur fil tréfilé
Nombre de Participants	19	5	4
Normes de référence pour les essais	ISO 15630-1, Essais sur aciers pour béton armé.	ISO 6892-1 : Essai de traction - Partie 1 : Méthode d'essai à température ambiante	
Produits soumis aux essais	acier laminé à chaud en barres à 2 chants de verrous de type B500B.	acier non allié à basse teneur en carbone, étiré.	fil tréfilé lisse d'acier bas carbone.
Dimensions des échantillons	Φ 16 mm.	Φ 20 mm.	Φ 5 mm.
Durée de réalisation des essais	entre le 14/09/2015 et le 3/11/2015	entre le 02/10/2015 et le 12/10/2015	entre le 7/10/2015 et le 12 /10/ 2015
Nombre d'échantillons par laboratoire	6 : Ce nombre d'échantillons a été déterminé en conformité avec l'ISO 13528 :2005		
Paramètres à déterminer	-Résistance à la traction – Rm -Limite supérieure d'écoulement – ReH -Allongement à rupture – A5d	Résistance à la rupture – Fm Allongement à rupture – A5d	

Tableau 6: Données de la CIL 2015 pour les essais mécaniques

III- Principes adoptés par COMPALAB pour la détermination des critères d'évaluation de l'aptitude

1) Evaluation de l'aptitude des laboratoires par la justesse

Pour déterminer les valeurs assignées et les écarts-types faisant l'objet de cet essai d'aptitude, COMPALAB a choisi les valeurs consensuelles de l'ensemble des participants en leur appliquant la méthode robuste de l'analyse des données préconisées par la norme ISO 13528.2005, le calcul est effectué à partir de la totalité des données, sans exclure au préalable les valeurs aberrantes, ce sont les itérations de la méthode de calcul qui vont donner un moindre poids aux résultats extrêmes,.

Il s'agit effectivement de l'option la plus appropriée pour estimer les valeurs consensuelles, en cas de méthodes empiriques.

Dans le domaine des essais, quand la valeur assignée et l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude sont obtenus par des méthodes robustes, et que l'on ne dispose pas de l'incertitude associée à

chacun des résultats des participants, le critère d'évaluation de l'aptitude des laboratoires classiquement calculé est le score z. [24] [23]

Pour les traitements statiques des résultats des participants Les étapes suivantes ont été suivies [24]

- Les valeurs assignées et les écarts-types d'évaluation de l'aptitude ont été calculés selon l'algorithme robuste A
- L'écart type de repétabilité a été déterminé selon l'algorithme robuste S
- Le biais du laboratoire est calculé selon l'équation (E3)
- Les seuils d'alerte pour le biais ont été calculés selon l'équation (E4)
- Le z-score est calculé selon l'équation (E5)
- Les seuils d'alerte pour le z-score sont donnés par l'équation (E6)

Le biais D, est calculée en utilisant l'Équation : $D = (x_i - X^*)$
 Le z-core qui lui correspond est : $z = (x_i - X^*)/s^*$

Dans les formules qui suivent les paramètres suivant svont être utilisés

x_i est le résultat du participant

s_i l'écart type de répétabilité du participant

X^* est la valeur assignée

S^* est l'écart type pour l'évaluation de l'aptitude

S_r Écart-type de répétabilité interlaboratoire

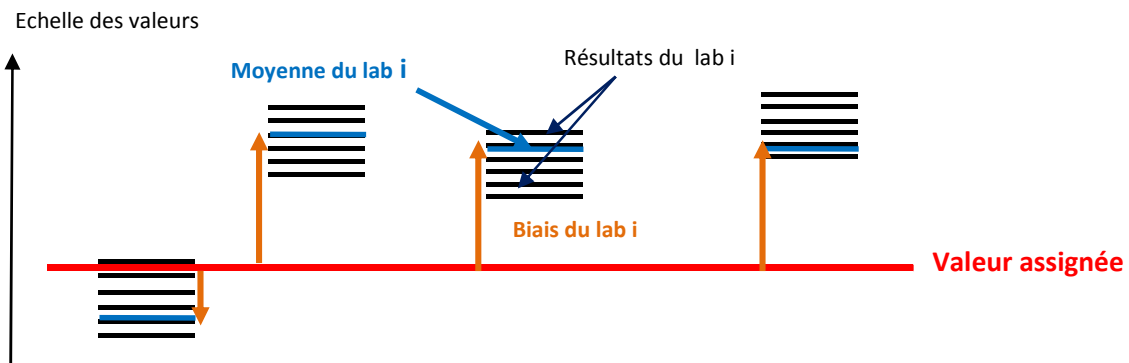


Figure8 : Représentation du biais des laboratoires dans un essai d'aptitude



Figure9 : Représentation des limites seuils du scores z

2- Suivi des statistiques de performance par l'utilisation de cartes de contrôle de shewhart

Participer régulièrement à des essais inter-laboratoires permet de surveiller la stabilité des résultats au niveau du laboratoire.

La carte de contrôle de Shewhart est une méthode efficace pour identifier les problèmes générant de grandes valeurs irrégulières des scores z.

Un exemple de graphique de carte de contrôle élaborée afin de suivre les Scores z, avec des limites d'avertissement et d'action fixées à +/-2 et +/-3 est donnée par la figure suivante.

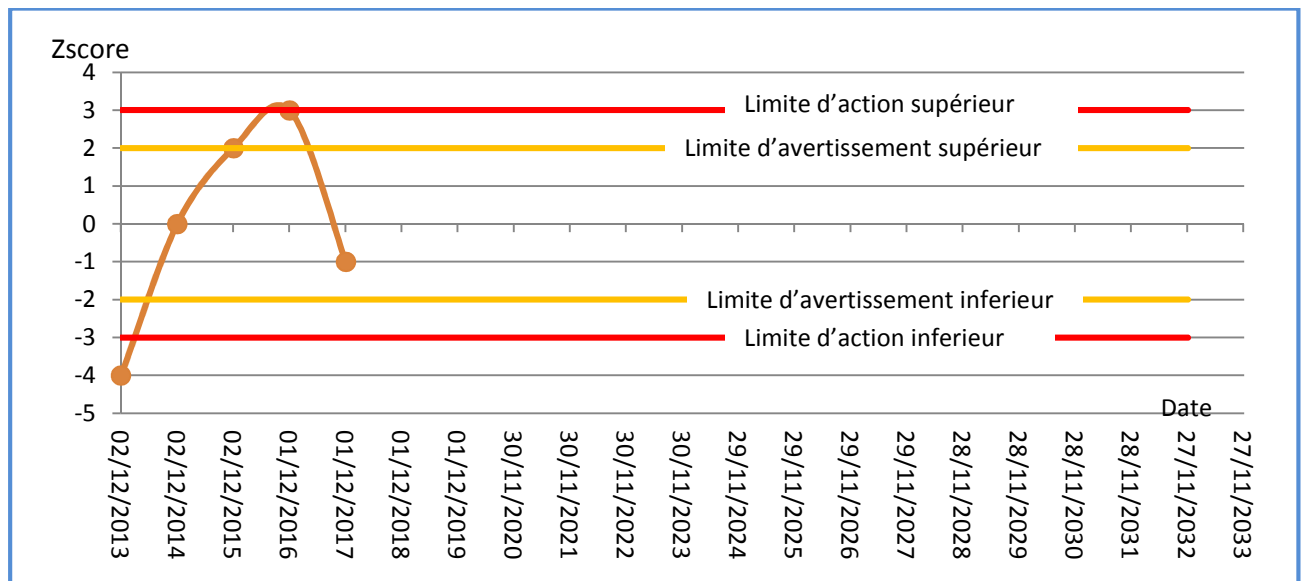


Figure 10 : exemple de Carte de contrôle

Deux règles simples peuvent être appliquées pour interpréter un graphique de la carte de contrôle de Shewhart, un signal hors de contrôle est donné quand :

- un seul point tombe en dehors des limites d'action ($\pm 3,0$), (présence d'un seul «signal d'action»)
- deux points successifs sur trois se trouvent en dehors de la même limite d'avertissement ($\pm 2,0$).

Des feuilles de calculs sous Excel ont été développés pour effectuer ces calculs,.

Conclusions :

Le déclenchement d'un signal ne doit pas condamner le laboratoire. Un signal d'action signifie que les résultats sont si exceptionnels qu'il convient de rechercher les causes du déclenchement du signal et, si nécessaire, de mettre en œuvre une action corrective.

La norme ISO 13528:2005 précise que la validité obtenue se limite au cycle d'organisation de CIL, cependant un labo possédant un système qualité et participe régulièrement à des essais d'aptitude peut utiliser ses résultats pour démontrer sa fiabilité.

Les résultats de l'essai d'aptitude ne sont valides que pour le produit et la méthode d'essais concernés

Un signal d'alerte peut être déclenché ou non pour un laboratoire, selon la méthode statistique utilisée.

Les résultats d'une comparaison interlabo doivent être utilisés comme des alertes devant déclencher une recherche de cause possibles d'écart et si nécessaire les actions correctives appropriées correspondantes.

En conformité avec la norme ISO ISO/CEI 17043 et ISO 13528:2005, les résultats anormaux peuvent être obtenu même dans des laboratoires ayant de bonne pratiques et du personnel compétent, pour cette raison Le déclenchement d'un signal ne doit pas condamner un laboratoire

L'absence d'alerte ne signifie pas nécessairement l'absence d'écart et la présence d'une alerte est une présomption mais pas une certitude de la présence d'écart à corriger par le laboratoire. Si un signal d'alerte est détecté, le participant concerné est seul responsable de décider d'apporter une action corrective ou non. (compalab.org »

Le déclenchement d'une alerte (signal d'action) signifie que les résultats sont exceptionnels et qu'ils convient de chercher les causes parmi les causes de ces écarts :

Le produit soumis à l'interlaboratoire est différent de ceux habituellement traité par le laboratoire.

Erreur grossière dans la saisie, calculs

Equipement ou consommables insatisfait

Personnel insuffisamment compétent

Ecart à la méthode prescrite

Combinaison des sources d'erreur

Ces causes peuvent être à l'origine :

Biais ou Manque de répétabilité

Parmi les actions correctives qui doivent être entrepris :

L'investigation peut aussi montrer qu'aucune cause d'écart n'est présente. Le laboratoire peut alors mettre son processus sous surveillance pendant un certain temps et ne pas apporter d'action correctives.

Le coordonnateur peut utiliser un histogramme pour voir s'il est fréquent que les participants ne répondent pas au critère d'évaluation de l'aptitude. Si les valeurs extrêmes de l'histogramme dépassent les limites de $\pm 3,0$, cela peut être attribué à la (ou aux) méthode(s) de mesure utilisée(s) plutôt qu'à des participants. Il convient alors d'améliorer la (ou les) méthode(s) de mesure ou d'assouplir le critère d'évaluation de l'aptitude (en augmentant $\hat{\sigma}$). Si l'histogramme se situe dans les limites de $\pm 2,0$, avec peut-être un ou deux scores z isolés en dehors de ces limites, cela suggère que le critère d'évaluation de l'aptitude peut être plus resserré (en diminuant $\hat{\sigma}$). (13528 8-2-1)

ANALYSE DES CAUSES

Précautions

Les critères que nous avons étudiés plus haut ne doivent pas servir à condamner les laboratoires pour incapacité à appliquer une méthode de mesure, car même si une méthode de mesure est normalisé, il peut arriver qu'elle comporte des défauts qui n'apparaissent qu'au bout de plusieurs cycles d'essais d'aptitude.

Aussi, des résultats anormaux sont parfois obtenus même dans un laboratoire bien tenu, avec du personnel expérimenté.

Le programme d'essai d'aptitude en lui-même peut comporter des défauts.

De même qu'un laboratoire qui obtient un résultat satisfaisant sur une cycle, ne peut pas prétendre qu'il a obtenu des résultats fiables en toute occasion !

Un laboratoire dans un système qualité et enregistrant un historique des résultats satisfaisants pendant plusieurs cycles d'un programme d'essai d'aptitude doit être en droit d'utiliser les résultats comme la preuve qu'il est capable d'obtenir régulièrement des données fiables.

[ISO 13528 4.7]

Le travail d'investigation doit commencer au niveau de l', qui doit comprendre toutes les sources de variabilité possibles qui peuvent être anticipées dans les données d'essais d'aptitude pour les mesurages considérés.

Avant de conclure que le laboratoire s'est trompé dans la mise en œuvre de la méthode de mesure, il convient de se poser un certain nombre de questions afin de détecter la source de l'erreur

- un dérapage dans l'exécution de la mesure,
- une erreur de calcul,
- une simple erreur d'écriture lors de la transcription d'un résultat, ou
- l'analyse du mauvais échantillon (ou la permutation d'échantillons de niveaux d'essais différents).

Quelques pistes à suivre, selon la norme ISO 13528 Sauf s'il a des raisons valables de ne pas procéder ainsi, le laboratoires doit examiner ses procédures et identifier au moins une action corrective susceptible d'éviter que de tels résultats se reproduisent, ceci en accord avec le personnel du laboratoire.

Quelques pistes à suivre, selon la norme ISO 13528

- Vérifier l'étalonnage des équipements de mesure
- Vérifier la qualité des réactifs, leur stabilité, leurs conditions de stockage et d'utilisation
- Vérifier que les détails de la méthode d'essai biens retranscrits dans les procédures internes
- Vérifier que le personnel comprend et suit le mode opératoire correctement
- Vérifier que les conditions ambiantes sont maîtrisées
- Vérifier les procédures de traitement des résultats de mesure ainsi que les logiciels utilisés

Quelques pistes à suivre, selon la norme ISO 13528

Après la mise en œuvre du plan d'action validé, le laboratoire doit participer aux cycles ultérieurs d'essais d'aptitude pour évaluer l'efficacité des actions correctives.

Bibliographie

- [1] Eléments de métrologie générale et de métrologie légale » « A.DEFIX »
- [2] « metrologie universelle , ancienne..... »
- [3] <http://www.metrologie-francaise.fr/fr/histoire/histoire-mesure.asp>
- [4] https://www.artemis.fr/nos_metiers/historique.htm
- [6] Guide de meyytrologie industrillee.pdf
- [7]
- [8] metrologieIUT2.ppt
- [9] guide pretique de la metrologie en entreprise » institut meditéranéen de la qualité
- [10] These_Demeyer15_03_2011
- [11] Guide de métrologie à l'usage des laboratoires d'analyses de biologie médicales » « LEXITIS éditions
- [12] Technique de l'ingenieur T1418
- [13] metrology_metr2015_06008.pdf
- [14] eurachem_leaflet_pt_march_2006__french.pdf
- [15] 1- 118-desenfant-evaluation-aptitude-comparaisons-interlaboratoires

2- «la metrologie mais c'est très simple »

- [16] Ndeg23+-+Tous+les+bienfaits+des+essais+interlaboratoires+ (La lettre du CT2M
- [17] Technique de l'ingenieur 1419
- [18] BIPEA
- [19] Lesessaisinter-laboratoiresenmicrobiologiesdes « Hall »
alimentsInter-laboratorystudiesinfoodmicrobiology
- [20] Compalab.org(ref1)
- [21] VIM
- [22] 17043
- [23] 13528
- [24] Cours metrologie et assurance qualit Licence Professionnelle- BCHITOU