



éduscol

Ressources pour le cycle terminal STL Spécialité biotechnologies

Document ressource de métrologie

Définitions de base, acceptabilité de valeurs mesurées et
expression d'un résultat de mesure

Document établi par le groupe d'experts « Biotechnologies » :
Enseignants de biochimie-génie biologique, IA-IPR et IGEN.

Document validé par l'Inspection Générale
Annule et remplace le document de décembre 2012

L'Inspection Générale valide le document et remercie l'ensemble des experts ayant apporté leur contribution à l'élaboration de ce document : inspecteurs, enseignants. Une mention particulière à Mesdames Christiane Joffin, Françoise Lafont, Elisabeth Mathieu et Monsieur Jean-Louis Rohaut. Merci à Jean-François Perrin pour sa contribution constructive.

Jean-Pascal Dumon
Françoise Guillet

Octobre 2013

Bibliographie	3
Avertissement	4
Introduction.....	4
Définitions.....	4
Métrologie.....	4
Matériau de référence	4
Grandeur	4
Valeur d'une grandeur	4
Valeur numérique d'une grandeur	5
Étalon.....	5
Étalon de travail.....	5
Mesurande.....	5
Mesurage (mesure)	5
Méthode de mesure.....	5
Principe de mesure.....	5
Procédure de mesure.....	5
Modèle de mesure.....	6
Grandeur d'entrée	6
Grandeur de sortie.....	6
Équation aux grandeurs	6
Équation aux unités.....	6
Équation aux valeurs numériques	6
Indication	6
Valeur mesurée	6
Résultat de mesure (résultat d'un mesurage).....	6
Fidélité de mesure.....	6
Définition de la qualité « fidélité de mesure »	6
Différentes conditions d'étude de la fidélité	7
Quantification du défaut de fidélité dans le cas d'une approche INTRA-laboratoire.....	8
Quantification du défaut de fidélité dans le cas d'une approche INTER-laboratoires.....	9
Justesse de mesure	9
Définition de la qualité « justesse de mesure »	9
Quantification du défaut de justesse : biais de mesure (erreur de justesse)	9
Exactitude de mesure	10
Définition de la qualité « exactitude de mesure »	10
Quantification du défaut d'exactitude : erreur de mesure	10
Incertitude de mesure.....	11
Incertitude-type composée u_c	11
Incertitude élargie U	12
Arrondissement de l'incertitude élargie et du résultat.....	12
Acceptabilité des valeurs mesurées Expression du résultat de mesure.....	13
1. Vérifications conduisant à l'acceptabilité des valeurs mesurées	13
1.1. Condition préalable à l'utilisation d'une procédure de mesure.....	13
1.2. Vérification de l'exactitude de mesure à l'aide d'un étalon de contrôle.....	13
1.3. Vérification de la compatibilité métrologique dans le cas de deux essais effectués en répétabilité	15
2. Expression du résultat de mesure.....	17
2.1. Démarche.....	17
2.2. Exemples appliqués aux cas où la loi de distribution est « normale »	17
2.3. Exemple appliqué au cas des dénombrements microbiens en boîtes de Petri.....	18

Bibliographie

Document établi d'après la bibliographie et les références suivantes, les plus récentes à ce jour :

- Norme ISO 5725-1 à 6 : 1994(F), corrigée, selon la partie, les années 1998 à 2005 « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure »
- Norme ISO/TR 22971 : 2005 « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - Lignes directrices pratiques pour l'utilisation de l'ISO 5725-2 : 1994 pour la conception, la mise en oeuvre et l'analyse statistique des résultats de répétabilité et de reproductibilité interlaboratoires »
- Norme ISO 3534-1 et 2 : 2006 « Statistique - Vocabulaire et symboles - Partie 1 : Termes statistiques généraux et termes utilisés en calcul des probabilités – Partie 2 : Statistique appliquée »
- Norme ISO/TS 19036 : 2006 « Microbiologie des aliments – Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives » et Amendement 1 : 2009 « Incertitude de mesure sur les faibles taux »
<http://www.boutique.afnor.org/>
- VIM, « Vocabulaire international de métrologie » JCGM 200 : 2012
http://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf
- GUM, « Guide pour l'expression de l'incertitude » JCGM 100 : 2008(F)
http://www.bipm.org/utis/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_F.pdf
- SI : Système international d'unités : 8^e édition 2006
http://www.bipm.org/utis/common/pdf/si_brochure_8_fr.pdf
- Guide EURACHEM/CITAC « Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques », 2^e édition 2000
http://www.lne.fr/publications/eurachem_guide_incirtitude_fr.pdf
- Annales de biologie clinique- volume 65 ; Numéro 2 ; 185-200 - mars avril 2007 « Recommandations relatives à l'expression de l'incertitude de mesure des résultats quantitatifs en biologie médicale (Document F) »
http://www.jle.com/e-docs/00/04/2C/31/vers_alt/VersionPDF.pdf
- Comité Français d'Accréditation SH GTA 14 « Guide technique d'accréditation pour l'évaluation des incertitudes de mesure en biologie médicale » (2011)
<http://www.cofrac.fr/documentation/SH-GTA-14>
- « Mesures et Instrumentation – Sciences et Technologies de laboratoire » – de C.Joffin, F.Lafont, E.Mathieu - collection Caroline Bonnefoy chez Casteilla (2012)
- Le livre du professeur - « Mesures et Instrumentation – Sciences et Technologies de laboratoire » – de C.Joffin, F.Lafont, E.Mathieu - collection Caroline Bonnefoy chez Casteilla (2012)

Avertissement

Ce document n'est pas destiné aux élèves, ni aux étudiants, il s'adresse aux enseignants.

C'est un outil pédagogique qui n'a pas vocation à être utilisé en milieu professionnel mais dans le cadre d'un enseignement technologique en cycle terminal.

Il a pour objectif d'harmoniser les pratiques utilisées en milieu scolaire et de permettre leur mise en conformité avec les normes de métrologie.

Les définitions données sont issues du **Vocabulaire International de Métrologie (VIM)**, vocabulaire de référence de métrologie. L'enseignant garde cependant une liberté pédagogique pour présenter certains concepts délicats de façon plus détaillée afin de favoriser la compréhension des élèves.

Introduction

La métrologie repose sur le postulat qu'une valeur mesurée y est une valeur particulière d'une **variable aléatoire** Y représentant l'ensemble des valeurs que l'on peut attribuer au mesurande.

Cette variable aléatoire est continue, c'est-à-dire que la différence entre deux valeurs voisines peut être aussi petite que l'on puisse l'imaginer. La distribution d'une telle variable peut être représentée par sa **fonction de densité de probabilité**.

Pour chaque opération unitaire d'une activité technologique (pesée, mesure de volume, lecture d'une indication sur un appareil...), il existe une variable aléatoire associée qui suit une loi de distribution donnée (uniforme, triangulaire, arcsinus, normale...).

Lorsqu'une variable Y résulte d'une combinaison de variables aléatoires indépendantes qui suivent des lois de distribution variées, alors cette variable aléatoire résultante suit une **loi normale** (théorème *central limit*).

Dans les activités technologiques, l'obtention de la valeur du mesurande nécessite la réalisation d'un certain nombre d'opérations unitaires ; c'est pourquoi **le résultat de la quasi-totalité de ces activités est une variable aléatoire qui suit une loi normale**.

Définitions

Métrologie

« Science des mesurages et ses applications » (VIM).

Matériau de référence

« Matériau suffisamment **homogène** et **stable** en ce qui concerne des propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue pour un mesurage ou pour l'examen de propriétés qualitatives » (VIM).

« NOTE 2 Des matériaux de référence avec ou sans valeurs assignées peuvent servir à contrôler la fidélité de mesure, tandis que seuls des matériaux à valeurs assignées peuvent servir à l'étalonnage ou au contrôle de la justesse de mesure » (VIM).

Grandeur

« **Propriété** d'un phénomène, d'un corps ou d'une substance, que l'on peut **exprimer quantitativement sous forme d'un nombre et d'une référence** » (VIM).

« NOTE 2 La référence peut-être une **unité de mesure**, une **procédure de mesure**, un **matériau de référence**, ou une de leurs combinaisons » (VIM).

Valeur d'une grandeur

« Ensemble d'un nombre et d'une référence constituant l'expression quantitative d'une **grandeur** » (VIM).

« NOTE 1 Selon le type de référence, la valeur d'une grandeur est

- soit le **produit d'un nombre et d'une unité de mesure** ;
- soit un nombre et la référence à une procédure de mesure ;
- soit un nombre et un matériau de référence » (VIM).

Valeur numérique d'une grandeur

« Nombre, dans l'expression de la **valeur d'une grandeur**, autre qu'un nombre utilisé comme référence » (VIM).

« NOTE 2 Pour les grandeurs qui ont une unité de mesure, la valeur numérique $\{Q\}$ d'une grandeur Q est fréquemment notée $\{Q\} = Q / [Q]$, où $[Q]$ est le symbole de l'unité de mesure » (VIM).

En résumé :

- Q est le symbole de la grandeur
- $\{Q\}$ est le symbole de la valeur numérique de la grandeur
- $[Q]$ est le symbole de l'unité de mesure.

Symboliquement, la valeur d'une grandeur s'écrit : $Q = \{Q\} \times [Q]$

Exemple :

- valeur de la grandeur : $m_{\text{objet}} = 5,7 \times \text{kg} = 5,7 \text{ kg}$
- valeur numérique de cette grandeur : $\{m_{\text{objet}}\} = \frac{5,7 \times \text{kg}}{\text{kg}} = 5,7$

Étalon

« Réalisation de la définition d'une **grandeur** donnée, avec une **valeur** déterminée et une **incertitude de mesure** associée, utilisée comme référence » (VIM).

Dans la plupart des cas, l'étalon est créé à partir d'un matériau de référence pour obtenir une **grandeur** donnée, avec une **valeur** déterminée et une **incertitude de mesure** associée, utilisée comme référence.

Étalon de travail

« **Étalon** qui est utilisé couramment pour étalonner ou contrôler des **instruments de mesure** ou des **systèmes de mesure** » (VIM).

« NOTE 2 Un étalon de travail servant à la vérification est aussi désigné comme « **étalon de vérification** » ou « **étalon de contrôle** » » (VIM).

Attention : Dans le cas où l'on étalonne une procédure de mesure avec un étalon de travail, si l'on veut ensuite effectuer une vérification de cette procédure, il faut utiliser **un autre étalon de travail**, que l'on peut appeler alors « étalon de vérification » ou « étalon de contrôle ».

Mesurande

« **Grandeur** que l'on veut mesurer » (VIM).

La spécification complète du mesurande comporte trois éléments : la grandeur, le constituant et le système.

Exemple : « Détermination de la concentration molaire du lactose dans le lait ».

Mesurage (mesure)

« **Processus** consistant à obtenir expérimentalement une ou plusieurs **valeurs** que l'on peut raisonnablement attribuer à une **grandeur** » (VIM).

Méthode de mesure

« Description générique de l'organisation logique des opérations mises en œuvre dans un **mesurage**

NOTE Les méthodes de mesure peuvent être qualifiées de plusieurs façons : méthodes de mesure directe, indirecte, absolue, relative, par comparaison directe et par zéro... » (VIM).

Les méthodes citées sont celles qui figurent dans le programme de Mesures et instrumentation.

Principe de mesure

« Phénomène servant de base à un mesurage » (VIM).

Exemples : réaction acide-base, réaction d'oxydo-réduction.

Procédure de mesure

« Description détaillée d'un **mesurage** conformément à un ou plusieurs **principes de mesure** et à une **méthode de mesure** donnée, fondée sur un **modèle de mesure** et incluant tout calcul destiné à obtenir un **résultat de mesure** » (VIM).

Modèle de mesure

« Relation mathématique entre toutes les **grandeurs** qui interviennent dans un **mesurage** » (VIM).

Grandeur d'entrée

« **Grandeur** qui doit être mesurée, ou grandeur dont la **valeur** peut être obtenue autrement, pour calculer une **valeur mesurée** d'un **mesurande** » (VIM).

Grandeur de sortie

« **Grandeur** dont la **valeur mesurée** est calculée en utilisant les **valeurs** des **grandeurs d'entrée dans un modèle de mesure** » (VIM).

Équation aux grandeurs

« Relation d'égalité entre des grandeurs d'un système de grandeurs donné, indépendante des unités de mesure » (VIM).

L'équation aux grandeurs est la relation qui va permettre de calculer la **grandeur de sortie y** en fonction des **grandeurs d'entrées x_1, x_2, \dots, x_n** .

Remarque : dans la suite de ce document, la lettre y (italique) symbolise le concept de « grandeur de sortie ».

Équation aux unités

« Relation d'égalité entre des unités de base, des unités dérivées cohérentes ou d'autres unités de mesure » (VIM).

Équation aux valeurs numériques

« Relation d'égalité entre des valeurs numériques, fondée sur une équation aux grandeurs donnée et des unités de mesure spécifiées » (VIM).

Indication

« Valeur fournie par un instrument de mesure ou un système de mesure » (VIM).

Valeur mesurée

« Valeur d'une grandeur représentant un résultat de mesure » (VIM).

« NOTE 1 Pour un mesurage impliquant des indications répétées, chacune peut être utilisée pour fournir une valeur mesurée correspondante. Cet ensemble de valeurs mesurées individuelles peut ensuite être utilisé pour calculer une valeur mesurée résultante, telle qu'une moyenne ou une médiane, en général avec une incertitude de mesure associée qui décroît » (VIM).

Lorsqu'on donne une valeur mesurée, l'incertitude de mesure n'est en général pas associée, ni les informations nécessaires concernant le mesurage. Une valeur mesurée ne doit donc pas être confondue avec un résultat de mesure.

Résultat de mesure (résultat d'un mesurage)

« Ensemble de valeurs attribuées à un mesurande, complété par **toute autre information pertinente disponible** » (VIM).

« NOTE 2 Le résultat de mesure est généralement exprimé par une **valeur mesurée unique** et une **incertitude de mesure** » (VIM).

Fidélité de mesure

Définition de la qualité « fidélité de mesure »

« 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 » (VIM).

Le défaut de fidélité résulte des erreurs¹ aléatoires.

¹ Les erreurs grossières (évitables par définition) sont dues au manipulateur.
Les erreurs systématiques ont pour conséquence un défaut de justesse de la méthode.
Les erreurs aléatoires ont pour conséquence un défaut de fidélité de la méthode.

 Pourquoi le terme « *fidélité des résultats* » est-il incorrect ?

Il ne faut pas utiliser le terme « *fidélité des résultats* » car la fidélité de mesure est une **qualité** d'une **procédure de mesure**, d'un **appareil de mesure** ou d'un **système de mesure**.

Différentes conditions d'étude de la fidélité

On distingue la **fidélité** selon un ensemble de **conditions de répétabilité** ou selon un ensemble de **conditions de reproductibilité** ou selon un ensemble de **conditions de fidélité intermédiaire**.

Répétabilité de mesure

« Fidélité de mesure selon un ensemble de conditions de répétabilité » (VIM).

« Condition de répétabilité : condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent la **même procédure de mesure**, les mêmes opérateurs, le même système de mesure, les mêmes conditions de fonctionnement et le même lieu, ainsi que des **mesurages répétés** sur le **même objet** ou des **objets similaires** pendant une courte période de temps » (VIM).

Les termes mis en gras dans la définition ci-dessus sont communs à toutes les études de fidélité.

 Pourquoi le terme « *répétabilité des résultats* » est-il incorrect ?

Il ne faut pas utiliser le terme « *répétabilité des résultats* » car la répétabilité est une **qualité** (fidélité en conditions de répétabilité) qui caractérise, non pas les résultats obtenus, mais une **procédure de mesure**, un **appareil de mesure** ou un **système de mesure**, à un niveau donné de l'échantillon.

Fidélité intermédiaire de mesure

« Fidélité de mesure selon un ensemble de conditions de fidélité intermédiaire » (VIM).

« Condition de fidélité intermédiaire : condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent la **même procédure de mesure**, le même lieu et des **mesurages répétés** sur le **même objet** ou des **objets similaires** pendant une période de temps étendue, mais peuvent comprendre d'autres conditions que l'on fait varier » (VIM).

Les termes mis en gras dans la définition ci-dessus sont communs à toutes les études de fidélité. Dans la fidélité intermédiaire, « le même lieu » implique une approche obligatoirement INTRA-laboratoire.

 Pourquoi le terme « *fidélité intermédiaire des résultats* » est-il incorrect ?

Il ne faut pas utiliser le terme « *fidélité intermédiaire des résultats* » car la fidélité intermédiaire est une **qualité** (fidélité en conditions de fidélité intermédiaire) qui caractérise, non pas les résultats obtenus, mais une **procédure de mesure**, un **appareil de mesure** ou un **système de mesure**, à un niveau donné de l'échantillon.

Reproductibilité de mesure

« Fidélité de mesure selon un ensemble de conditions de reproductibilité » (VIM).

Condition de reproductibilité : condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent des lieux, des opérateurs et des systèmes de mesure différents, ainsi que des **mesurages répétés** avec la **même procédure de mesure**, sur le **même objet** ou des **objets similaires**.

« NOTE 1 Les différents systèmes de mesure peuvent utiliser des procédures de mesure différentes » (VIM)

Les termes mis en gras dans la définition ci-dessus sont communs à toutes les études de fidélité.

 Pourquoi le terme « *reproductibilité des résultats* » est-il incorrect ?

Il ne faut pas utiliser le terme « *reproductibilité des résultats* » car la reproductibilité est une **qualité** (fidélité en conditions de reproductibilité) qui caractérise, non pas les résultats obtenus, mais une **procédure de mesure** à un niveau donné de l'échantillon.

Remarque : la reproductibilité ne peut s'appliquer qu'à une procédure de mesure mais pas à un appareil ou un système de mesure puisque la reproductibilité s'applique à des mesurages dans des laboratoires différents.

Quantification du défaut de fidélité dans le cas d'une approche INTRA-laboratoire

Répétabilité dans des conditions INTRA-laboratoire

On peut étudier la répétabilité dans des conditions INTRA-laboratoire.

Le défaut de répétabilité dans ces conditions est quantifié par un « écart-type expérimental ».

Écart-type


Lorsque l'écart-type d'une population infinie (grand nombre de valeurs mesurées possibles, tendant vers l'infini) est estimé à partir d'un échantillon de n mesures (faible nombre de valeurs mesurées), il est noté « s » ou « σ_{n-1} ». C'est cet écart-type « s » qui est utilisé pour les études dans les laboratoires et qui est appelé « écart-type expérimental ».

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}} \quad \text{avec moyenne :} \quad \bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n}$$

Attention : cet écart-type est noté s et ne doit pas être noté s_r .

Coefficient de variation

$$CV = \frac{s}{\bar{y}} \quad (\text{généralement exprimé en pourcentage})$$

 Pourquoi dit-on : « estimer » l'écart-type d'une population ?

Il faut distinguer deux grandeurs :

1. **Calcul de l'écart-type d'une population finie de taille n**
Calcul de l'écart-type d'un échantillon de taille n d'une population infinie
 (fonction ECARTYPEP ou ECARTYPE.PEARSON dans EXCEL) ; la même formule s'applique :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n}}$$

2. **Estimation de l'écart-type d'une population infinie à partir d'un échantillon de taille n de cette population infinie**
 (fonction ECARTYPE ou ECARTYPE.STANDARD dans EXCEL)

$$s = \sigma_{(n-1)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$$

À un mesurande donné peut correspondre, en théorie, une infinité de valeurs mesurées : la population des valeurs mesurées est donc infinie.

Mais, en pratique, on ne peut faire qu'un nombre fini (n) de mesurages, correspondant à un échantillon. Si on appliquait, dans ce cas, la formule de l'écart-type de l'échantillon (σ), le numérateur serait sous-estimé par rapport à ce qu'il serait pour la population ; en effet, on démontre que la somme des carrés des écarts à la moyenne est toujours plus faible que la somme des carrés des écarts à n'importe quelle autre valeur, par exemple à l'espérance mathématique (variable aléatoire, en probabilité, équivalente à la moyenne d'une série statistique).

En conséquence, il a été démontré que pour obtenir une bonne estimation de l'écart-type de la population, il faut multiplier l'écart-type de l'échantillon par $\sqrt{n/(n-1)}$ (facteur > 1), d'où la formule de l'écart-type s .

Fidélité intermédiaire de mesure

Le défaut de fidélité intermédiaire d'une procédure (ou d'un appareil ou système) de mesure est **quantifié** par une grandeur appelée « écart-type de fidélité intermédiaire (s_I) », qui est évaluée par étude INTRA-laboratoire, selon un mode de calcul particulier (voir ISO 5725-3).

Attention : s_I s'écrit avec l'indice « I » majuscule.

Quantification du défaut de fidélité dans le cas d'une approche INTER-laboratoires

Lors d'une étude INTER-laboratoires, plusieurs laboratoires différents, avec des appareils et systèmes de mesure obligatoirement différents, effectuent le même nombre d'essais en répétabilité avec la même procédure de mesure sur le même objet ou des objets similaires.

Les études INTER-laboratoires s'appliquent donc à l'étude de la fidélité de **procédures de mesure** (mais pas d'appareils ou de systèmes de mesure).

Répétabilité étudiée par une approche INTER-laboratoires

Les études INTER-laboratoires permettent de **quantifier le défaut de répétabilité** d'une procédure de mesure donnée de la façon la plus large possible.

En effet, la grandeur appelée « **écart-type de répétabilité (s_r)** », fait intervenir la moyenne des variances obtenues en répétabilité dans chacun des p laboratoires retenus, après élimination des laboratoires « aberrants » (voir ISO 5725-2) :

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p s_i^2}{p}}$$

L'écart-type de répétabilité obtenu (s_r) pourra donc être utilisé comme référence par tout laboratoire utilisant cette procédure de mesure sur le même objet ou des objets similaires.


Attention : s_r s'écrit avec l'indice « r » minuscule.

Reproductibilité

Les études INTER-laboratoires permettent de **quantifier le défaut de reproductibilité** d'une procédure de mesure au moyen d'une grandeur appelée « **écart-type de reproductibilité (s_R)** », grandeur évaluée selon un mode de calcul particulier (voir ISO 5725-2).

Attention : s_R s'écrit avec l'indice « R » majuscule.

Les calculs de s_r et s_R , effectués obligatoirement dans le cadre de l'évaluation INTER-laboratoires, ne sont pas au programme. Par contre ces grandeurs seront données et utilisées.

 **ATTENTION** : ne pas confondre

Écart-type expérimental (s) (approche INTRA-laboratoire)

Écart-type de répétabilité (s_r) (approche INTER-laboratoires)

Écart-type de reproductibilité (s_R) (approche INTER-laboratoires)

Écart-type de fidélité intermédiaire (s_I) (approche INTRA-laboratoire)

Justesse de mesure

Définition de la qualité « justesse de mesure »

« Étroitesse de l'accord entre la moyenne d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et une valeur de référence » (VIM).

Quantification du défaut de justesse : biais de mesure (erreur de justesse)

« Estimation d'une erreur systématique » (VIM).

On l'estime par la différence entre la moyenne d'un nombre fini de valeurs mesurées et une valeur de référence. La valeur de référence est en général une valeur conventionnelle².

$$\text{biais} = \bar{y} - y_{\text{référence}}$$

Le biais est la valeur algébrique qui permet de quantifier le défaut de justesse. **Il faut indiquer clairement son signe « + » ou « - ».**

Le biais quantifie l'erreur systématique globale qui peut, elle-même, avoir plusieurs composantes.

² Exemple : solution étalon de pH de valeur nominale pH 7 et de valeur conventionnelle pH 7,005.

 *Quel est le lien entre justesse et biais ?*

La justesse est une **qualité** de la procédure de mesure, de l'appareil de mesure ou du système de mesure.
Le biais est la **quantification** du défaut de justesse.

Il est possible d'exprimer le biais relatif (ou erreur de justesse relative) par l'expression suivante :

$$\text{biais relatif} = \frac{\bar{y} - y_{\text{référence}}}{y_{\text{référence}}}$$

Exactitude de mesure

Définition de la qualité « exactitude de mesure »

« Étroitesse de l'accord entre une valeur mesurée et une valeur vraie du mesurande » (VIM).

Quantification du défaut d'exactitude : erreur de mesure

« Différence entre la valeur mesurée d'une grandeur et une valeur de référence » (VIM).

$$\text{erreur de mesure} = y - y_{\text{référence}}$$

L'erreur de mesure est la valeur algébrique qui permet de quantifier le défaut d'exactitude. **Il faut indiquer clairement son signe « + » ou « - ».**

 *Quel est le lien entre exactitude de mesure et erreur de mesure ?*

L'exactitude de mesure est une **qualité** qui s'applique à un mesurage donné.

L'erreur de mesure est la **quantification** du défaut d'exactitude d'une mesure donnée.

 *Quelle est la différence entre justesse et exactitude ?*

La justesse est une qualité qui s'applique à une **procédure de mesure** (ou un appareil ou un système de mesure).

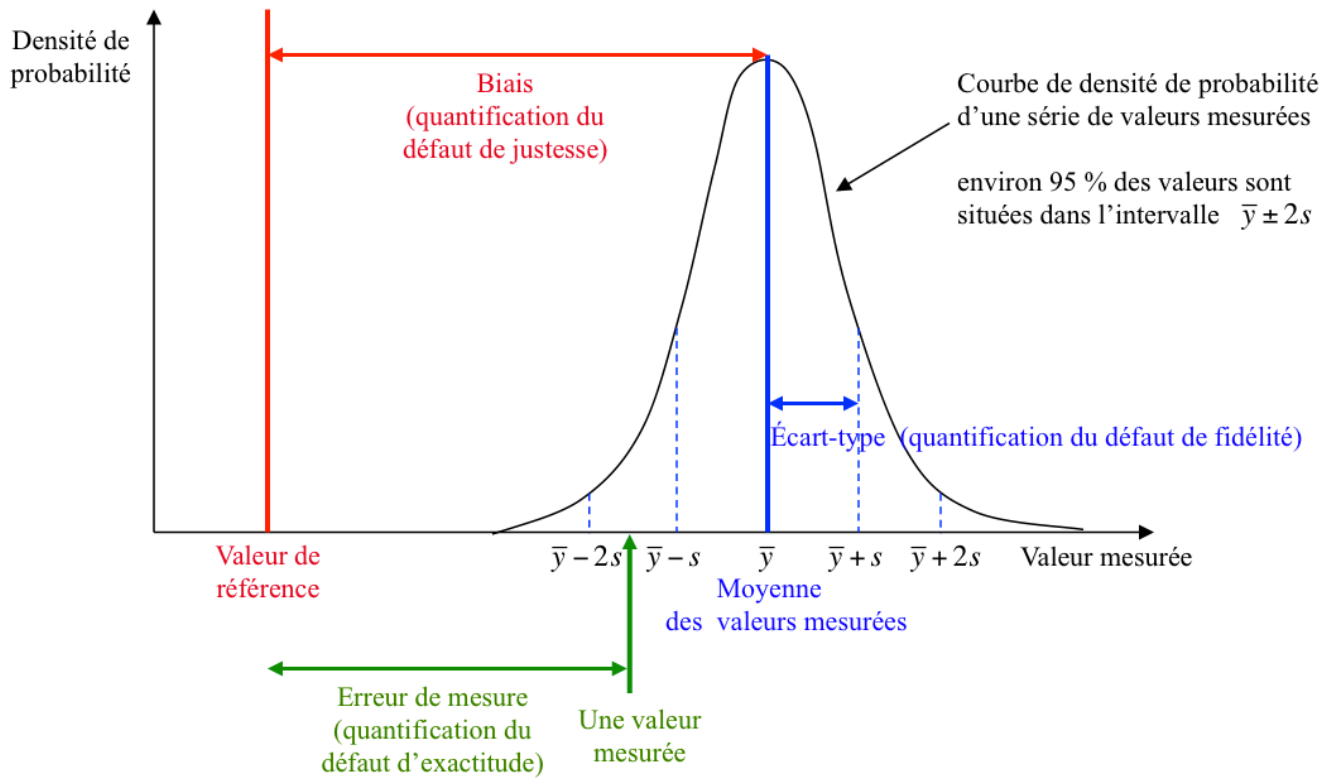
Le défaut de justesse est quantifié par l'écart entre la **MOYENNE d'une série de valeurs mesurées** et la valeur de référence ; cet écart est appelé biais.

L'exactitude de mesure est une qualité qui s'applique à **UNE valeur mesurée donnée**.

Le défaut d'exactitude **d'une mesure** s'évalue par l'écart entre **LA valeur mesurée** et la valeur de référence ; cet écart est appelé erreur de mesure.

 **ATTENTION** : *vocabulaire et concepts*

- Le terme français « précision » n'apparaît pas dans le VIM ; ce n'est pas un terme métrologique. Par contre, le terme anglais « *precision* » existe et se traduit en français par « fidélité ».
- Il est important d'utiliser correctement les trois termes « fidélité », « justesse » et « exactitude », qui correspondent à trois concepts différents.
- Dans le cas où il a été montré qu'une procédure (ou un appareil ou un système) de mesure est à la fois juste et fidèle, toute valeur mesurée obtenue sera alors exacte (aura une bonne exactitude) ; en effet, l'erreur de mesure n'est pas forcément nulle mais elle est faible c'est-à-dire acceptable selon les critères choisis.



Représentation de l'erreur de mesure, du biais et de l'écart-type

👉 Pourquoi utiliser la courbe de densité de probabilité correspondant à une loi normale ?

On utilise cette courbe parce que, dans la quasi-totalité des dosages réalisés avec une méthode normalisée résultant d'une combinaison de phénomènes aléatoires indépendants, la distribution des valeurs mesurées suit une loi normale.

👉 Et dans le cas particulier de la microbiologie des aliments ?

Cette courbe ne s'applique pas au cas des dénombrements en boîte de Petri pour les « faibles taux » ; la norme ISO/TS 19036 : 2006 / Amd 1 : 2009 indique : « Il est admis que le nombre d'unités formant colonie dans les boîtes de Petri suit la loi de Poisson. »...

Par contre, cette norme indique aussi : « Pour les comptages élevés... le terme de Poisson dépendant du nombre total de colonies comptées peut être ignoré ». La loi converge alors vers une loi normale.

Incertitude de mesure

« Paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées » (VIM).

👉 ATTENTION : il ne faut pas confondre incertitude et erreur

L'incertitude traduit le DOUTE sur la valeur attribuée au mesurande.

Or, dans le but d'avoir une erreur de mesure la plus faible possible, on essaie toujours de minimiser les erreurs aléatoires et systématiques (les erreurs grossières ne sont jamais prises en compte dans l'incertitude ; elles doivent être reconnues).

En conséquence, le **doute**, existant à cause des erreurs aléatoires et des erreurs systématiques éventuellement persistantes, même si on essaie de les réduire au maximum, est **quantifié par l'incertitude**.

Incertitude-type composée u_c

L'incertitude-type composée peut être déterminée par deux méthodes :

- évaluation INTRA-laboratoire ;
- évaluation INTER-laboratoires.

Dans le cas d'une évaluation INTRA-laboratoire

« Incertitude-type composée : incertitude-type obtenue en utilisant les incertitudes-type individuelles associées aux grandeurs d'entrée dans un modèle de mesure » (VIM).

Dans une procédure de mesure, différents facteurs peuvent influencer chaque grandeur d'entrée. À chacun des facteurs, on peut associer une incertitude-type sur la grandeur d'entrée, exprimée sous la forme d'un écart-type. On évalue ensuite l'incertitude-type globale sur le mesurande, appelée incertitude-type composée (u_c), en utilisant la loi de propagation des variances. Cette incertitude-type composée s'exprime dans l'unité du résultat correspondant.

Dans le cas d'une évaluation INTER-laboratoires

L'incertitude-type composée est déterminée globalement à partir des paramètres statistiques issus des essais dans les différents laboratoires.

Incertitude élargie U

« Produit d'une incertitude-type composée et d'un facteur supérieur au nombre 1.

Le facteur dépend du type de la loi de probabilité de la grandeur de sortie dans un modèle de mesure et de la probabilité de couverture choisie » (VIM).

L'incertitude élargie U est donc obtenue en multipliant l'incertitude-type composée par un facteur k appelé facteur d'élargissement, qui permet d'obtenir un intervalle correspondant à une probabilité de couverture choisie, autrement dit à un niveau de confiance choisi.

$$U = k \times u_c$$

Dans le cas d'un mesurage où la densité de probabilité suit une loi normale, l'incertitude-type composée ayant été évaluée dans ce contexte :

pour avoir un niveau de confiance de 0,950 (ou 95,0 %), le facteur d'élargissement est $k = 1,96$

pour avoir un niveau de confiance de 0,955 (ou 95,5 %), le facteur d'élargissement est $k = 2$.

On écrit couramment : pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 %, le facteur d'élargissement est $k = 2$

L'incertitude élargie fait partie intégrante du résultat de mesure (cf. § Expression du résultat de mesure).

 *Et si le facteur d'élargissement choisi était $k = 3$?*

Le niveau de confiance serait alors de 0,997 (ou 99,7 %).

Arrondissement de l'incertitude élargie et du résultat

- Pour l'incertitude-type composée u_c et pour l'incertitude élargie U , il est recommandé de conserver un ou deux chiffres significatifs selon les cas :
 - si le premier chiffre est 1, 2 ou 3 : garder DEUX chiffres significatifs (faire le calcul avec 3 chiffres et arrondir),
 - si le premier chiffre est 4 ou plus : garder UN SEUL chiffre significatif (faire le calcul avec 2 chiffres et arrondir).
- Pour l'arrondissement du résultat, le dernier chiffre significatif doit être à la même position décimale que le dernier chiffre de l'incertitude élargie.
- Tout arrondissement s'effectue selon la règle mathématique « au plus proche ».

Acceptabilité des valeurs mesurées

Expression du résultat de mesure

1. Vérifications conduisant à l'acceptabilité des valeurs mesurées

1.1. Condition préalable à l'utilisation d'une procédure de mesure

Une procédure de mesure ne peut être utilisée dans un laboratoire que si l'on a préalablement fait une étude de ses qualités dans le laboratoire lui-même, avec les systèmes de mesure dont dispose le laboratoire ; en particulier il faut avoir vérifié, par une étude statistique complète, que **cette procédure de mesure est juste et fidèle**.

De plus, chaque fois que cette procédure de mesure est utilisée, le laboratoire doit vérifier que son exécution est satisfaisante ; pour cela, on peut utiliser les deux types de vérifications ponctuelles présentés ci-dessous.

Il faut effectuer **dans la même série de mesurages** :

- un essai sur un étalon de contrôle ;
- un ou deux essais sur chacun des échantillons à doser.

1.2. Vérification de l'exactitude de mesure à l'aide d'un étalon de contrôle

1.2.1. Objectif

Vérifier si la valeur mesurée pour l'étalon de contrôle (y_{EC}) se situe, ou non, dans l'intervalle d'acceptabilité proposé pour celui-ci, afin de savoir si on peut accepter, ou non, la série des dosages réalisés dans les mêmes conditions.

1.2.2. Démarche

Lors de cette étude, le mesurage est mis en œuvre sur un étalon de contrôle de **valeur conventionnelle** connue (y_{ref}) accompagnée de son **incertitude-type** composée (u_{ref}) ou élargie (U_{ref}).

Il faut connaître l'**écart-type de reproductibilité** (s_R) de la procédure de mesure correspondant **au niveau de la valeur des échantillons** dosés (obtenu par des études inter-laboratoires).

Ensuite, à partir de s_R et u_{ref} , on peut définir un **intervalle d'acceptabilité** encadrant la valeur de référence.

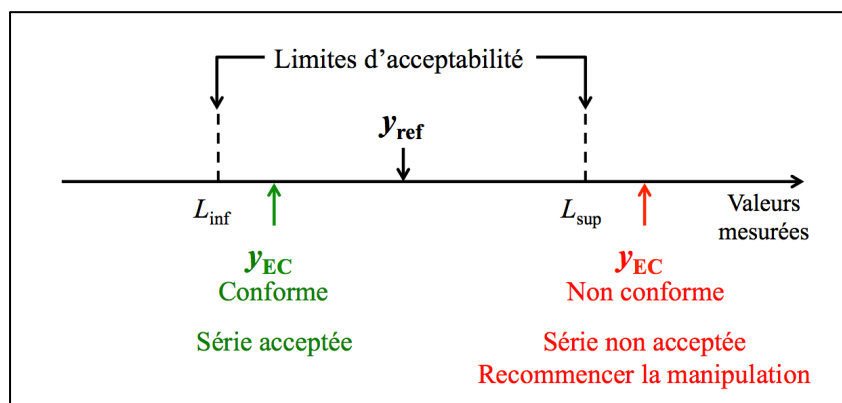
Selon le niveau de confiance choisi, on détermine alors les limites de cet intervalle :

$$\text{limite inférieure } L_{inf} = y_{ref} - k \times \sqrt{s_R^2 + u_{ref}^2}$$

$$\text{limite supérieure } L_{sup} = y_{ref} + k \times \sqrt{s_R^2 + u_{ref}^2}$$

Pour des élèves du cycle terminal, les limites d'acceptabilité peuvent être directement fournies.

La valeur mesurée obtenue pour l'étalon de contrôle y_{EC} doit appartenir à l'intervalle d'acceptabilité [L_{inf} ; L_{sup}].



Si la valeur mesurée y_{EC} appartient à l'intervalle d'acceptabilité :

- la valeur mesurée y_{EC} est **exacte** donc **conforme** ; on vérifie que l'exécution de la procédure de mesure est satisfaisante dans les conditions du jour ;
- en conséquence, les valeurs mesurées obtenues pour les échantillons inconnus dans la même série sont **acceptés**.

Si la valeur mesurée y_{EC} n'appartient pas à l'intervalle d'acceptabilité :

- la valeur mesurée n'est **pas exacte** donc **non conforme** ; l'exécution de la procédure de mesure n'est pas satisfaisante dans les conditions du jour ;
- en conséquence, les valeurs mesurées de toute la série ne sont **pas acceptées** ; il faut rechercher l'origine de la mauvaise exactitude et recommencer la manipulation (étalon de contrôle et série d'échantillons à doser).

Remarque

Les limites d'acceptabilité tiennent compte à la fois de la valeur de référence de l'étalon de contrôle et de l'écart-type de reproductibilité de la procédure. On a donc bien vérifié l'exactitude de la valeur mesurée pour l'étalon de contrôle (l'exactitude d'une valeur mesurée dépend des qualités de justesse et de fidélité de la procédure de mesure).

1.2.3. Exemples**Premier exemple**

- La valeur conventionnelle de l'étalon de contrôle (valeur de référence) est connue avec son incertitude élargie : $y_{ref} = (7,23 \pm 0,14) \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$, avec $k = 2$.
- La valeur mesurée obtenue lors d'un mesurage de cet étalon de contrôle au laboratoire est : $y_{EC} = 7,14 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- L'écart-type de reproductibilité s_R est : $0,32 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour ce niveau de concentration.

Calcul :

Pour un niveau de confiance d'environ 95 %, les limites de l'intervalle d'acceptabilité sont :

$$L_{inf} = 7,23 - 2 \times \sqrt{0,32^2 + 0,07^2} = 6,57 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1} \quad L_{sup} = 7,23 + 2 \times \sqrt{0,32^2 + 0,07^2} = 7,89 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$$

Pour des élèves du cycle terminal, les limites d'acceptabilité $6,57$ et $7,89 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ peuvent être directement fournies.

Comparaison : $(6,57 < 7,14 < 7,89) \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

La valeur mesurée y_{EC} est bien comprise dans l'intervalle d'acceptabilité.

Conclusion :

La **valeur mesurée** y_{EC} est exacte donc **conforme**.

On vérifie que l'exécution de la procédure de mesure est satisfaisante dans les conditions du jour.

En conséquence, les valeurs mesurées obtenues pour la série des **échantillons à doser sont acceptées**.

Second exemple

- La valeur conventionnelle de l'étalon de contrôle (valeur de référence) est : $y_{ref} = 4,31 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- L'incertitude-type composée sur la valeur de l'étalon (u_{ref}) est inconnue, ou considérée comme négligeable devant la valeur de l'écart-type de reproductibilité (s_R).
- La valeur mesurée obtenue lors d'un mesurage de cet étalon de contrôle au laboratoire est : $y_{EC} = 4,93 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- L'écart-type de reproductibilité s_R est : $0,29 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour ce niveau de concentration.

Calcul :

Pour un niveau de confiance d'environ 95 %, les limites de l'intervalle d'acceptabilité sont :

$$L_{inf} = 4,31 - 2 \times 0,29 = 3,73 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1} \quad L_{sup} = 4,31 + 2 \times 0,29 = 4,89 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$$

Pour des élèves du cycle terminal, les limites d'acceptabilité $3,73$ et $4,89 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ peuvent être directement fournies.

Comparaison : $(4,93 > 4,89) \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

La valeur mesurée y_{EC} n'est pas comprise dans l'intervalle d'acceptabilité.

Conclusion :

La **valeur mesurée** y_{EC} n'est pas exacte donc **non conforme**.

L'exécution de la procédure de mesure n'est pas satisfaisante dans les conditions du jour.

En conséquence, les valeurs mesurées obtenues pour la série des **échantillons à doser ne sont pas acceptées**.

Il faut rechercher l'origine de la mauvaise exactitude et recommencer la manipulation.

1.3. Vérification de la compatibilité métrologique dans le cas de deux essais effectués en répétabilité

1.3.1. Objectif

Cette démarche peut s'ajouter à la vérification à l'aide d'un étalon de contrôle ; dans ce cas, deux essais sont réalisés pour chaque échantillon inconnu.

En effet, plus le nombre d'essais est grand, plus la moyenne a de chances de se rapprocher de l'espérance mathématique donc plus cette moyenne est fiable.

1.3.2. Démarche

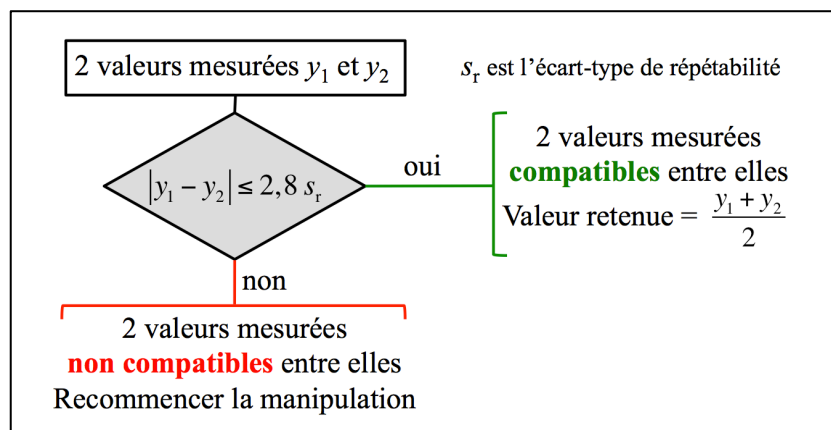
La démarche proposée est une adaptation de l'ISO 5725-6, simplifiée à l'usage des élèves.

Il faut connaître l'**écart-type de répétabilité** (s_r) de la procédure de mesure, correspondant **au niveau des valeurs mesurées** (obtenu par une étude inter-laboratoires).

Par définition, la **limite de répétabilité** (ou différence critique) est la limite maximale de l'écart entre deux valeurs mesurées.

Mathématiquement, lorsque la distribution des valeurs mesurées suit une loi normale, pour une probabilité d'environ 0,95, la **limite de répétabilité est égale à 2,8 s_r** .

Les élèves utiliseront donc cette limite de répétabilité pour vérifier si leurs valeurs mesurées obtenues en conditions de répétabilité sont compatibles selon le **logigramme** suivant :



Logigramme de compatibilité en répétabilité à 2 valeurs

« La valeur du coefficient 2,8, utilisé pour la détermination des limites de répétabilité se fonde sur l'hypothèse d'une loi normale entièrement définie avant d'obtenir tout résultat. De nombreux praticiens ont jugé convenable d'accepter une valeur de 3 sans perte d'information pour cette constante » (Norme ISO/TR 22971 : 2005).

Utilisation du logigramme

Lorsque les deux valeurs mesurées sont **compatibles** :

- elles sont **acceptées**
- la valeur retenue est la **moyenne**.

Lorsque les deux valeurs mesurées ne sont **pas compatibles** :

- elles ne sont **pas acceptées**
- il faut rechercher l'origine de la mauvaise répétabilité et recommencer la manipulation.

Remarques

On ne peut pas utiliser un logigramme de ce type pour vérifier l'acceptabilité des indications, sauf si ces indications sont elles-mêmes les valeurs mesurées, c'est-à-dire dans le cas d'une méthode de mesure directe.

Ce type de vérification ne prend en compte que la fidélité de la procédure de mesure. Elle s'ajoute à la vérification de l'exactitude de la valeur mesurée pour l'étalon de contrôle, mais ne la remplace pas.

1.3.3. Exemples**Premier exemple**

- Première vérification : la valeur mesurée obtenue pour l'étalon de contrôle est exacte ; la qualité de la procédure de mesure est vérifiée dans les conditions du jour.
- Écart-type de répétabilité : $s_r = 0,32 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour un niveau de concentration d'environ $0,05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- Valeurs mesurées obtenues :

$$c_1 = 0,051236 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \quad c_2 = 0,051245 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$$

Calculs :

- $c_1 - c_2 = 0,000\ 009 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} = 0,009 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
- $2,8 s_r = 0,896 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
- $0,009 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1} < 0,896 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

Conclusion : $c_2 - c_1 < 2,8 s_r$
 Les deux **valeurs mesurées** sont **compatibles**.
 La **valeur retenue** est la **moyenne** des deux valeurs mesurées.
 Valeur retenue : $c_{(X; \text{sol } Z)} = 51,241 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

C'est l'incertitude qui permet de fixer le nombre de chiffres significatifs. Tant que l'on n'en est pas à l'expression du résultat de mesure, on n'arrondit pas. En général, il suffit, à ce stade, de conserver 5 chiffres en écriture scientifique.

Second exemple

- Première vérification : la valeur mesurée obtenue pour l'étalon de contrôle est exacte ; la qualité de la procédure de mesure est vérifiée dans les conditions du jour.
- Écart-type de répétabilité : $s_r = 0,21 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour un niveau de concentration d'environ $0,05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Valeurs mesurées obtenues :

$$c_1 = 0,053036 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \quad c_2 = 0,053683 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$$

Calculs :

- $c_2 - c_1 = 0,000\ 647 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} = 0,647 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
- $2,8 s_r = 0,588 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
- $0,647 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1} > 0,588 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

Conclusion : $c_2 - c_1 > 2,8 s_r$
 Les **deux valeurs mesurées** ne sont **pas compatibles**.
 Il n'y a **pas de valeur retenue**.
 Il faut rechercher l'origine de la mauvaise répétabilité et recommencer la manipulation.

2. Expression du résultat de mesure

On dispose de la valeur retenue après vérification de l'exactitude de la valeur mesurée pour l'étalon de contrôle et après vérification de la compatibilité des valeurs mesurées entre elles si deux essais ont été effectués.

2.1. Démarche

L'expression du résultat final nécessite de connaître l'**incertitude-type composée**.

Pour atteindre un niveau de confiance d'environ 95 % (cas le plus fréquent) dans le cas où la distribution pour ce mesurage suit une loi normale, cette incertitude-type composée est multipliée par le **facteur d'élargissement $k = 2$** , ce qui permet d'obtenir l'**incertitude élargie** qui sera utilisée dans l'expression du résultat.

Pour l'arrondissement, se reporter au paragraphe « Arrondissement de l'incertitude élargie et du résultat ».

 *Quelles données doivent être fournies à l'élève afin qu'il puisse exprimer un résultat de mesure ?*

Pour la quasi-totalité des mesurages, il faut fournir :

- soit l'incertitude-type composée, le facteur d'élargissement k et le niveau de confiance associée ;
- soit directement l'incertitude élargie mais il faut toujours indiquer le facteur d'élargissement k et le niveau de confiance associé.

Pour un dénombrement microbien en boîtes de Petri, dans tous les cas (loi de Poisson ou convergence vers une loi normale), il faut fournir :

- directement l'incertitude élargie avec le niveau de confiance associé.

Il faut également fournir les informations nécessaires concernant la procédure de mesure.

2.2. Exemples appliqués aux cas où la loi de distribution est « normale »

Premier exemple

- Valeur retenue : $c_{(X; \text{sol Z})} = 0,22561 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Données :
 - Incertitude-type composée : $0,0008 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour un niveau de concentration jusqu'à $0,3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
 - Pour les incertitudes élargies, on utilisera un facteur d'élargissement $k = 2$ qui conduit à un niveau de confiance d'environ 95 %
- Calcul :

$U = 2 \times 0,0008 = 0,0016 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (deux chiffres significatifs conservés pour l'incertitude élargie dans ce cas)
- Expression du résultat :

- $c_{(X; \text{sol Z})} = (0,2256 \pm 0,0016) \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} = (225,6 \pm 1,6) \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Incertitude élargie d'un facteur 2 pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 %
- Résultat obtenu à partir de... (une valeur mesurée ou moyenne de deux valeurs mesurées)
- Toute autre information utile (méthode, conditions...).

Second exemple

- Valeur retenue : $c_{(X; \text{sol Z})} = 0,22561 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Données :
 - Incertitude-type composée : $0,0036 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ pour un niveau de concentration jusqu'à $0,3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
 - Pour les incertitudes élargies, on utilisera un facteur d'élargissement $k = 2$ qui conduit à un niveau de confiance d'environ 95 %
- Calcul :

$U = 2 \times 0,0036 = 0,0072 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ arrondi à $0,007 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (un seul chiffre significatif conservé pour l'incertitude élargie dans ce cas)

- Expression du résultat :

- $c_{(X ; \text{sol Z})} = (0,226 \pm 0,007) \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Incertitude élargie d'un facteur 2 pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 %
- Résultat obtenu à partir de... (une valeur mesurée ou moyenne de deux valeurs mesurées)
- Toute autre information utile (méthode, conditions...).

2.3. Exemple appliqué au cas des dénombrements microbiens en boîtes de Petri

- Valeur retenue : concentration en nombre d'unités formant colonie (UFC) dans la suspension S :

$$C_{N(\text{UFC} ; \text{suspension S})} = 1,2544 \times 10^7 \text{ mL}^{-1}$$

- Donnée :

- Incertitude élargie $U = 0,6 \times 10^7 \text{ mL}^{-1}$ pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 % et pour un niveau de concentration en nombre de l'ordre de 10^7 mL^{-1} .

- Expression du résultat :

- $C_{N(\text{UFC} ; \text{suspension S})} = (1,3 \pm 0,6) \times 10^7 \text{ mL}^{-1}$
- Incertitude élargie pour avoir un niveau de confiance d'environ 95 %.
- Toute autre information utile (méthode, conditions...).