



Les incertitudes de mesure : estimation et usage dans les laboratoires d'étalonnages, d'essais & LABM

MOURAD HAMDANI

JOURNÉE DE LA COMMUNAUTÉ DE L'ACCRÉDITATION DE L'OLAS

Luxembourg

12 OCTOBRE 2012

SOMMAIRE

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Quelques exemples de calcul d'incertitude

Mention des incertitudes dans les rapports

Incertitude & comparaison de résultats

Incertitude & déclaration de conformité

Risque client & risque fournisseur

Notion de capabilité

Quiz : Vrai ou Faux

Bibliographie



Les incertitudes de mesure - Pourquoi?



Mais ! Sans l'incertitude l'AVENTURE n'existerait pas

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Au moins, 4 quatre raisons :

- ✓ c'est exigé par les référentiels,
- ✓ exprimer un résultat avec l'incertitude, c'est du bon sens,
- ✓ ça permet de mieux connaître la méthode,
- ✓ c'est utile pour prendre des décisions
- ✓

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Exigence de l'accréditation

ISO/CEI 17025

§ 5.4.6.1 Un laboratoire d'étalonnages ou un laboratoire d'essais procédant à ses propres étalonnages doit disposer d'une procédure, qu'il doit appliquer pour estimer l'incertitude de mesure de tous les étalonnages et de tous les types d'étalonnage.

§ 5.4.6.2 Les laboratoires d'essais doivent aussi posséder et appliquer des procédures pour estimer l'incertitude de mesure.

ISO 15189

§ 5.6.2 Le laboratoire doit déterminer l'incertitude des résultats, dans les cas où cela est pertinent et possible.

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Exigence de l'accréditation

ISO CEI 10012*

7.3.1 : L'incertitude de mesure doit être estimée pour chaque processus de mesure couvert par le système de management de la mesure.

Les estimations de l'incertitude doivent être enregistrées. L'analyse des incertitudes de mesure doit être effectuée avant la confirmation métrologique des équipements de mesure et la validation du processus de mesure. Toutes les sources connues de variabilité de la mesure doivent être documentées.

Confirmation métrologique : ensemble d'opérations nécessaires pour assurer qu'un équipement de mesure répond aux exigences correspondant à l'utilisation prévue

*Exigences pour les processus et les équipements de mesure

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Une mesure est inéluctablement entachée d'erreurs

A titre d'exemples :

1) Lors de l'analyse d'un **même objet** (échantillon) **trois fois de suite, il est rare d'obtenir trois fois le même résultat.**

2) Cas de suivi d'un patient :

Glucose 07:00 = 4.9 mmol/L

Glucose 11:00 = 5,8 mmol/L;

La différence entre deux valeurs successives est-elle due :

à la variation analytique uniquement ?

ou également à un changement biologique, donc cliniquement significatif ?

Un résultat de mesure sans l'incertitude = Information Incomplète

Idéalement, un résultat d'analyse devrait indiquer la valeur mesurée associée à l'incertitude élargie

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Connaitre l'incertitude permet de mieux maîtriser la méthode

- Connaitre les sources les plus importantes de l'incertitude et, éventuellement, agir sur les sources d'erreurs afin de les réduire
 - S'assurer de l'adéquation de la méthode et des moyens de mesure par rapport aux spécifications
 - Mieux connaître la qualité des résultats et ainsi donner confiance à l'utilisateur,...

Les incertitudes de mesure - Pourquoi?

Donner un résultat avec son incertitude permet de prendre **décisions appropriées** :

- Comparaison des résultats de différents laboratoires,
 - Comparaison avec un résultat antérieur (suivi thérapeutique)
 - Déclaration de conformité avec des spécifications
 - Qualification/confirmation métrologique d'un équipement,
 - Qualification/habilitation des techniciens,..

Un peu de vocabulaire* & quelques notions

Incertitude : paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées.

Erreur de mesure : c'est la différence entre la valeur mesurée d'une grandeur et une valeur de référence.

Mesurande : grandeur que l'on veut mesurer.

* Vocabulaire International de Métrologie : **VIM - JCGM 200:2008**
www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_200_2008

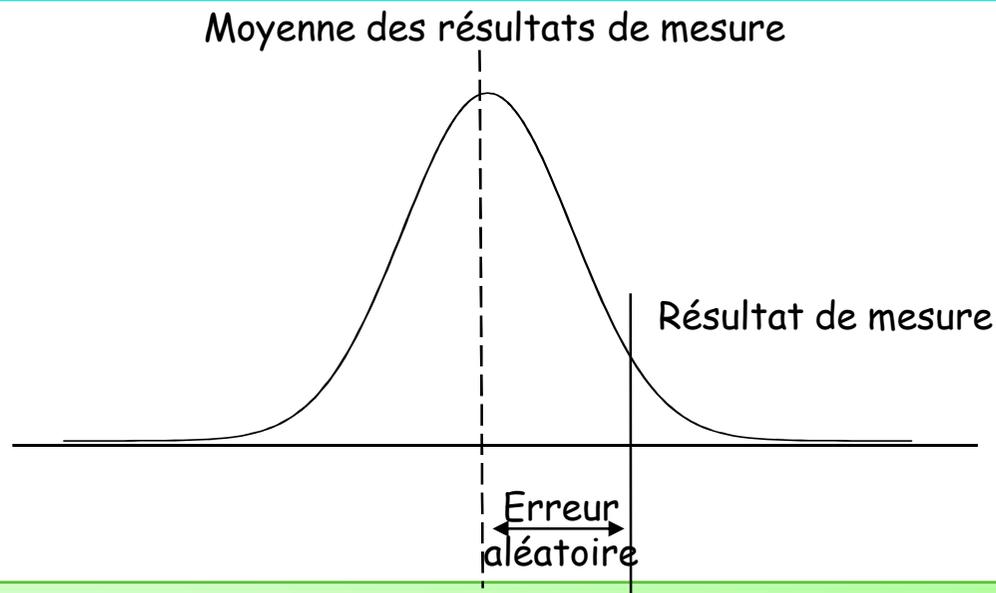
Un peu de vocabulaire & quelques notions

Valeur de référence : valeur d'une grandeur servant de base de comparaison pour les valeurs de grandeurs de même nature.

Note 1 : La valeur de référence peut être une valeur vraie d'un mesurande, et est alors inconnue, ou une valeur conventionnelle, et est alors connue.

Un peu de vocabulaire & quelques notions

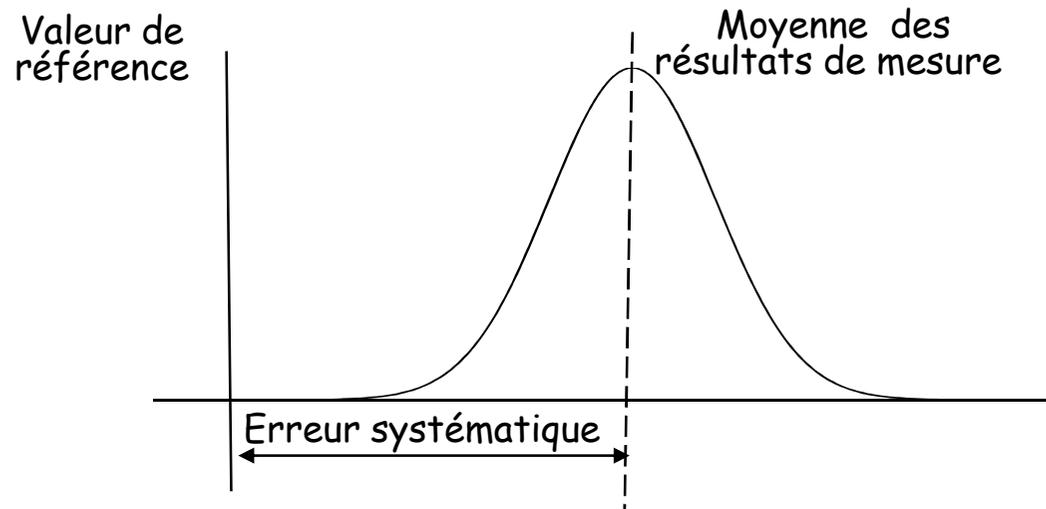
Erreur Aléatoire (*random error*): composante de l'erreur de mesure qui, dans des mesurages répétés, varie de façon imprévisible.



Les s erreurs aléatoires ne peuvent pas être éliminées.
Evaluation statistique.

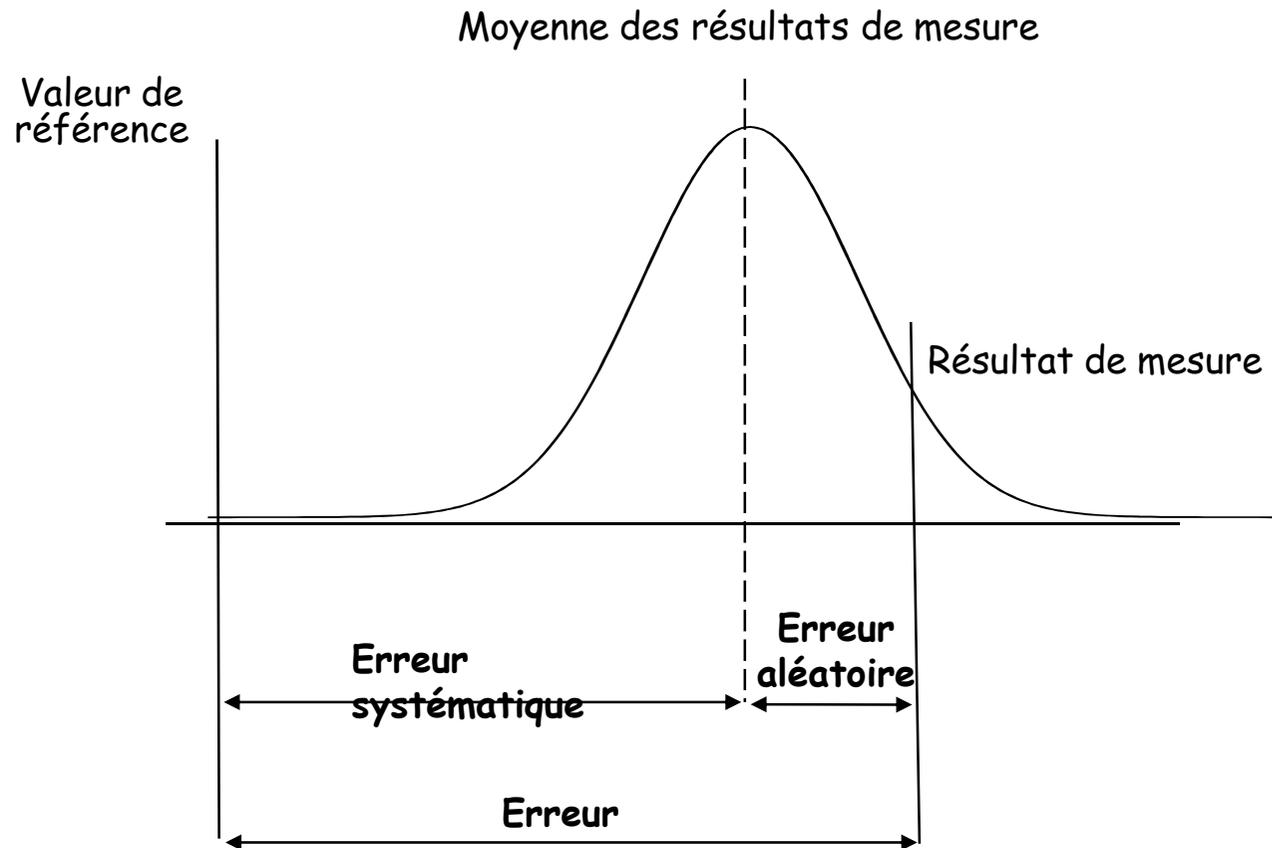
Un peu de vocabulaire & quelques notions

Erreur systématique (*systematic error*) : Composante de l'**erreur de mesure** qui, dans des **mesurages** répétés, demeure constante ou varie de **façon prévisible**.



L'erreur systématique et ses causes peuvent être connues ou inconnues.

Un peu de vocabulaire & quelques notions



Un peu de vocabulaire & quelques notions

Justesse (*trueness*) : étroitesse de l'accord entre la **moyenne** d'un nombre infini de valeurs mesurées répétées et **une valeur de référence**.

L'erreur de justesse est généralement exprimée en terme de **biais** (*bias*)
On peut appliquer une **correction** pour compenser l'erreur de justesse connue.

$$E_{justesse} = \bar{X} - X_{référence}$$

$$E_{justesse} \% = \frac{\bar{X} - X_{référence}}{X_{référence}} \times 100$$

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Fidélité (*precision*): 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**.

3 types de conditions :

- Répétabilité (*repeatability*)
- Fidélité intermédiaire (*intermediate precision*) (reproductibilité intra-laboratoire)
- Reproductibilité (*reproducibility*) (inter-laboratoires)

Ecart-type estimé : s

Coefficient de variation $CV : \frac{s}{X} \times 100$

Un peu de vocabulaire & quelques notions

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.

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.

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 sur le même objet ou des objets similaires.

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Exactitude (*accuracy*) : étroitesse de l'accord entre une valeur mesurée et une valeur vraie d'un mesurande.

Le terme « exactitude », appliqué à un ensemble de résultats, implique une combinaison de composantes aléatoires (fidélité) et d'une erreur systématique commune ou d'une composante biais (justesse).

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Fidélité et Justesse : Exemple d'application

Quatre instruments/méthodes A, B, C et D donnent les résultats ci-dessous lors de la mesure d'un **étalon de 10** xx (xx: unité de mesure).

	A	B	C	D
	9,15	10,15	7,80	9,98
	10,35	9,85	7,82	10,01
	8,70	10,10	7,81	9,99
	9,65	9,90	7,79	10,00
	8,90	10,00	7,78	10,02
Moyenne (xx)	9,35	10,00	7,80	10,00
E_{Justesse} (xx)	0,65	0	2,20	0
E_{Justesse} %	6,5	0	22	0
Ecart-type (xx)	0,66	0,13	0,02	0,02
Cof. de Var. (%)	7.1	1.3	0.2	0.2
Justesse	?	?	?	?
Fidélité	?	?	?	?

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Fidélité et Justesse : Exemple d'application

Quatre instruments/méthodes A, B, C et D donnent les résultats ci-dessous lors de la mesure d'un **étalon de 10** xx (xx: unité de mesure).

	A	B	C	D
	9,15	10,15	7,80	9,98
	10,35	9,85	7,82	10,01
	8,70	10,10	7,81	9,99
	9,65	9,90	7,79	10,00
	8,90	10,00	7,78	10,02
Moyenne (mm)	9,35	10,00	7,80	10,00
E_{Justesse} (mm)	0,65	0	2,20	0
E_{Justesse} %	6,5	0	22	0
Ecart-type (mm)	0,66	0,13	0,02	0,02
Cof. de Var. (%)	7.1	1.3	0.2	0.2
Justesse	Pas juste	Juste	Pas juste	Juste
Fidélité	Pas fidèle	Pas fidèle*	Fidèle	Fidèle

* Il convient de dire que B est moins fidèle que le C

Un peu de vocabulaire & quelques notions

Fidélité et Justesse : Exemple d'application

Quatre instruments/méthodes A, B, C et D donnent les résultats ci-dessous lors de la mesure d'un **étalon de 10** _{xx} (xx: unité de mesure).

	A	B	C	D
Moyenne (mm)	9,35	10,00	7,80	10,00
E _{Justesse} %	6,5	0	22	0
Cof. de Var. (%)	7.1	1.3	0.2	0.2



Et si vous avez à choisir
entre B et C,
Lequel prenez vous ?

Un peu de vocabulaire & quelques notions

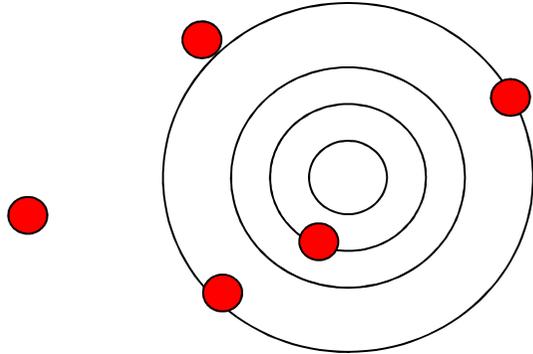
Fidélité et Justesse :

youpi

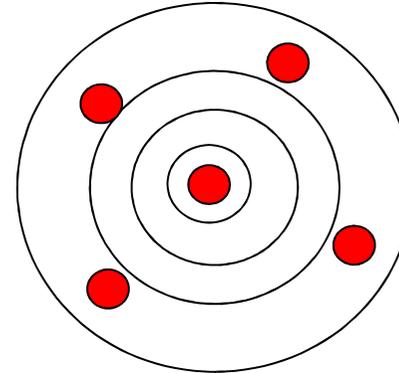
Pour celles et ceux qui préfèrent le visuel,
l'illustration avec la cible



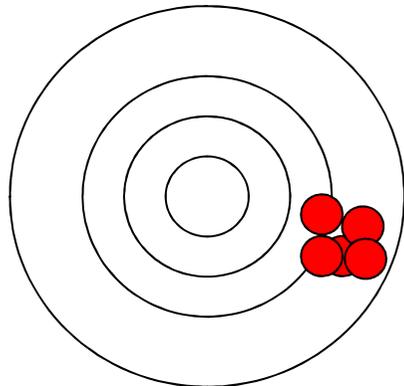
Un peu de vocabulaire & quelques notions



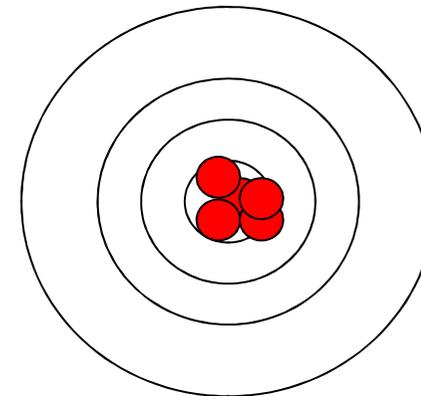
Ni juste, ni fidèle



juste, pas fidèle



Fidèle, pas juste



Juste & fidèle

Les incertitudes de mesure – Comment ?

ISO/CEI 17025

§ 5.4.6.3 Lorsqu'on estime l'incertitude de mesure, il faut prendre en compte, en utilisant des méthodes d'analyse appropriées, **toutes les composantes** de l'incertitude qui ont une **importance dans la situation** donnée.

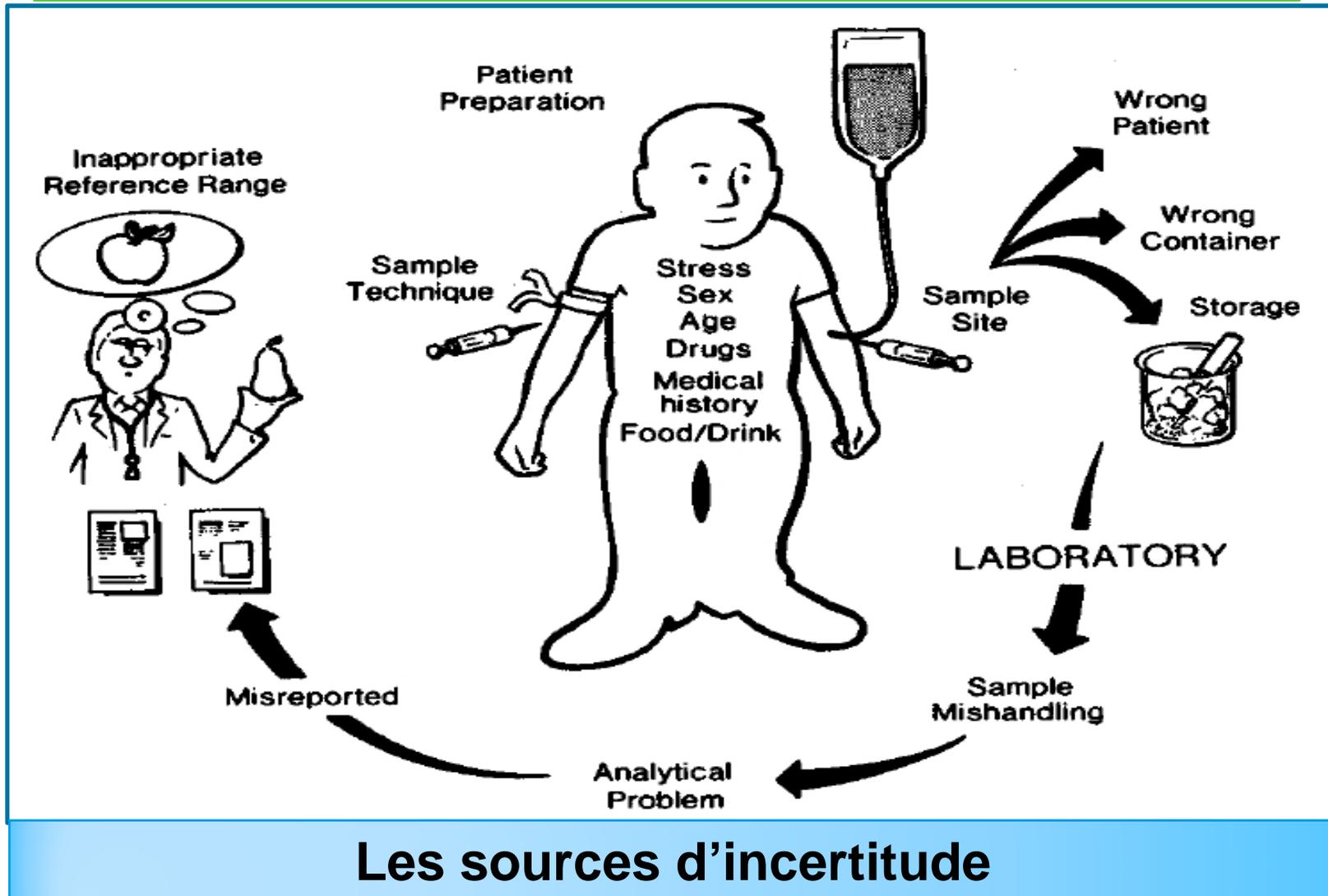
Note : Parmi les sources d'incertitude figurent, sans caractère d'exhaustivité, les étalons de référence et les matériaux de référence, les méthodes et l'équipement utilisés, les conditions ambiantes, les propriétés et la condition de l'objet soumis à l'essai ou étalonné, et l'opérateur.

ISO 15189

§ 5.6.2 **Toutes les composantes importantes** de l'incertitude doivent être prises en compte.

Les sources contribuant à l'incertitude peuvent inclure l'échantillonnage, la préparation des échantillons, la sélection des aliquotes d'échantillon, les calibrateurs, les matériaux de référence, les grandeurs d'entrée, l'équipement utilisé, les conditions environnementales, l'état de l'échantillon et les changements de manipulateur.

Les incertitudes de mesure – Comment ?



Les incertitudes de mesure – Comment ?

Méthodologie générale pour l'évaluation de l'incertitude*

1. Définition du mesurande (c'est en principe la grandeur à mesurer, mais éventuellement complétée par d'autres informations)
2. Analyse du processus de mesure : identification des sources d'erreurs et évaluation de leur importance (facteurs influents).
3. Estimation des incertitudes-types (expérimentale pour type A et exploitation des informations pour type B)
4. Combinaison des variances entre elles pour obtenir l'incertitude type composée.
5. Expression de l'incertitude de mesure (facteur d'élargissement $k = 2$).

* JCGM 100:2008(F) GUM 1995 : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure
http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_F.pdf

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Méthodologie générale pour l'évaluation de l'incertitude

Définition du mesurande

Recherche des causes d'erreurs (Brainstorming 5M & plan de maîtrise)

Estimation des incertitudes-type B
(exploitation des données)

Estimation des incertitudes-type A
(réalisation d'essais)

Estimation de l'incertitude composée
(loi de propagation des incertitudes)

Estimation de l'incertitude élargie (Expression du résultat final)

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Définition du mesurande - modèle mathématique

Le mesurande, c'est en principe la grandeur à mesurer, **mais** éventuellement complétée par d'autres spécifications : environnement, matrice, préparation particulière, expression du résultat,...)

Exemple 1 (cité dans le GUM) : Si l'on doit déterminer la **longueur nominale d'une barre d'acier au micromètre près**, sa **spécification** doit comprendre la **température et la pression auxquelles la longueur est définie**. Le mesurande peut alors être spécifié comme, par exemple, **la longueur de la barre à 25,00 °C et 101 325 Pa** (avec, en plus, tout autre paramètre de définition jugé nécessaire, tel que la manière de supporter la barre). Si l'on ne doit déterminer la longueur de la barre qu'au **millimètre près**, sa spécification ne **nécessitera pas** la définition d'une température, ou d'une pression, ou de tout autre paramètre.

Exemple 2 (pH des sols agricoles) : mesurage de pH avec une électrode en verre dans une suspension de **sol dilué à 1/5** (fraction volumique) **dans une solution de KCl à 1 mol/l** (pH KCl). Mesurage à réaliser à **20 ± 2° C**, résultat à exprimer à **0,1 unité de pH près**.

Exemple 3 (Triglycéridémie en LABM) : concentration de glycérol en mmol/l dans le sérum (ou plasma) après hydrolyse.

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Définition du mesurande - modèle mathématique

Mesure directe : Méthode de mesure dans laquelle la valeur d'une grandeur à mesurer est obtenue directement par un instrument de mesure, ou un matériel d'essais ou d'analyses.

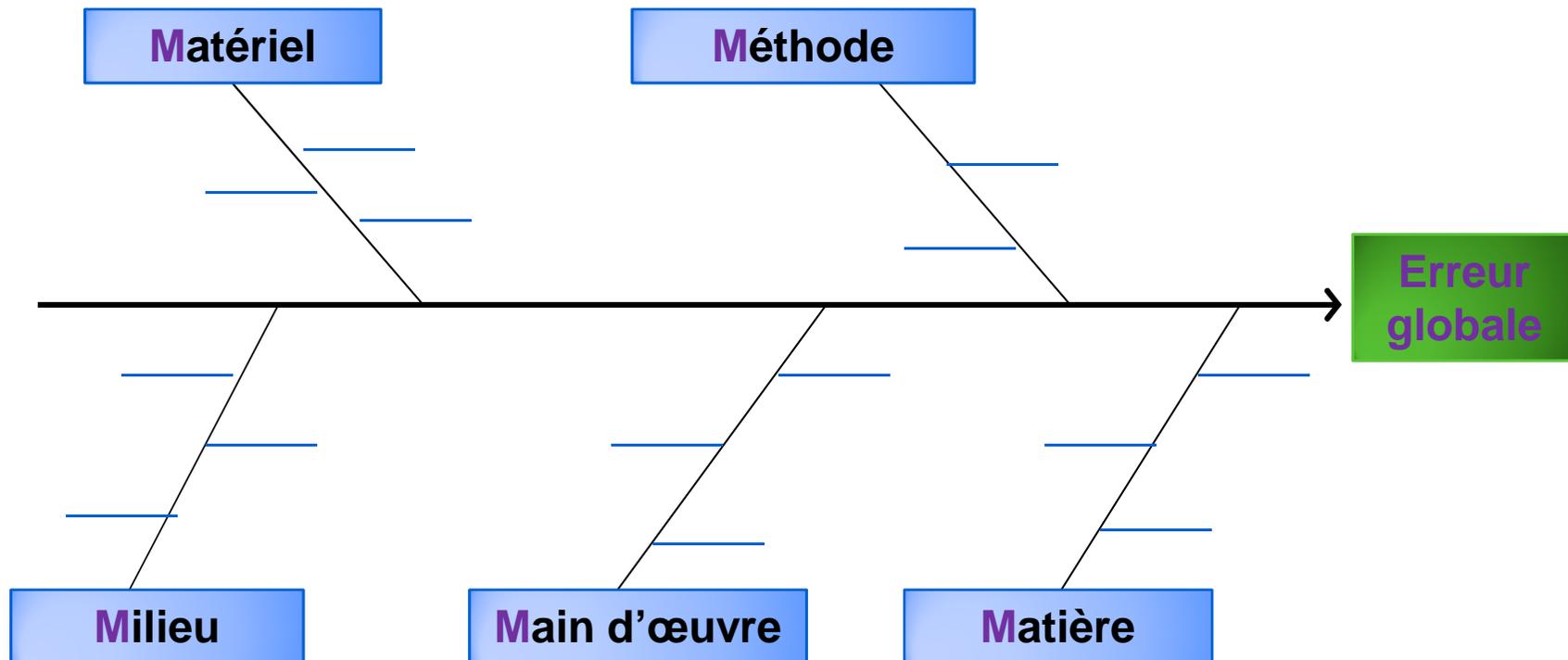
Mesure indirecte Méthode où la variable désirée est déterminée à partir d'autres variables mesurées.

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_k)$$

$$\text{Exemple: } C_{(\text{concentration})} = \frac{M_{(\text{Masse})}}{V_{(\text{Volume})}}$$

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Recensement des causes d'erreurs Les 5 M - causes-effet- **Ishikawa**



Recherche systématique et structurée pour identifier l'ensemble des sources d'erreurs et de définir le plan de maîtrise pour les facteurs influents.

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Recensement des causes d'erreurs : plan de maitrise

Sources d'incertitudes		Importance	Modalité de maîtrise	Evaluation
MAIN D'ŒUVRE				
MATERIEL				
MATIERE	Réactifs	**	Qualité analytique	Fidélité intermédiaire
	Calibrants	***	Cerificat d'analyse	u_B calibrant
	Echantillons	***	Conditions d'acceptations	Fidélité intermédiaire
METHODE	Calibrage	***	Validation de la gamme	u_B modèle
	Fidélité			Biais
	justesse			Biis
MILIEU AMBIANT				

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Evaluation des incertitudes-types B

Evaluation de type B (U_B) : évaluation d'une composante de l'incertitude de mesure par d'autres moyens qu'une évaluation de type A de l'incertitude.

Évaluation fondée sur des informations

Exemples :

- ✓ valeurs publiées faisant autorité,
- ✓ matériau de référence certifié,
- ✓ certificat d'étalonnage,
- ✓ dérive d'instrument,
- ✓ classe d'exactitude d'un instrument de mesure,
- ✓ Résolution des instruments,
- ✓ Lecture , arrondissement des résultats,.....

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Evaluation des incertitudes-types A

Evaluation de type A (u_A) évaluation d'une composante de l'incertitude de mesure par une analyse statistique des valeurs mesurées obtenues dans des conditions définies de mesurage.

Conditions de :

- répétabilité (étalonnage d'un instrument) : s_r
- fidélité intermédiaire : s_F Intermédiaire
- reproductibilité inter laboratoires : s_R Aptitude

Estimation des incertitudes-types A

Estimation de la fidélité intermédiaire s_{FI} selon l'ISO 5725

Plan d'expérience en intégrant les facteurs influents

p : nombre de séries 5 à 10

n : nombre de répétitions 2 à 3

Série -p-	Changement de conditions (variation des paramètres influents)				Répétition – n -		
	Milieu (jour)	Main d'œuvre	Matériel	Matière	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3
1	XX/XX/2011	Op 1	Mat 1	Lot 1	12,28	12,73	13,26
	XX/XX/2011	Op 2	Mat 2	Lot 2	12,22	12,05	12,11
2	XX/XX/2011	Op 3	Mat 1	Lot 1	11,95	12,07	11,32
.	XX/XX/2011	Op 1	Mat 2	Lot 2	12,29	12,21	12,15
.	XX/XX/2011	Op 2	Mat 1	Lot 1	12,18	12,09	12,17
p	XX/XX/2011	Op 3	Mat 2	Lot 2	11,85	10,73	11,82

s_r	$CV_r \%$
0,37	3,07

répétabilité

s_{FI}	$CV_{FI} \%$
0,53	4,39

fidélité intermédiaire

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Incertitude type-composée

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

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Estimation de l'incertitude composée Loi de propagation de l'incertitude

Cas de mesurage directe : Somme quadratique

$$u_c = \sqrt{\sum u_{Ai}^2 + \sum u_{Bi}^2}$$

Cas de mesurage indirecte : Modèle mathématique

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_k)$$

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^k \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u_{(xi)}^2 + 2 \sum_{i=1}^k \sum_{j=i+1}^k \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u_{(xi,xj)}$$

$\frac{\partial f}{\partial x_i}$: coefficient de sensibilité de y par rapport à x_i

$u_{(xi)}^2$: variance de x_i

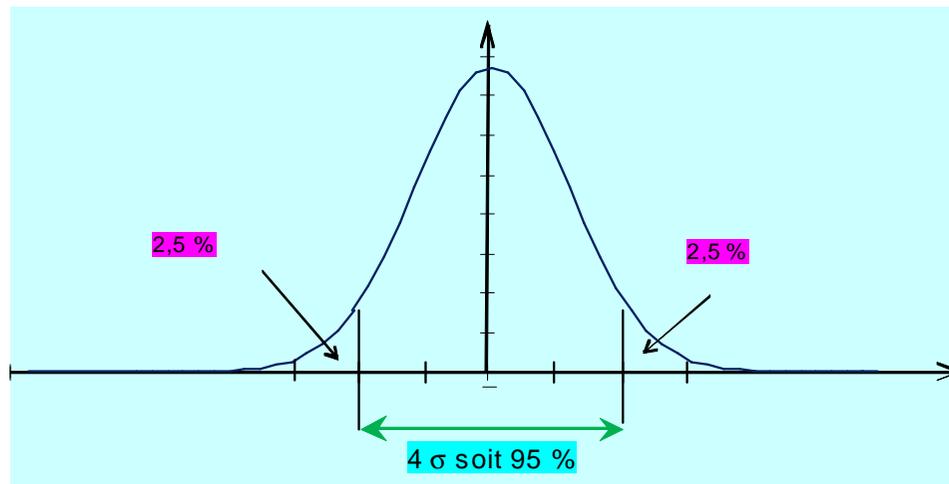
$u_{(xi,xj)}$: covariance entre x_i et x_j

Les incertitudes de mesure – Comment ?

Incertitude élargie

Incertitude élargie (U) : produit d'une incertitude-type composée et d'un facteur supérieur au nombre un.

$$U = \pm k \times u_c$$

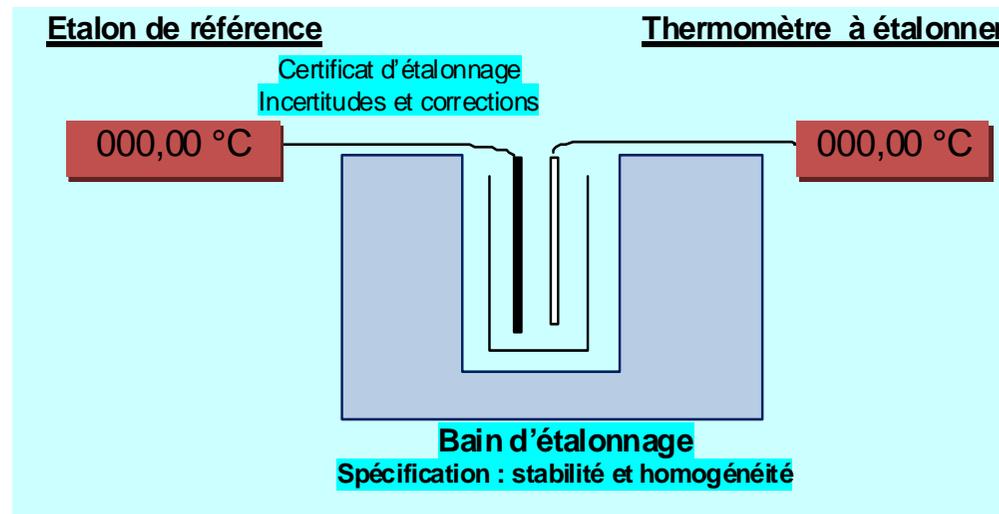


k : facteur d'élargissement

k=2 (probabilité de 95%)

Exemples de calcul d'incertitude

Étalonnage par comparaison d'un thermomètre



$$U = 2 \times u_c = 2 \times \sqrt{u_{\text{incertitude étalon}}^2 + u_{\text{résolution étalon}}^2 + u_{\text{bain}}^2 + u_{\text{résolution thermo}}^2 + \dots + s_{r \text{ thermo}}^2}$$

La composante résolution est incertitude de type B
selon une loi uniforme

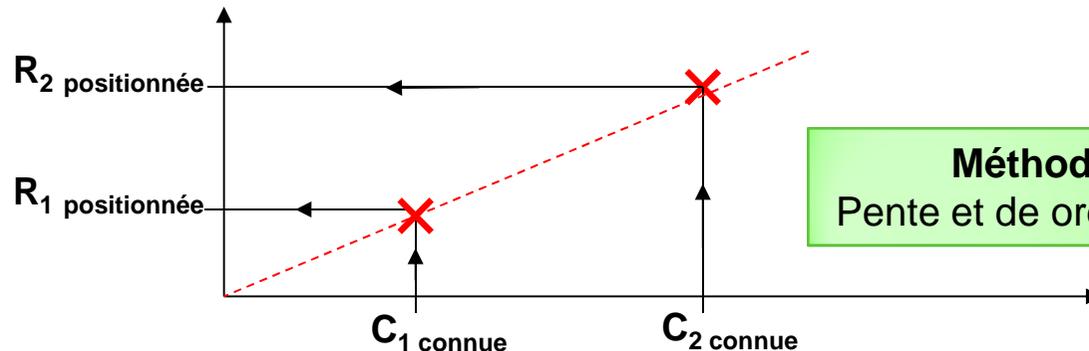
$$u_{\text{résolution}} = \frac{q}{2 \times \sqrt{3}} = \frac{0,01}{2 \times \sqrt{3}}$$

Exemples de calcul d'incertitude

Méthode d'analyse (automate) nécessitant un calibrage préalable

Calibrage (NF X 07 001) : Positionnement matériel de chaque repère (éventuellement de certains repères principaux seulement) d'un instrument de mesure en fonction de la valeur correspondante du mesurande.

Objectif : définir la courbe réponse d'un équipement



Méthode linéaire :
Pente et de ordonnée à l'origine

$$U = 2 \times u_c = 2 \times \sqrt{u_{\text{calibrant}}^2 + u_{\text{modèle de calibrage}}^2 + u_{\text{justesse}}^2 + \dots + s_F^2 \text{ intermédiaire}}$$

La composante calibrant est incertitude de type B
selon une loi normale

$$u_{\text{calibrant}} = \frac{U_{\text{calibrant}}}{2}$$

Exemples de calcul d'incertitude

L'approche inter-laboratoires

$$U = 2 \times \sqrt{u_{justesse}^2 + s_{R Aptitude}^2}$$

L'évaluation de l'incertitude type de justesse se base sur l'estimation d'un écart (biais) obtenu entre la moyenne des résultats de mesure et la valeur de référence :

- ✓ matériau de référence
- ✓ valeur fournie par une méthode de référence
- ✓ valeur provenant d'un essai inter-laboratoire
- ✓ méthode des ajouts dosés

$$u_{justesse} = \frac{\bar{X} - X_{référence}}{\sqrt{3}}$$

Cas où le biais est maîtrisé
et/ou négligeable

$$U = 2 \times s_{R Aptitude}$$

Mention des incertitudes sur les rapports

Les rapports d'essais ISO/CEI 17025

5.10.3.1 : Les rapports d'essai doivent inclure les éléments suivants, lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats d'essai:

b) s'il y a lieu, une déclaration de conformité/de non-conformité aux exigences et/ou spécifications ;

c) s'il y a lieu, une déclaration relative à l'incertitude de mesure estimée ; l'information relative à l'incertitude est **nécessaire dans les rapports d'essai** :

- lorsqu'elle est importante pour la validité ou l'application des résultats d'essai,
- les instructions du client l'exigent,
- lorsque l'incertitude affecte **la conformité aux limites d'une spécification**.

Mention des incertitudes sur les rapports

Les certificats d'étalonnages

ISO/CEI 17025

5.10.4.1 les certificats d'étalonnage doivent inclure les éléments suivants, lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats d'étalonnage :

b) l'incertitude de mesure et/ou une déclaration de conformité à une spécification métrologique définie ou à certains articles de celle-ci ;

5.10.4.2 Lorsque des déclarations de conformité sont établies, l'incertitude de mesure doit être prise en compte

Le document EA-4/02

6.1 Dans les certificats d'étalonnage, le résultat complet d'un **mesurage**, à savoir l'estimation y du mesurande et l'incertitude élargie associée U , **doit être donné** sous la forme ($y \pm U$)

Mention des incertitudes sur les rapports

Les certificats d'étalonnages

EXTRAIT D'UN CERTIFICAT D'ÉTALONNAGE

N°2012-XX/XXXX

Identification	Masse Nominale	Masse Conventionnelle	Incertitude (k=2)
ZK MH 01	100 g	100,000 03 g	0,08 mg
ZK MH 02	200 g	200,000 2 g	0,20 mg
ZK MH 03	500 g	500,001 g	2 mg
ZK MH 04	1 Kg	1,000 002 kg	2 mg

Les incertitudes élargies mentionnées sont celles correspondant à deux incertitudes types. Les incertitudes types ont été calculées en tenant compte des différentes composantes d'incertitudes, étalons de référence, moyens d'étalonnage, conditions d'environnement, contribution de l'instrument étalonné, répétabilité.

Mention des incertitudes sur les rapports

LABM/ISO 15189

Compte rendu des résultats

5.8 k s'il y a lieu, il convient de fournir **sur demande** des informations sur la **limite de détection et l'incertitude** de mesure.

Procédures analytiques

5.5.3 Outre des identificateurs pour la maîtrise des documents, il convient que la **documentation comprenne**, s'il y a lieu, les éléments suivants:

- k) le principe de la méthode de calcul des résultats, **incluant l'incertitude** de mesure;
- l) les **intervalles de référence** biologiques;
- m) **l'étendue des valeurs** susceptibles d'être observées pour les résultats des analyses;
- n) les **valeurs d'alerte ou critiques**, si nécessaire

Incertitude & comparaison de résultats

Test de l'écart normalisé E_N

Exemple 1 : 66 est-il égal à 72 ?

Laboratoire A : résultat $X_A \pm U_A$
Laboratoire B : résultat $X_B \pm U_B$

$$E_N = \left| \frac{X_A - X_B}{\sqrt{U_A^2 + U_B^2}} \right| < 1$$

Si $E_N < 1$: il n'y a pas de différence significative entre les deux résultats (niveau de confiance de 95%)

Si $E_N > 1$: l'écart entre les deux résultats est significatif

Incertitude & comparaison de résultats

Test de l'écart normalisé E_N

Exemple 1 : 66 est-il égal à 72 ?

Cas n° 1

Laboratoire A : résultat : 66 ± 6 g/l
Laboratoire B : résultat : 72 ± 8 g/l

$$E_N = \left| \frac{66 - 72}{\sqrt{6^2 + 8^2}} \right| = ?$$

Conclusion : ?

Cas n° 2

Laboratoire A : résultat : $66 \pm 0,6$ g/l
Laboratoire B : résultat : $72 \pm 0,8$ g/l

$$E_N = \left| \frac{66 - 72}{\sqrt{0,6^2 + 0,8^2}} \right| = ?$$

Conclusion : ?



Incertitude & comparaison de résultats

Test de l'écart normalisé E_N

Exemple 1 : 66 est-il égal à 72 ?

Cas n° 1

Laboratoire A : résultat : 66 ± 6 g/l
Laboratoire B : résultat : 74 ± 8 g/l

$$E_N = 0,8$$

Conclusion : La différence entre les deux résultats n'est pas significative

Cas n° 2

Laboratoire A : résultat : $66 \pm 0,6$ g/l
Laboratoire B : résultat : $74 \pm 0,8$ g/l

$$E_N = 8$$

Conclusion : La différence entre les deux résultats est significative



Incertitude & comparaison de résultats



Il vaut mieux avoir
approximativement raison
que précisément tort*

* Citation de **John Maynard Keynes** - Economiste et financier Anglais (1883-1946)
“It is better to be approximately right than precisely wrong”

Incertitude & comparaison de résultats

Test de l'écart normalisé E_N

Exemple 2 : Cas de suivi d'un patient : Glucose

07:00 = 4.9 mmol/L

11:00 = 5,8 mmol/L;

Incertitude $U = 0,6$ mmol/l

La différence entre deux valeurs successives est-elle due à la variation analytique uniquement ? ou également à un changement biologique, donc cliniquement significatif ?

$$E_N = \left| \frac{X_2 - X_1}{\sqrt{U^2 + U^2}} \right| = \left| \frac{X_2 - X_1}{\sqrt{2 \times U^2}} \right| < 1$$

Soit

$$|X_2 - X_1| < \sqrt{2} \times U$$



$$|5,8 - 4,9| < \sqrt{2} \times 0,6$$

Conclusion : ?

Incertitude & comparaison de résultats

Test de l'écart normalisé E_N

Exemple 2 : Cas de suivi d'un patient : Glucose

07:00 = 4.9 mmol/L

11:00 = 5,8 mmol/L;

Incertitude $U = 0,6$ mmol/l

La différence entre deux valeurs successives est-elle due à la variation analytique uniquement ? ou également à un changement biologique, donc cliniquement significatif ?

$$E_N = \left| \frac{X_2 - X_1}{\sqrt{U^2 + U^2}} \right| = \left| \frac{X_2 - X_1}{\sqrt{2 \times U^2}} \right| < 1$$

Soit

$$|X_2 - X_1| < \sqrt{2} \times U$$

$$|5,8 - 4,9| < \sqrt{2} \times 0,6$$

0,9 n'est pas < 0,85

Conclusion : Compte tenu de l'incertitude de mesure, la différence entre les deux résultats est significative (au seuil de probabilité de 95%).

il s'agit vraisemblablement d'un changement biologique

Incertitude & déclaration de conformité ?

L'incertitude peut être utilisée (prise en compte) lors de la déclaration de conformité par rapport à des spécifications.

La **spécification** englobe la tolérance à ne pas dépasser; le seuil à atteindre ou la zone de valeurs acceptables : norme, réglementation, client, ...

Incertitude & déclaration de conformité ?

Exemples de spécification :

1- Critères de potabilité des eaux (Règlement grand-ducal du 7 octobre 2002)

Nitrates ≤ 50 mg/l ; pH $\geq 6,5$ et $\leq 9,5$

2- Les valeurs de référence en biologie médicale*

Adulte : CREATININE : 7,0 à 13 mg/L; GLUCOSE A JEU : 0,74 à 1,06 g/L

3- Protection des travailleurs contre l'amiante (Règlement grand-ducal du 4 juillet 2007) : limite de 0,1 fibre par cm^3 mesurée par rapport à une moyenne pondérée dans le temps sur 8 heures.

4- Classe d'exactitude des masses (R111 de l'OIML)

Pour 1 kg : EMT 0,5 mg en Classe E1 et EMT = 500 mg en Classe M3

5- Erreurs maximales tolérées pour les pipettes à volume fixe (ISO 8655-2)

1000 μl : EMT systématique 0.8 % 8.0 μl EMT aléatoire 0.3 %, 3.0 μl

* Sont généralement indiquées dans le compte rendu. Ne pas confondre avec les seuils de décision clinique qui correspondent aux limites au delà desquelles, une décision clinique, thérapeutique ou autre est programmée

Incertitude & déclaration de conformité ?

Biologie médicale

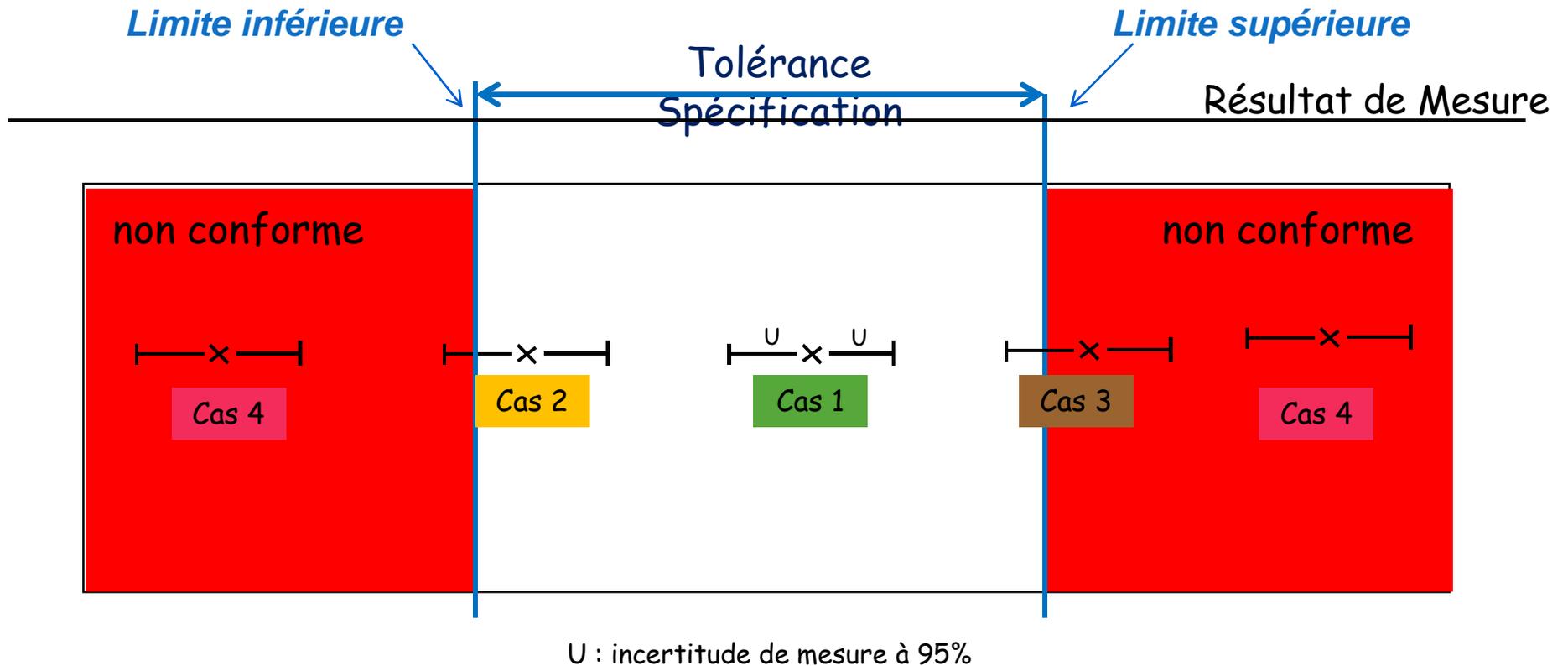
Spécifications pour la fidélité, la justesse et l'erreur totale calculées à partir des variations biologiques selon RICOS *et al.*

Analyte	Variation biologique		Limite souhaitable			Limite optimale			Limite minimale		
	CVw	CVg	I %	B %	TE%	I %	B %	TE%	I %	B %	TE%
Calcium	1,9	2,8	1	0,8	2,4	0,5	0,4	1,2	1,4	1,3	3,6
Hémoglobine	2,8	6,6	1,40	1,79	4,10	0,70	0,90	2,05	2,10	2,69	6,15
Plaquettes	9,1	21,9	4,55	5,93	13,44	2,28	2,96	6,72	6,83	8,89	20,15

Les objectifs analytiques concernant l'imprécision (I%), le biais (B%), et l'erreur totale (TE%) sont établis en fonction des variations biologiques intra-individuelles (CVw) et inter-individuelles (CVg) du paramètre considéré.

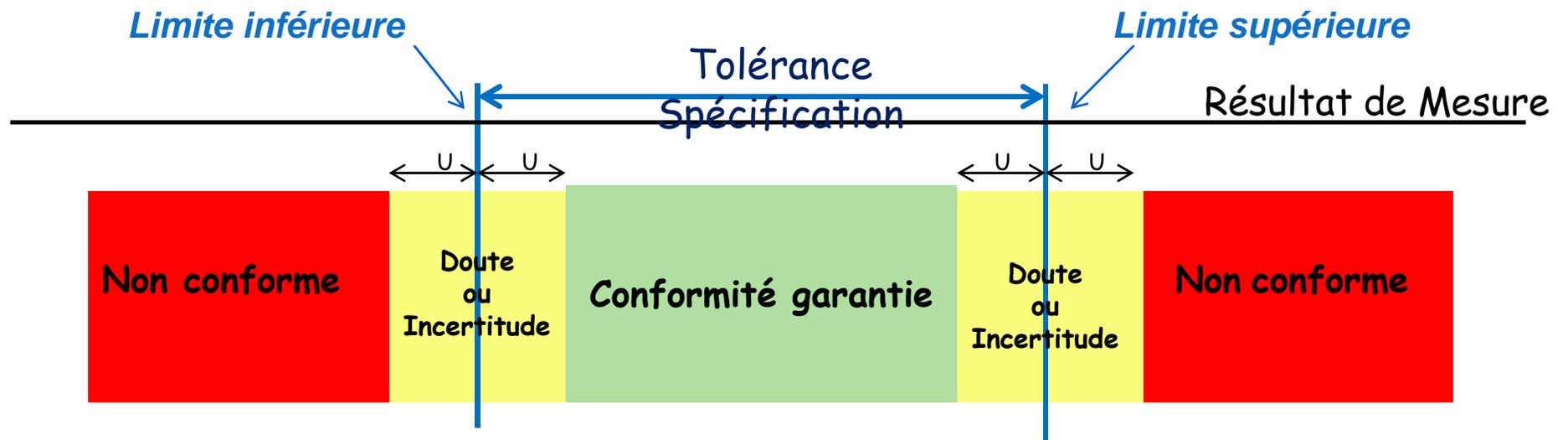
Le terme imprécision, "I" désigne l'estimation de la fidélité.

Incertitude et déclaration de conformité



ILAC-G8 : 4 Cas de décision

Incertitude et déclaration de conformité

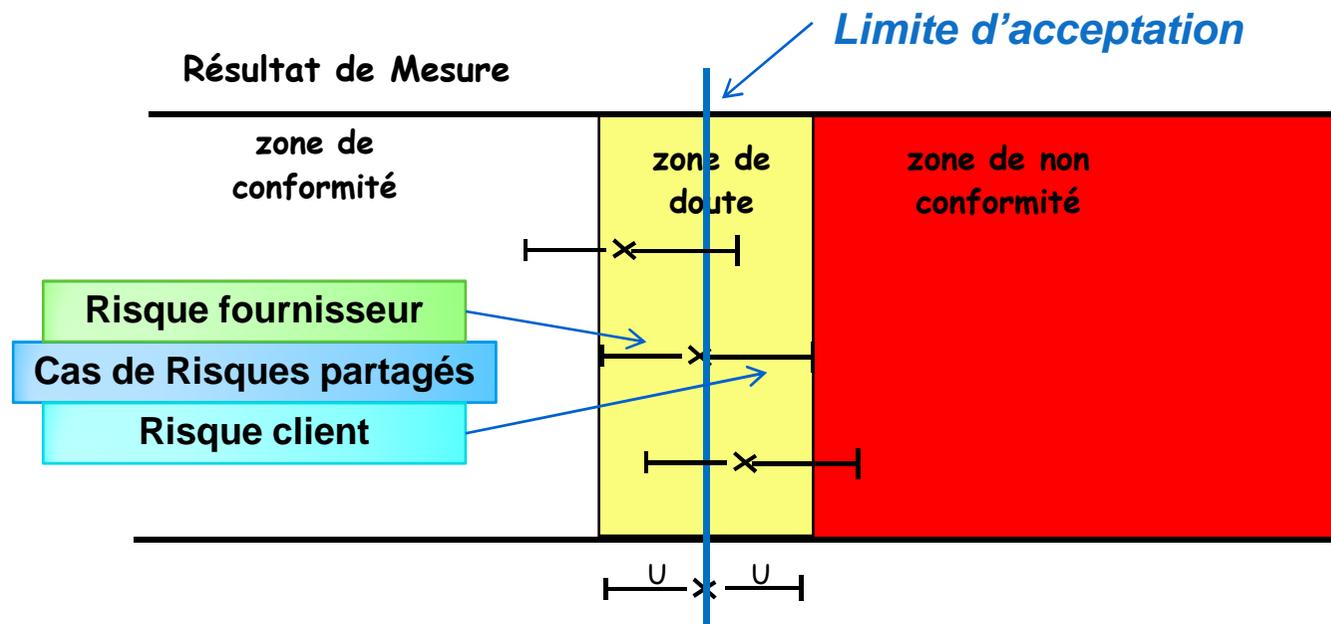


ISO 14253 : distinction de 3 Zones

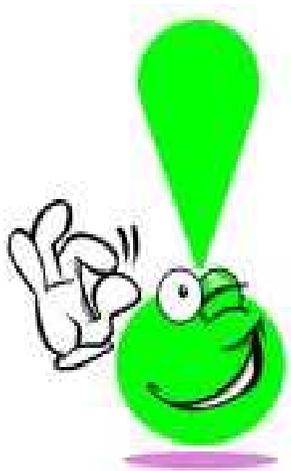
Incertitude & déclaration de conformité ?

La zone de doute est inéluctable, il n'est pas possible de statuer sur la conformité du résultat sans prise de risque. On distingue 2 types de risque : rejeter un produit conforme et réciproquement accepter un produit qui ne l'est pas.

- **Risque fournisseur (1^{ère} espèce)** : risque du fournisseur de se voir refuser un bon produit (déclarer à tort que le produit est non conforme, *Faux Positif en Qualitative*)
- **Risque de client (2^{nde} espèce)** : risque du client d'accepter un produit de qualité inacceptable (déclarer à tort que le produit est conforme, *Faux Négatif en Qualitative*)



Incertitude et déclaration de conformité



Être incertain est être
inconfortable, mais être
sûr est d'être ridicule*.

* Variante Chinoise de la citation d'Aristote
« Le doute est le début de la sagesse »

Incertitude & déclaration de conformité ?

Dans le cas ou le laboratoire est amené à donner une déclaration de conformité , la décision dépend de :

- ✓ La spécification
- ✓ Le résultat de mesure
- ✓ L'incertitude de mesure affectant le résultat
- ✓ Le choix du niveau de risque accepté
- ✓ Les règles de décision

En pratique, quelques difficultés :

- ✓ Indisponibilité ou définition insuffisante de la spécification;
- ✓ Evaluation représentative de l'incertitude (prise en compte de l'effet matrice, estimation de l'incertitude au niveau de la spécification,...)
- ✓ Absence ou méconnaissance du niveau de risque et des règles de décision

Situation à clarifier lors de la revue de contrat

Incertitude & déclaration de conformité

Exemples de mention de déclaration sur les rapports

L'échantillon xx analysé le YY est conforme à la spécification ZZ*

*** Pour déclarer ou non la conformité, il n'a pas été tenu compte de l'incertitude associée au résultat.**

L'instrument XX est conforme à sa classe d'exactitude définie dans le texte YY*

*** Pour déclarer la conformité l'intervalle de spécification a été réduit de la valeur de l'incertitude associée au résultat .**

Par exemple, pour le classement d'une masse :

$$M_n - (EMT - U) \leq M_c \leq M_n + (EMT - U)$$

Incertitude & déclaration de conformité

**Risque
Fournisseur**



Contrôle de vitesse : l'incertitude de mesure est déduite pour déclarer la conformité des automobilistes à la réglementation



Risque client

Incertitude & déclaration de conformité



H u m o u r A f r i c a i n

Quelle incertitude pour quelle tolérance ? Notion de capabilité d'un processus de mesure

La capabilité d'un processus de mesure est définie comme étant le rapport entre la tolérance à vérifier (T : différence entre les valeurs minimale et maximale de la spécification) et l'incertitude de mesure (U)

$$C = \frac{T}{U}$$

C=4 : Valeur couramment utilisée (zone de conformité = T/2)

C≤2 : Pas de zone de conformité

C>10 : Incertitude considérée négligeable

C≈0 : Processus inadapté ou tolérance trop restrictive

Exemple : Les échantillons doivent être transportés entre 2 et 8 °C.

Tolérance = 6 °C

Pour une capabilité C = 4, l'incertitude de la méthode de transport = 1,5°C

QUIZ : Vrai ou Faux ?

L'incertitude

- | | V | F |
|--|--------------------------|--------------------------|
| 1.c'est demandé par la qualité | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 2.c'est exigé par l'auditeur de l'OLAS | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 3.c'est obligatoire pour les étalonnages et pas pour les analyses | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 4.le client a posé la question mais sans plus | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 5.après tout, pourquoi pas ! Tout monde fait des erreurs | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 6.c'est comme tout, ça peut servir un jour ou l'autre | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 7.c'est déjà fait par un stagiaire, mais on ne l'utilise pas | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 8.c'est le doute sur la validité du résultat | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 9.c'est l'intervalle autour de la valeur mesurée contenant la valeur vraie | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 10.doit être la plus petite possible | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 11.le biais exprime l'erreur de fidélité | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 12.une méthode juste donne un résultat exact | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 13.l'incertitude type est équivalente à un écart type | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 14.l'incertitude composée = somme quadratique des incertitudes types | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 15.l'incertitude élargie = l'incertitude la plus large possible | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 16.dans les rapports on indique l'incertitude composée | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 17. k (coef. d'élargissement) = 2 pour un niveau de confiance de 95 % | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 18.l'écart normalisé sert à déclarer la conformité | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 19.la capabilité sert à comparer les résultats de 2 laboratoires | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| 20. l'incertitude doit être déduite lors de la déclaration de conformité | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

Bibliographie

- [1] JCGM 200:2008 : Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)
- [2] JCGM 100:2008 : Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure
- [3] EA-4/02 : Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration
- [4] EA-4/16: EA Guideline on the Expression of Uncertainty in Quantitative Testing
- [5] ILAC G8 : Guidelines on assessment and reporting of compliance with specifications
- [6] NF ENV 13005 Normes fondamentales - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure.
- [7] Annexe OLAS A016 : Traçabilité des résultats de mesure aux étalons nationaux et internationaux
- [8] Annexe OLAS A011 : Guide sur la vérification et la validation des méthodes d'essais et d'étalonnage selon l'ISO/CEI 17025
- [9] OIML R 111-1 : Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3.
- [10] ISO/CEI 17025 : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais

Bibliographie

- [11] ISO 15189 : Laboratoires d'analyses de biologie médicale- Exigences particulières concernant la qualité et la compétence
- [12] ISO 10012 : Systèmes de management de la mesure – Exigences pour les processus et les équipements de mesure.
- [13] ISO 5725 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures-
- Partie 1 : principes généraux et définitions
- [14] ISO 5725 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures-
- Partie 2 : [détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode](#)
- [15] ISO 14253-1 Spécification géométrique des produits (GPS). Vérification par la mesure des pièces et des équipements de mesure. Partie 1 : règles de décision pour prouver la conformité ou la non-conformité à la spécification.
- [16] NF X50-141-1 : Relations clients-fournisseurs – Qualité des démonstrations –
Partie 1 : bases de la démarche et choix du type de démonstration
- [17] NF X50-141-2 : Relations clients-fournisseurs – Qualité des démonstrations –
Partie 2 : Lignes directrices pour demander et organiser des essais.
- [18] Current databases on biological variation : pros, cons and progress, C. Ricos, V. Alvarez, F. Cava, J.V. Garcia-Lario, A. Hernandez, C.V. Jimenez, J. Minchinela, C. Perich, M. Simon, Scand J Clin Lab Invest 1999, 59 : 491-50

MERCI POUR VOTRE ATTENTION



DES QUESTIONS ?