

# LA MÉTROLOGIE : UNE NÉCESSITÉ

**Prérequis** : statistique descriptive : loi normale et ses paramètres associés, statistique inférentielle

## 1 - Le vocabulaire de la métrologie

Étymologiquement, la métrologie est la science de la mesure. Mesurer, c'est attribuer, à une propriété observée, une valeur numérique en la comparant à un étalon, directement ou indirectement. D'après M. GIACOMO, BIPM, c'est l'ensemble des connaissances qui permettent de donner la signification de la mesure » (sa qualité).

L'expression de cette grandeur comprend 3 éléments indissociables : une valeur numérique, une unité, une incertitude. La grandeur que l'on veut mesurer est la *mesurande*, l'action de mesurer est le *mesurage*. En effet, le terme *mesure* dans le langage courant confond le résultat obtenu avec l'action réalisée pour l'obtenir. La valeur "vraie" d'une mesure ne peut pas être connue ; seule, la répétition de la mesure permet d'estimer cette valeur utopique. Le résultat obtenu est entaché d'une certaine incertitude. L'expression de la mesure  $X$  doit être la suivante:

$$\text{Résultat} = X \pm U(X) \text{ (unité),}$$

$U(X)$  peut être :

- un écart-type statistique
- un multiple d'écart-type (coefficient d'élargissement :  $k$  (par défaut  $k=2$ ))
- la demi-largeur d'un intervalle de confiance déterminée avec :
  - l'incertitude absolue  $U(x)$  qui a la même unité que  $X$
  - l'incertitude relative  $Ur = \frac{U(x)}{X}$  qui est un nombre sans dimension (souvent exprimée en pourcentage)
  - l'incertitude élargie qui est  $U = k U$  ( $k=2$  le plus souvent)
  - l'intervalle de confiance :  $2 U$ , qui contient la plupart des résultats de mesure.

## Vocabulaire de la métrologie

| Notions relatives aux           | Vocabulaire                | Définitions  |
|---------------------------------|----------------------------|--|
| <b>résultats obtenus</b>        | grandeur                   | Attribut d'un phénomène, d'un corps ou d'une substance, qui est susceptible d'être distingué qualitativement et déterminé quantitativement. Ex : pression de vapeur  |
|                                 | mesurande                  | Grandeur particulière soumise à mesurage exemple pression de vapeur d'un échantillon d'eau à 20°C  |
|                                 | mesurage                   | Ensemble d'opérations ayant pour but de déterminer une valeur d'une grandeur   |
|                                 | grandeur d'influence       | Grandeur qui n'est pas le mesurage mais qui a un effet sur le résultat du mesurage   |
|                                 | exactitude de mesure       | Étroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et une valeur vraie du mesurande (concept qualitatif)   |
|                                 | incertitude de mesure      | Paramètre associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient être raisonnablement attribuées au mesurande (concept quantitatif)   |
|                                 | répétabilité               | Étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure   |
|                                 | reproductibilité           | Étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages du même mesurande, mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesure.  |
|                                 | erreurs maximales tolérées | Valeurs extrêmes d'une erreur tolérées par les spécifications, règlements, etc. pour un instrument de mesure donné.  |
| <b>opérations métrologiques</b> | ajustage                   | Opération destinée à amener un instrument de mesure à un état de fonctionnement convenant à son utilisation (automatique, semi-automatique ou manuel)  |
|                                 | calibrage                  | Positionnement matériel de chaque repère (éventuellement de certains repères principaux seulement) d'un instrument de mesure en fonction de la valeur correspondante du mesurande  |
|                                 | étalonnage                 | Ensemble des opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs de la grandeur indiquées par un appareil de mesure ou un système de mesure, ou les valeurs représentées par une mesure matérialisée ou par un matériau de référence, et les valeurs correspondantes de la grandeur réalisées par des étalons. |
|                                 | réglage                    | Ajustage utilisant uniquement les moyens mis à la disposition du manipulateur  |
| <b>équipements de mesure</b>    | étalon                     | Mesure matérialisée, appareil de mesure, matériau de référence ou système de mesure destiné à définir, réaliser, conserver ou reproduire une unité ou une ou plusieurs valeurs d'une grandeur pour servir de référence.  |
|                                 | Justesse                   | Aptitude d'un instrument à donner des indications exemptes d'erreur systématique   |

Certains métrologues conviennent aujourd’hui, que la métrologie est la science de la mesure associée à son incertitude. Cette discipline a beaucoup évolué et ne date pas d’aujourd’hui.

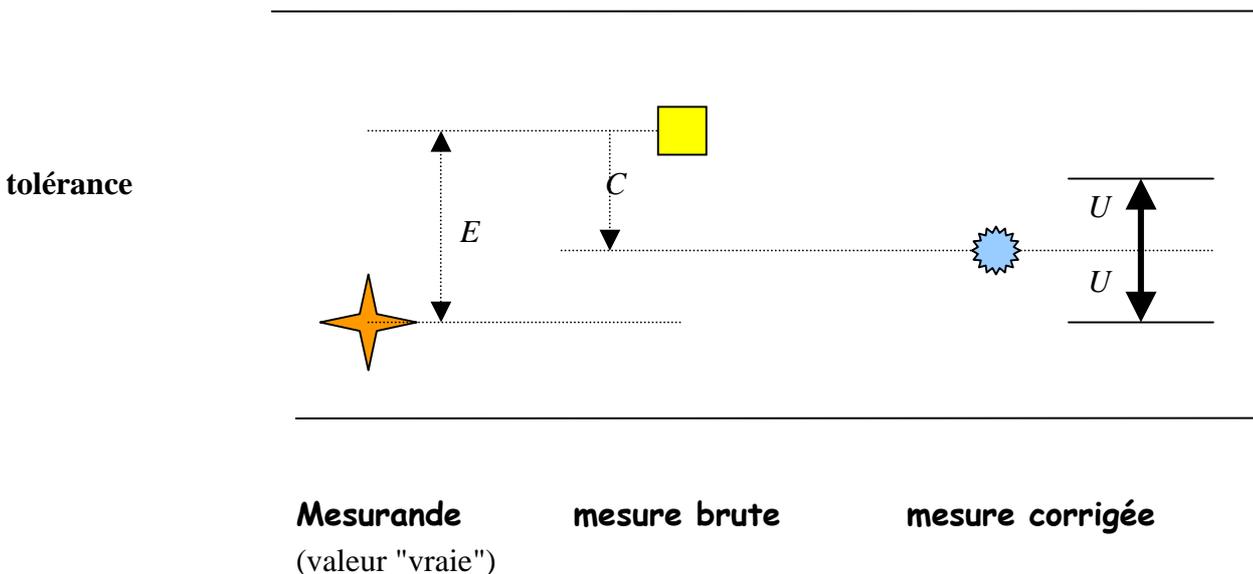
Historique de la métrologie :

| Dates | Événements  |
|-------|---|
| 1795  | Instauration du système métrique en France  |
| 1875  | Création du BIPM : convention du mètre  |
| 1955  | Création de l’OIML (métrologie légale)  |
| 1960  | Création du système international (SI)  |
| 1969  | Création du BNM (coordonner et animer la métrologie, agréer et habilitier les laboratoires d’étalonnage)                          |
| 1994  | Création du GIP BNM (groupement d’intérêt public chargé de la politique nationale en métrologie)                                  |
| 1994  | Création du COFRAC (comité français pour l’accréditation, en particulier des laboratoires d’étalonnage et d’essais)               |
| 2002  | Collège Français de métrologie (forum national d’échanges techniques en métrologie)   |
| 2005  | LNE (Laboratoire National d’Essais) reprend les missions du BNM et change de nom (Laboratoire National de Métrologie et d’Essais) |

**2 - La fonction métrologique**

Dans l’exemple de la réalisation des analyses en microbiologie alimentaire chez X ,le Correspondant Qualité applique, de retour de formation, une méthode rigoureuse pour repérer les équipements existants et ceux qu’il sera nécessaire d’acquérir. Il procède d’abord à un inventaire des équipements entrant dans la réalisation des essais, puis ceux qui seront indispensables au suivi de ces mêmes équipements. Pour cela, il est nécessaire de connaître les besoins métrologiques associés, définis en fonction des tolérances décrites par les différents protocoles analytiques ou les exigences de l’accréditation. Enfin, il pourra choisir les équipements de raccordement capables de garantir la fiabilité des mesures obtenues au laboratoire.

Schéma 4 : objectif métrologique



*E* erreur de mesure  
*C* correction  
*U* incertitude de mesure

### 3 - Inventaire des équipements

Chez X, le CQ repère les différents équipements intervenant aux différentes étapes de l'analyse de microbiologie alimentaire. Ainsi, une enceinte climatique doit permettre le stockage des échantillons à réception, la pesée nécessite une balance et un poste de stérilité (hotte à flux laminaire ou poste de sécurité microbiologique), l'ensemencement, la manipulation de volumes (tube avec 9 mL de diluant stérilisé à l'autoclave et mesurés par un distributeur de milieu, des pipettes stériles mesurant en général 1 mL), le coulage d'un milieu gélosé issue d'un bain-Marie à 47°C, les boîtes de Petri obtenues sont ensuite incubées dans des étuves à une température donnée, en fonction du type de flore microbienne recherchée. Le comptage des colonies est réalisé par les techniciens (d'autres laboratoires possèdent des ensemencement spiral et des systèmes de lecture optique).

Le CQ repère ainsi l'existence de deux grands types d'équipements :

- Les équipements de mesure, dont la fonction est de délivrer un résultat qui est une mesure (sondes de température ou thermomètres, balance, distributeur de milieu, pH-mètre et pipettes)
- Les équipements d'essais qui ont un impact sur la qualité du résultat, mais ne donnant pas de mesure (autoclave, étuve, bain-marie).

#### Tolérances associées aux équipements de l'entreprise X en microbiologie alimentaire

| Équipements   | Tolérances  |   |
|---|---|---|
|   | ISO 7218 (2)  | ISO 6887-1(3)   |
| Enceinte frigorifique                                       | ± 2°C   |   |
| Balance/ pesée  | ± 0,01g (EMT)*  | ± 5%  |
| Hotte à flux laminaire                                      | < 4000 particules/m <sup>3</sup><br>Particules de diamètre >0,5µm |   |
| Volume dilutions après autoclavage (distributeur de milieu) | ± 2 % (tubes de dilution)   | ± 5 % (suspension-mère)                                     |
| pH-mètre  | ± 0,1 unité pH (EMT)*   | ± 0,1 unité pH (EMT)*<br>± 0,2 unités sur pH milieu stérile |
| Autoclave   | ± 1°C, en plateau   |   |
| Volume des pipettes   |   | ± 5 %   |
| Bain-Marie  | ± 2 °C  |   |
| Étuve 37°C  | ± 1 °C  |   |

\* erreur maximale tolérée sur l'équipement

### 4 - Besoins métrologiques

L'objectif suivant pour le CQ sera de définir quels sont ces besoins en matière d'équipements de contrôle pour assurer la qualité raisonnable des mesures obtenues par ses équipements. À chaque utilisation d'un équipement de mesure est associée une tolérance définie comme les *limites aux variations d'une grandeur*. Cette tolérance ( $T$ ) peut avoir été calculé par un fabricant (exemple erreur maximale tolérée sur une balance, appelée également échelon de vérification  $e = \pm 0,1$  g), ou être exigée dans un protocole analytique (exemple, pesée au mg près). L'équipement de contrôle qui mesure le respect de cette tolérance doit avoir une incertitude  $U_c$  telle que :

$$\frac{T}{U_c} \leq \frac{1}{4} \text{ à } \frac{1}{10}$$

**Exemple :** La balance dont l'échelon de vérification est  $e = \pm 0,1$  g (soit un intervalle d'amplitude de 0,2 g), doit être surveillée avec une masse étalon d'incertitude comprise entre 0,02 et 0,05g.

## 5 - Opérations métrologiques

Le suivi métrologique (cf schéma 4 *Fonction métrologique* et tableau 6 des besoins métrologiques X) qui s'ensuit n'est constitué que de comparaisons ininterrompues des équipements en place avec des équipements de mesure d'incertitudes de plus en plus petites.

Au sein du laboratoire X, le CQ devra donc réaliser des opérations métrologiques de deux principaux types : quantitative (étalonnage) et/ou qualitative (vérification).

- L'étalonnage (cf tableau 6 vocabulaire) est une comparaison entre deux matériels dont l'un constitue une référence (incertitude la plus faible) ; l'étalonnage se concrétise donc par un calcul d'incertitude associé à l'équipement étalonné, reporté dans un certificat d'étalonnage. Un pH-mètre dans lequel sont enregistrés deux valeurs repères (pH<sub>4</sub> et pH<sub>7</sub>) est un équipement calibré et non étalonné. L'incertitude de l'équipement étalonné sera toujours plus grande que celle de la référence puisque toujours amplifiée par les conditions environnementales (grandeurs d'influence, pression atmosphérique), l'équipement utilisé pour la comparaison (exemple : balance pour un étalonnage de masse). C'est la loi de propagation des incertitudes qui cumulent les facteurs d'incertitude (variances).
- La vérification est une opération non définie dans le vocabulaire international de métrologie mais qui l'est selon la norme ISO 9000 : *confirmation par des preuves tangibles que les exigences spécifiées ont été satisfaites*. En métrologie, la vérification correspond à une décision de conformité ou non de l'équipement au vu de résultats montrant que les mesures obtenues restent dans des limites tolérées. Une balance fait l'objet d'un étalonnage chez son fabricant, elle ne sera que vérifiée par la plupart des laboratoires utilisateurs. Dans l'exemple précédent, la balance à  $\pm 0.1$  g sera caractérisée conforme pour chaque test prouvant que les fluctuations des valeurs pesées restent dans la limite fixée de 0,2 g. La masse posée sur la balance pour cette vérification (appelée *étalon de travail*) sera étalonnée grâce à une autre masse (étalon de référence) d'une incertitude 4 à 10 fois moindre.

La fréquence de réalisation de ces opérations métrologiques dépendant directement de la fréquence d'utilisation de l'équipement, il est de la responsabilité du CQ de la déterminer. Un facteur constant  $k$  de multiplication du temps est couramment appliqué dans les laboratoires. Ainsi, si une balance est vérifiée tous les 6 mois, la masse étalon de travail sera étalonnée tous les ans et la masse de référence, le sera tous les 2 ans ( $k=2$ ). En réalité,  $k$  peut être augmenté ou diminué en fonction des résultats de vérification et/ou d'étalonnage.

Le CQ doit maintenant se préoccuper de la gestion de ses étalons de référence, acquis par un choix efficient, tenant compte de tous les équipements à gérer au quotidien et de tous les étalonnages et vérifications à assumer. Les étalons de référence étant manipulés, ils peuvent également présenter une dégradation de leur incertitude. Pour le vérifier, il faut donc les comparer régulièrement à d'autres étalons d'incertitude plus petite, détenus en général par des laboratoires sous-traitants.

## 6 - Sous-traitance métrologique :

Ces comparaisons successives d'étalons conditionnent la traçabilité métrologique dont l'objectif final est le raccordement des étalons de référence du laboratoire aux étalons nationaux et internationaux qui sont au nombre de 7.

### Étalons métrologiques fondamentaux (loi du 16 juin 1970 modifiée, sur les unités, étalons et instruments de mesure)

| Grandeur                    | Unité      | Symbole | Définition   | Incertitude approximative associée | Laboratoire primaire                                      |
|-----------------------------|------------|---------|--|------------------------------------|---|
| Longueur                    | Mètre      | m       | Le mètre est la longueur parcourue dans le vide, par la lumière pendant une durée de $\frac{1}{299\,792\,458}$ seconde   | $\pm 10^{-10}$                     | Institut national de métrologie (BNM/INM/CNAM)            |
| Masse                       | Kilogramme | kg      | Le kilogramme est égal à la masse du prototype en platine iridié international   | $\pm 10^{-7}$                      | Institut national de métrologie (BNM/INM/CNAM)            |
| Temps                       | Seconde    | s       | Durée de 9 192 631 770 périodes de la radiation correspondant à la transition entre les deux niveaux hyperfins de l'état fondamental de l'atome de césium 133  | $\pm 10^{-12}$                     | Laboratoire primaire du temps et des fréquences           |
| Température thermodynamique | Kelvin     | K       | Fraction $\frac{1}{273,16}$ de la température thermodynamique du point triple de l'eau   | $\pm 0,1\text{mK}$                 | Institut national de métrologie (BNM/INM/CNAM)            |
| Quantité de matière         | Mole       | mol     | Quantité de matière d'un système contenant autant d'entités élémentaires qu'il y a d'atomes dans 0,012 kg de carbone 12  | $\approx 10^{-3}$                  | Service des matériaux de référence (BNM/LNE)              |
| Intensité lumineuse         | Candela    | cd      | C'est l'intensité lumineuse, dans une direction donnée, d'une source qui émet un rayonnement monochromatique de fréquence $540 \cdot 10^{12}$ Hertz et dont l'intensité énergétique dans cette direction est $\frac{1}{683}$ W par stéradian.  | $\approx 10^{-4}$                  | Institut national de métrologie (BNM/INM/CNAM)            |
| Courant électrique          | Ampère     | A       | C'est l'intensité d'un courant électrique constant qui, maintenu dans deux conducteurs parallèles, rectilignes, de longueur infinie, de section circulaire négligeable et placés à une distance de 1 mètre l'un de l'autre dans le vide, produit par mètre de longueur entre ces conducteurs une force égale à $\frac{2}{10\,000\,000}$ de la force donnant à 1 kg une accélération de 1 mètre par seconde carrée. | $\approx 10^{-10}$                 | Laboratoire central des industries électriques (BNM/LCIE) |

Les organismes chargés d'intervenir dans ce domaine appartiennent à deux principales catégories :

- Ceux de métrologie légale : chargés de gérer, dès la révolution industrielle les équipements de mesure entrant dans le cadre d'une transaction commerciale (exemple : tapis de pesage en production pour le poids des quenelles qui seront vendues aux consommateurs). Il s'agit de l'OIML, Organisation Internationale de Métrologie Légale, qui légifère au niveau international (par exemple, elle définit les conditions de vérification du tapis peseur) et l'interlocuteur du CQ sera un inspecteur de la DRIRE (Direction Régionale de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement).
- Ceux de métrologie scientifique : chargés de gérer les chaînes d'étalonnage qui s'appuient sur plusieurs laboratoires nationaux de métrologie (en particulier le BNM-LNE, laboratoire national d'essai et de métrologie), dont les principales missions sont de réaliser, d'améliorer et de conserver les références nationales, définies par rapport au système international d'unités (BIPM, Bureau International des Poids et Mesures).

Ces laboratoires raccordent directement les références des Centres d'étalonnages agréés (CetA), qui assurent eux-mêmes le raccordement des références des Services de Métrologie Habilités (SMH). Les SMH, laboratoires d'étalonnages directement intégrés dans un organisme ou une société réalisent des étalonnages : pour leur propre compte ou pour des tiers.

Les CetA et les SMH sont accrédités par le COFRAC et peuvent émettre en se référant au COFRAC dans leur domaine d'accréditation, deux types de documents : certificat d'étalonnage et constat de vérification, qui seront joints aux équipements et que le CQ pourra exploiter.

## 7 - Suivi des équipements

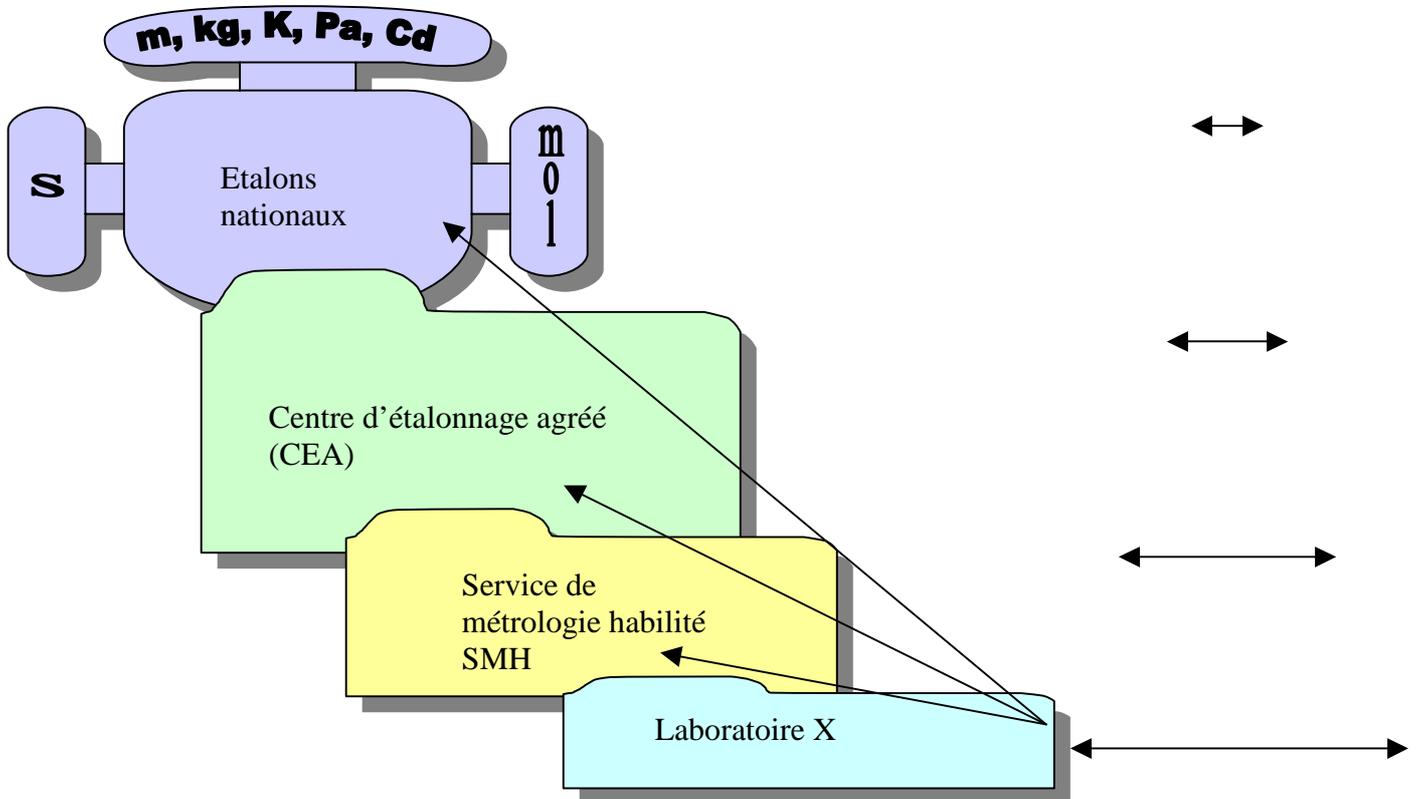
Lors du retour de étalons de référence, le CQ pourra constater si ses équipements de référence sont toujours justes et fidèles. La justesse correspond à l'aptitude de l'équipement à donner des valeurs proches de la valeur de référence (moyenne des résultats de mesures obtenues) tandis que la fidélité concerne son aptitude à donner des valeurs très proches (donc avec un faible écart-type). Pour qualifier les équipements, il est possible d'imaginer que les mesures obtenues par un équipement sont des jetons noirs lancés dans une assiette, qui possède en son centre (jeton rouge) un objectif à atteindre (valeur de référence). Si l'équipement n'est pas fidèle ou ni juste, ni fidèle, il doit être jeté ou déclassé (utilisé pour une tâche sans incidence pour la qualité des résultats d'essais). Par contre, s'il est fidèle mais pas juste, il peut être dommage de se séparer de cet équipement, aussi pourra-t-il être conservé, mais en appliquant sur les valeurs lues un facteur de correction en plus ou en moins (correction d'étalonnage) qui permettront de raccorder la mesure à celle de l'étalon national.

## Traçabilité métrologique :

« Propriété du résultat d'un mesurage ou d'un étalon tel qu'il puisse être relié à des références déterminées, généralement des étalons nationaux, par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons ayant toutes des incertitudes déterminées » (VIM)

### Étapes du raccordement

### Incertitudes



Toutes ces opérations feront l'objet d'un suivi (traçabilité), transcrites dans un document souvent appelé *fiche de vie*, pour garantir que les équipements utilisés lors des essais étaient bien aptes.

Un certain nombre de fiches doivent être associées aux divers matériels d'analyse de laboratoire, certaines sont des fiches *passives* dans la mesure où elles sont écrites une fois pour toutes (fiche d'utilisation, fiche signalétique, notice technique) et d'autres sont *actives* car elles doivent être remplies au cours de l'emploi des matériels (fiches de vérification et d'étalonnage, fiche de vie).

