



Guide Technique d'Accréditation - Métrologie des Masses

LAB GTA 22 – Rév 04

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI





1	OBJET DU DOCUMENT	3
2	REFERENCES ET DEFINITIONS	3
2.1	REFERENCES	3
2.2	ABREVIATIONS ET DEFINITIONS	4
3	DOMAINE D'APPLICATION	7
4	MODALITES D'APPLICATION	7
5	MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE	7
6	EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION	8
7	TRACABILITE	9
8	GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS	10
8.1	DESCRIPTION DES METHODES D'ETALONNAGE	10
8.2	CAS PARTICULIER DES ETALONNAGES SUR SITE	11
8.3	EVALUATION DES INCERTITUDES	12
8.4	CARACTERISATION DES MOYENS D'ETALONNAGES	12
8.4.1	<i>Instruments de pesage</i>	12
8.4.2	<i>Instruments de mesure des facteurs d'influence</i>	13
8.5	EVALUATION DES INCERTITUDES	15
8.5.1	<i>Détermination des incertitudes</i>	15
8.5.2	<i>Présentation du bilan des incertitudes</i>	20
8.6	PRESENTATION DES RAPPORTS	21
8.6.1	<i>Rappel de quelques règles d'écriture dans la présentation des résultats</i>	21
8.6.2	<i>Déclaration de conformité</i>	22
8.7	ASSURER LA VALIDITE DES RESULTATS	24
8.7.1	<i>Généralités</i>	24
8.7.2	<i>Suivi des étalons de masse par carte de contrôle</i>	24
8.7.3	<i>Suivi des instruments de pesage par carte de contrôle</i>	25
8.7.4	<i>Analyse des résultats des comparaisons interlaboratoires</i>	26
8.8	RISQUES ET OPPORTUNITES	27
	ANNEXE 1 : CALCUL DE L'INCERTITUDE SUR LA CORRECTION DIFFERENTIELLE DE POUSSEE DE L'AIR	28
	ANNEXE 2 : EXEMPLE D'ESTIMATION D'EFFET PARASITE SUR LA REPRODUCTIBILITE DANS LE CAS D'UNE COMPARAISON INTER-OPERATEURS	33
	ANNEXE 3 : EXEMPLE D'APPLICATION NUMERIQUE DE DETERMINATION DES COMPOSANTES D'INCERTITUDE	35
	ANNEXE 4 : EXEMPLE D'APPLICATION DE L'EMPLOI DE L'ECART NORMALISE	36
	ANNEXE 5 : EXEMPLES D'ANALYSE DES RISQUES ET OPPORTUNITES TECHNIQUES	39



1 OBJET DU DOCUMENT

La norme NF EN ISO/IEC 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais. Le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) établit les recommandations résultant de l'application de cette norme aux domaines de compétences recensés au chapitre correspondant. Ces recommandations, que le laboratoire est libre d'appliquer, sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre notamment aux exigences du document LAB REF 02 et de la norme NF EN ISO/IEC 17025. Dans tous les cas, le laboratoire doit démontrer que les dispositions prises permettent de satisfaire pleinement le référentiel d'accréditation.

2 REFERENCES ET DEFINITIONS

2.1 Références

Le présent document s'appuie et se réfère aux textes suivants :

Textes normatifs

- Norme NF EN ISO/IEC 17025:2017 : « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais » ;
- JCGM 100 (GUM) : « Evaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » ;
- JCGM 101 : « Évaluation des données de mesure — Supplément 1 du “Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure” — Propagation de distributions par une méthode de Monte Carlo » ;
- JCGM 106 « Évaluation des données de mesure – Le rôle de l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité » ;
- JCGM 200 (VIM) : « Vocabulaire International de Métrologie Concepts fondamentaux et généraux et termes associés » ;
- NF ISO/CEI GUIDE 98-4 : « Incertitude de mesure - Partie 4 : rôle de l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité » ;
- FD X 07-039 : « Rôle de l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité - Mise en œuvre de la norme NF ISO/IEC Guide 98-4 - Illustration au travers d'études de cas industriels » ;
- FD X 07-023 : « Métrologie - Évaluation de l'incertitude de mesure par la méthode Monte Carlo - Principes et mise en œuvre du supplément 1 au GUM » ;
- FD X 02-003 : « Normes fondamentales - Principes de l'écriture des nombres, des grandeurs, des unités et des symboles » ;
- Norme NF ISO 13528 : « Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires » ;
- Normes NF ISO 5725-1 à 6 : « Application de la statistique -Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure ».

Textes à caractère réglementaire

- Recommandation OIML R111 (édition 2004) « Poids des classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3, M3 » Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques et Partie 2 : Format du rapport d'essai,
- Décision n°10.00.600.001.1 du 28 juin 2010 relative aux étalons dans le domaine du pesage,
- OIML D28 :2004(E) : Conventional value of the result of weighing in air.



Textes publiés par le Cofrac, EA et ILAC

- LAB REF 02 : « Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/IEC 17025:2017 »
- LAB REF 08 : « Expression et évaluation des portées d'accréditation »
- GEN REF 11 : « Règles générales pour la référence à l'accréditation et aux accords de reconnaissance internationale »
- GEN REF 10 : « Traçabilité des résultats de mesure – Politique du Cofrac et modalités d'évaluation »
- EA-4/02 : « Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration »
- GEN-GTA-02 : « Guide Technique d'Accréditation – Systèmes d'information dématérialisés »
- ILAC P14 : « ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration »

2.2 Abréviations et définitions

Pour les besoins du présent document les termes et définitions ci-après s'appliquent :

- **Ajustage**¹ : ensemble d'opérations réalisées sur un système de mesure pour qu'il fournisse des indications prescrites correspondant à des valeurs données des grandeurs à mesurer

Application à la métrologie des masses² : Un poids ou une masse-étalon de valeur nominale donnée, m_0 , est ajusté de telle manière que la masse conventionnelle du résultat de la pesée, m_c , de ce poids ou cette masse-étalon dans l'air est égale à la valeur nominale donnée, dans les limites des erreurs maximales tolérées, δm , fixées pour la classe d'exactitude à laquelle le poids ou la masse-étalon appartient. Après ajustage, le poids ou la masse-étalon doit être réétalonné.

- **Echelon réel** (d) : terme de métrologie légale correspondant à la valeur exprimée en unités de masse de la différence entre les valeurs correspondant à deux repères consécutifs, pour une indication analogique ou de la différence entre deux indications consécutives, pour une indication numérique.

NOTE : Pour un instrument numérique, l'échelon réel (d) peut être supérieur à la résolution de l'instrument de pesage (voir résolution).

- **Echelon de vérification** (e) : Valeur exprimée en unités de masse utilisée en métrologie légale pour la classification et la vérification d'un instrument de pesage.
- **Erreur maximale tolérée**¹ (EMT) : valeur extrême de l'erreur de mesure, par rapport à une valeur de référence connue, qui est tolérée par les spécifications ou règlements pour un mesurage, un instrument de mesure ou un système de mesure donné.

Application à la métrologie des masses² : la recommandation OIML R111 donne le tableau des EMT (δm) en fonction des classes des poids et masses-étalons.

- **Etalon de masse** : objet matériel dont la masse, d'une grande stabilité, a été déterminée de manière traçable au SI avec une incertitude associée et qui est utilisé comme référence de masse en rapport avec son exactitude.
- **Etalon de référence**¹ : étalon conçu pour l'étalonnage d'autres étalons de grandeurs de même nature dans une organisation donnée ou en un lieu donné.

Application à la métrologie des masses : Etalons de masse raccordés au système international d'unités (SI) en interne ou en externe à partir d'étalons eux-mêmes raccordés au SI et utilisés pour étalonner les étalons de travail du laboratoire.

- **Etalon de travail**¹ : étalon qui est utilisé couramment pour étalonner ou contrôler des instruments de mesure ou des systèmes de mesure.



Application à la métrologie des masses : Etalons raccordés au SI à partir des étalons de référence du laboratoire et utilisés pour étalonner les masses client.

- **Instrument de pesage** : Instrument de mesure principalement sensible à la force gravitationnelle et à la poussée de l'air indiquant la masse apparente d'un objet matériel.
- **Masse** : Pour la métrologie des masses, propriété d'un corps ou d'une substance de volume fini, qui lui confère un poids dans le champ de pesanteur terrestre. Elle est égale au quotient du poids de l'objet considéré sur l'accélération locale de la pesanteur.
- **Masse client** : Objet matériel fourni par un client interne ou externe (demandeur de prestation) dont le laboratoire doit déterminer la masse ou la masse conventionnelle.
- **Masse conventionnelle**² : valeur conventionnelle du résultat de pesée dans l'air à une température de référence de 20°C d'un corps, égale à la masse m_c d'un étalon de référence d'une masse volumique de 8000 kgm⁻³ qui équilibre ce corps dans l'air d'une masse volumique de référence de 1,2 kg m⁻³. L'unité de la quantité "masse conventionnelle" est le kilogramme.
- **Mesurande**¹ : grandeur que l'on veut mesurer.

Application à la métrologie des masses : Masse ou masse conventionnelle

- **Méthode de mesure**¹ : description générique de l'organisation logique des opérations mises en œuvre dans un mesurage

Application à la métrologie des masses :

- Valeur de masse déterminée par méthode de substitution (méthode de double pesée dite de Borda) : différence entre les indications de la balance en équilibre avec l'étalon de masse A, puis avec la masse B à déterminer sur le même récepteur de charge.
- Schéma de substitution : séquence élémentaire de pesées par méthode de substitution « miroir » du type ABBA ou BAAB, voire dans certains cas, ABA ou BAB.
- Détermination : résultat d'un ensemble de pesées mis en œuvre selon un schéma de substitution défini, permettant d'obtenir une valeur moyenne de l'écart de la masse B et de l'étalon A.
- **Poids et masse-étalon** : Termes désignant les étalons en masse conventionnelle, dans le cadre de la métrologie légale.
- **Résolution** : Valeur exprimée en unités de masse de la différence entre les valeurs correspondant à deux repères consécutifs, pour une indication analogique, ou de la différence entre deux indications consécutives, pour une indication numérique. La résolution de l'instrument peut être meilleure que la résolution du dispositif afficheur.
- **Vérification**¹ : fourniture de preuves tangibles qu'une entité donnée satisfait à des exigences spécifiées

Application à la métrologie des masses² : La vérification périodique des poids et masses-étalons consiste à vérifier selon la recommandation OIML R111 que :

- leur masse conventionnelle, m_c (déterminée avec une incertitude élargie, U) ne s'écarte pas de leur valeur nominale, m_0 , de plus que l'erreur maximale tolérée, $\pm m$, moins l'incertitude élargie.
- la qualité de leur état de surface (inspection visuelle seulement) satisfait aux exigences de leur classe d'exactitude.

Les symboles ci-dessous sont utilisés tout au long de ce document :

a, b, c, d constantes

¹ Définition tirée du guide VIM (JCGM 200)

² Voir la recommandation OIML R111



α	niveau de confiance
C_a	facteur sans dimension de correction de poussée de l'air
C_i	correction
E_n	écart normalisé
d	échelon réel de l'instrument de pesage
f	variable virtuelle
h	numéro de l'objet de condition particulière de reproductibilité (laboratoire, opérateur...)
H	taux d'humidité relative de l'air
k	nombre d'opérateurs ou de laboratoires considérés
k	facteur d'élargissement
Δt	périodicité de raccordement
Δm	écart de masse
Δm_a	correction différentielle de poussée de l'air
δm	erreur maximale tolérée (EMT)
m	masse d'un corps
m_c	masse conventionnelle d'un corps
m_0	valeur nominale du poids ou de la masse étalon
m_R	masse conventionnelle de l'étalon
m_r	masse de l'étalon
μ	estimateur du paramètre de position (moyenne)
N	nombre total de déterminations
$N_{\text{étal}}$	nombre d'étalons utilisés de même masse nominale
N_{digit}	nombre entier d'échelons réels donné par l'indication numérique d'un instrument de pesage
n, q	nombre de déterminations
n_h	nombre de déterminations réalisées par le laboratoire h
p	pression atmosphérique
ρ_A	masse volumique de l'étalon A
ρ_B	masse volumique de la masse B
ρ_a	masse volumique de l'air
ρ_{a0}	masse volumique conventionnelle de l'air égale à 1,2 kg m ⁻³
s_c	limite de contrôle de l'écart-type de répétabilité de l'instrument de pesage
s_s	limite de surveillance de l'écart-type de répétabilité de l'instrument de pesage
s_x	écart-type d'échantillon obtenu à partir de q déterminations
s_h	écart-type d'échantillon obtenu à partir des déterminations effectuées par le laboratoire ou l'opérateur h
S_E	écart-type de l'effet d'un opérateur ou d'un laboratoire sur la reproductibilité du processus
S_R	estimateur de l'écart-type de reproductibilité
S_r	estimateur de l'écart-type de répétabilité
S_h	estimateur de l'écart-type sur la moyenne
σ	estimateur du paramètre de dispersion (écart-type)
t	température de l'air
u_x	incertitude-type de répétabilité sur une détermination
u_{w1}	incertitude-type de répétabilité sur la moyenne des déterminations
u_{w2}	incertitude-type de reproductibilité du processus d'étalonnage



u_d	incertitude-type due à la résolution de l'instrument de pesage
u_{mr}	incertitude-type d'étalonnage de l'étalon
u_{inst}	incertitude-type de pérennité de l'étalon
u_b	incertitude-type de correction différentielle de poussée de l'air
u_c	incertitude-type composée
u_{cN}	incertitude-type composée avec une masse constituée par N_{etal} étalons de même masse nominale
$u(x)$	incertitude-type composée de la variable x
u_f	incertitude-type relative due à l'approximation de la formule de masse volumique de l'air
u_h	incertitude-type associée à la moyenne des résultats de mesure obtenus par l'opérateur ou le laboratoire h
U	incertitude composée élargie
$U(x)$	incertitude composée élargie de la variable x
$x_{réf}$	valeur de référence assignée
x_i	résultat de la $i^{\text{ème}}$ détermination d'écart de masse
x_{hi}	résultat de la $i^{\text{ème}}$ mesure effectuée par l'opérateur ou le laboratoire h
x_h	valeur moyenne des déterminations obtenues par l'opérateur ou le laboratoire h
\bar{x}	moyenne des résultats des déterminations
X	moyenne générale des résultats des déterminations

3 DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide, résultat d'un travail collaboratif, s'applique aux domaines de la métrologie des masses. Il s'adresse :

- aux laboratoires d'étalonnage accrédités ou candidats à l'accréditation dans le domaine des masses et ainsi qu'aux laboratoires d'essais accrédités réalisant des prestations d'étalonnage dans ce domaine pour leur propre usage dans le cadre de leur métrologie interne ;
- aux évaluateurs du Cofrac, il constitue en outre une base d'harmonisation à leur usage ;
- aux membres des instances décisionnelles du Cofrac (Comité de Section, Commission d'Accréditation "Physique-Mécanique") ;
- aux membres de la structure permanente du Cofrac ;
- aux clients des laboratoires accrédités dans ce domaine.

4 MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du **1^{er} septembre 2021**.

Le terme « doit » est utilisé pour exprimer une exigence. Les exigences correspondent à la retranscription des exigences de la norme d'accréditation, du prescripteur ou de la réglementation, ou relèvent des règles d'évaluation et d'accréditation du Cofrac. Ainsi, dès lors que le texte reprend des exigences, elles sont surlignées en gris.

5 MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE

Du fait de la refonte du document et par souci de lisibilité, les modifications n'y sont pas repérées. Cette révision prend en compte la parution de la norme NF EN ISO/IEC 17025:2017, la nouvelle version du LAB REF 02 et les évolutions techniques (en termes de bonnes pratiques) des domaines concernés par ce guide.



Plusieurs annexes ont été rajoutées afin de fournir des exemples d'application des recommandations indiquées dans ce guide.

Les principaux changements concernent :

- la prise en compte des évolutions normatives ;
- la mise à jour de l'expression des portées d'accréditations dans ce domaine ;
- des précisions et des ajouts de recommandations des domaines techniques ;
- l'ajout de paragraphes relatifs à l'assurance de la qualité des résultats et aux risques et opportunités ;
- l'intégration de cinq annexes illustrant, par des exemples, le calcul de la correction de la poussée de l'air, le calcul de la reproductibilité, la détermination des composantes d'incertitude, l'utilisation de l'écart normalisé dans le cadre de comparaisons et une approche rudimentaire de l'analyse des risques techniques.

6 EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

L'expression de la compétence d'un organisme est décrite dans sa portée d'accréditation conformément au LAB REF 08. La portée correspond aux meilleures possibilités d'étalonnage réalisables par le laboratoire à partir de ses étalons de masse (généralement ses étalons de travail).

Le laboratoire présentera sa portée selon un modèle décrit ci-dessous :

Masse et Volume / Masse / Masse étalon						
Objet	Mesurande	Référence de la Méthode	Etendue de mesure	Incertitude élargie	Lieu de réalisation	Remarques
Masse	Masse conventionnelle Et/Ou Masse	Méthode interne XXX	1 mg	2 µg	Site ou laboratoire	Classement/Vérification des poids Raccordement via les masses de travail/référence Principe de la méthode si nécessaire

Tableau A : Exemple de portée d'accréditation

Les incertitudes de la portée d'accréditation d'un laboratoire (CMC) doivent respecter les exigences de l'ILAC P14. Cette valeur de CMC doit correspondre à une valeur réaliste des capacités du laboratoire.

Celle-ci doit correspondre à une valeur « atteignable » dans des conditions d'étalonnage d'une masse client soumise à étalonnage.



7 TRACABILITE

Généralement, un laboratoire d'étalonnage de masse dispose d'**étalons de référence** et/ou d'**étalons de travail** (voir figure 1).

L'étalonnage des masses se fait de masse à masse pour chaque valeur ponctuelle de masse nominale. De manière exceptionnelle, quelques rares laboratoires de haut niveau métrologique peuvent réaliser l'étalonnage de leurs étalons de travail en série fermée à partir d'un étalon de référence.

Les étalons de référence ont pour vocation de n'être utilisés que dans le laboratoire pour raccorder les étalons de travail mis en œuvre pour étalonner des masses client.

Le raccordement de ces étalons de travail au Système International d'unités est assuré par le certificat d'étalonnage émis en interne (cf. la politique définie dans le document Cofrac GEN REF 10).

En termes de masse conventionnelle, en suivant les prescriptions de la recommandation R111 de l'OIML, les laboratoires devraient utiliser des étalons de référence de classe d'exactitude supérieure à celle de leurs étalons de travail, eux-mêmes étant de classe supérieure à celle des masses client qu'ils étalonnent.

Il appartient au laboratoire qui ne dispose pas d'un étalon de travail intermédiaire entre son étalon de référence et la masse client, d'établir des dispositions particulières et de s'équiper des moyens appropriés pour pouvoir assurer la stabilité de son étalon de référence entre deux raccordements successifs.

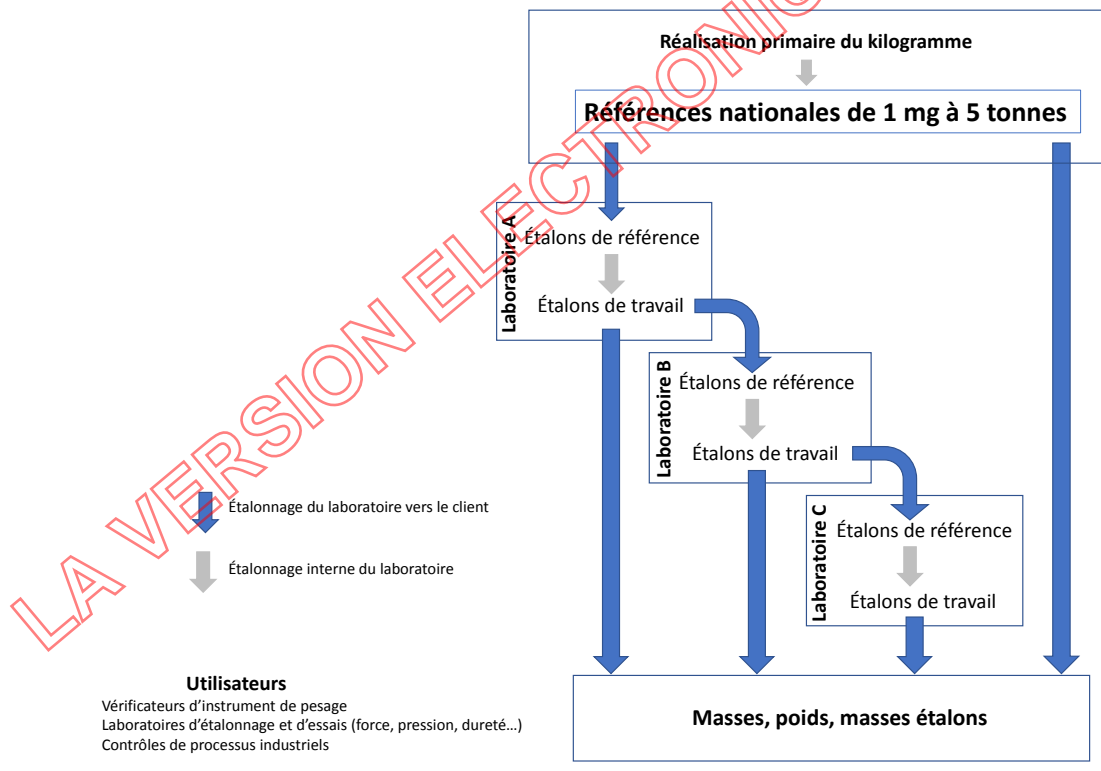


Figure 1 : Schéma donnant des exemples de traçabilité d'étalonnages réalisés en masse ou en masse conventionnelle



8 GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS

8.1 Description des méthodes d'étalonnage

La méthode d'étalonnage (comparaison d'une masse B à un étalon A par double substitution du type Borda) doit être explicitée.

Par exemple, le laboratoire peut la décrire sous la forme d'une procédure ou d'un mode opératoire en spécifiant les points suivants :

- Opérations préalables à l'étalonnage :
 - Identification des masses à étalonner (relevé du marquage sur la masse ou à défaut sur le boîtier de la masse concernée) et/ou enregistrement de toute information utile concernant l'objet à étalonner (nature du matériau, masse volumique...).
 - Critères de choix de la balance et de l'étalon de masse du laboratoire à utiliser en fonction de l'exactitude recherchée pour la masse à étalonner.
 - Vérification de la validité du statut métrologique des équipements et de la qualification du personnel (opérateur habilité, balance qualifiée et opérationnelle, étalon de masse raccordé et valide, conditions ambiantes dans les limites prédéfinies...).
 - Précautions à prendre (manipulation des étalons et de l'objet à étalonner, mise en température des masses, horizontalité et mise en charge de la balance, cycle de pesées de mise en route...).

En particulier :

- Choix des moyens de préhension adaptés selon la classe des masses client ;
- Choix d'une procédure adaptée à la prévention de la contamination des instruments de pesage et étalons du laboratoire par les masses client (voir Annexe 5).
- Déroulement de l'étalonnage :
 - Description du schéma de substitution à exécuter (séquence des pesées, temporisation pour chaque étape...)
 - Le schéma de substitution préconisé est ABBA ou BAAB. Pour les masses de valeur nominale supérieure ou égale à 100 kg, un autre schéma de substitution pourrait être utilisé sous réserve de justification.
 - L'ensemble des pesées mises en œuvre dans le schéma de substitution, permettant d'obtenir une valeur de l'écart de la masse et de l'étalon, constitue une « détermination ».
 - Les emplacements des masses A et B sur la table de l'instrument de pesage (étalonnage manuel) ou sur un échangeur automatique (étalonnage robotisé) devraient être systématiquement définis pour éviter tout risque de confusion et d'inversion entre l'étalon du laboratoire et la masse client.
 - Nombre de répétition du schéma de substitution en fonction de l'exactitude recherchée.
 - La répétition n fois du schéma de substitution permet d'obtenir n déterminations.
 - Autres paramètres à enregistrer (température, pression, humidité relative...) en spécifiant quand ils doivent être relevés.
 - Description du mode d'acquisition des données (enregistrement manuel, saisie dans un tableur, acquisition automatique...).
- Traitement des données :
 - Contrôle de validité des données (conditions ambiantes, valeur aberrante...)



- Une valeur aberrante ne devrait pas être retirée du jeu de données sans que la cause n'ait été identifiée et seulement si l'apparition de cette cause est exceptionnelle et de courte durée.
- Examen de cohérence sur les valeurs brutes successives pour chacune des deux masses (dérives entre les valeurs successives de pesée de la masse A par rapport à celle de la masse B, inversion ponctuelle entre A et B sur l'une des déterminations, erreur ponctuelle de saisie...) obtenues selon le schéma de substitution.
- Détermination du résultat de mesure.
 - Le résultat de l'étalonnage est alors donné par la moyenne de ces n déterminations :
 - Avec, le cas échéant, le calcul de la correction différentielle de poussée de l'air (voir annexe 1) ;
 - L'édition de l'expression du résultat de mesure en masse ou en masse conventionnelle associé à son incertitude composée élargie.
- Éventuellement, une déclaration de conformité à la classe d'exactitude de la masse étalonnée.

Lorsque le laboratoire utilise une balance pilotée par ordinateur (échangeur automatique de masse, robot...), il devrait également spécifier les opérations à effectuer avant la mise en route du système (installation des masses, pré réglage des paramètres du système...), décrire les opérations effectuées automatiquement par le système (tarage, centrage, cycle d'essai...) et préciser les moyens de contrôle et d'intervention sur le déroulement de l'étalonnage mis à disposition de l'opérateur.

On peut s'appuyer, de manière générale, sur le document OIML D28 qui présente la méthode d'étalonnage dans l'air de la masse conventionnelle.

8.2 Cas particulier des étalonnages sur site

Recommandations	
Avant Intervention	
Demander à avoir sur site un local approprié à l'étalonnage des masses. Prendre soin de la protection des étalons de masse et des comparateurs pour le transport.	
Pendant l'intervention	
Local	Le local devrait être qualifié, c'est à dire sécurisé, sans perturbation (vibrations et ventilation), équipé de tables prévues pour recevoir des instruments de pesage et de moyens de levage pour les fortes valeurs nominales, avec une température du local stable en s'appuyant sur l'annexe C de l'OIML R111, et permettre le stockage des étalons sans risque d'altération.
Instruments de pesage	Les instruments de pesage doivent être requalifiés sur site après stabilisation thermique.
Etalons de Masse	Il est recommandé que les étalons de masses soient stabilisés thermiquement avant l'étalonnage en suivant les recommandations de l'annexe C de l'OIML R111. Si le laboratoire ne peut pas respecter une durée d'attente de 24 h de stabilisation, le laboratoire doit maîtriser la température des étalons durant le transport des masses. Le laboratoire doit mettre en place un moyen de surveillance sur les étalons de masse pour identifier les éventuelles anomalies durant le transport.
Masses à étalonner	Il est recommandé que les masses à étalonner soient stabilisées thermiquement avant l'étalonnage en suivant les recommandations de l'annexe C de l'OIML R111.

Tableau B : Cas particulier des étalonnages sur site



8.3 Evaluation des incertitudes

Masse : Le laboratoire tient compte des informations connues ou non concernant les caractéristiques physiques du matériau constituant l'objet (état de surface, forme, composition, magnétisme...) et des conditions de réalisation de l'étalonnage pour évaluer (« dégrader ») l'incertitude d'étalonnage.

Masse conventionnelle : Les incertitudes d'étalonnage devraient être adaptées en se basant sur les exigences définies par la recommandation R111 de l'OIML selon un examen visuel de l'état de surface sans autre information sur le matériau (masse volumique, magnétisme) des poids et des masses étalons.

Pour les masses supérieures à 50 kg, on peut également se référer à la décision n° 10.00.600.001.1 du 28 juin 2010 relative aux « Masses-étalons et poids-étalons ».

Les valeurs des incertitudes résultent d'un calcul prenant en compte pour chaque valeur nominale de masse à étalonner et en fonction de chaque classe d'exactitude de masse :

- les comparateurs et les étalons de travail utilisés,
- les conditions ambiantes,
- le type et le nombre de comparaisons que le laboratoire effectue.

8.4 Caractérisation des moyens d'étalonnages

8.4.1 Instruments de pesage

Le laboratoire doit :

- respecter les instructions et préconisations d'utilisation (mise sous tension, réglage d'horizontalité, maintien sous charge...) recommandées par le constructeur ;
- maîtriser les dispositifs de compensation disponibles sur les instruments de pesage modernes (adaptateur de vibration, adaptateur de répétabilité, paramétrage de processus, DeltaTrac, DeltaRange...);
- s'assurer que le paramétrage de l'instrument est bien adapté à l'utilisation et qu'en particulier, un retour aux paramètres par défaut (configuration d'usine) ne se fasse pas de manière inopinée (par exemple : la fonction zéro suiveur ou celle de calibrage déclenchée automatiquement sur une variation de température donnée).

Il est recommandé que le laboratoire garde à l'esprit que les instruments de pesage utilisés pour l'étalonnage de très grande exactitude sont sensibles à différents phénomènes parasites dont il faut les protéger autant que possible. Le tableau C donne quelques exemples de sources de perturbation et de moyens de protection possibles.

Sources de perturbation	Exemples de protections préconisées
Poussières	<ul style="list-style-type: none">- Installation de l'instrument de pesage dans un local propre et régulièrement nettoyé.- Port de vêtements propres par l'opérateur (blouse, gants, surchaussures ...).- Vérification de la propreté des masses avant mise sur le récepteur de charge pour ne pas contaminer celui-ci.
Variations de température	<ul style="list-style-type: none">- Climatisation du local.- Éloignement de l'instrument de pesage de toute source de chaleur (ordinateur, radiateur, éclairage « chaud » ...).- Écran de protection contre tout rayonnement thermique (opérateur maintenu à distance, local si possible sans fenêtre ...).



Sources de perturbation	Exemples de protections préconisées
Mouvements d'air	<ul style="list-style-type: none"> - Réduction autant que possible du temps d'ouverture du pare-brise pour les balances qui en sont dotés. - Mise sous cage si nécessaire de l'instrument de pesage, loin de tout système de ventilation ... - Pause de déflecteur ou de toile diffusante devant les bouches de soufflage de la climatisation pour dévier ou atténuer le flux d'air ou éloigner les instruments de pesage de ces dernières.
Vibrations	<ul style="list-style-type: none"> - Installation de l'instrument de pesage sur une table antivibratoire indépendante et sans influence sur les réglages d'horizontalité. - Intervention « en douceur » de l'opérateur sur l'instrument de pesage. - Éloignement de toute source de vibrations (moteurs, autres activités à proximité du laboratoire...).
Charges électrostatiques	<ul style="list-style-type: none"> - Pas de port de vêtements par l'opérateur faits de certains tissus synthétiques (attention au choix des blouses et des gants). - Pas de revêtements de sol faits en matières synthétiques pouvant se charger par simple frottement des semelles. - Pas de pesée, si possible, des objets en matériau isolant (matière plastique, verre, quartz ...) qui peuvent porter des charges électrostatiques. - Si le laboratoire s'autorise à effectuer des étalonnages dans un air sec (taux d'humidité inférieur à 30%), nécessité d'améliorer la mise à la terre de l'instrument de pesage et d'ajouter éventuellement un blindage métallique sous la balance (plaque de cuivre reliée à la terre).
Champs magnétiques	<ul style="list-style-type: none"> - Pas de pesée d'objets magnétisés ou magnétisables tels que les matériaux ferromagnétiques. Sinon → mise de l'objet sur une cale amagnétique d'une hauteur suffisante pour atténuer l'influence du champ magnétique sur le résultat de pesée. - Eloigner les sources de champ magnétique (téléphone mobile, écran cathodique...).

Tableau C : Exemples de sources de perturbation et de moyens de protection possibles

8.4.2 Instruments de mesure des facteurs d'influence

Les masses sont soumises à la poussée de l'air, force verticale dirigée vers le haut, proportionnelle à la masse volumique de l'air qui dépend de la température, de la pression et de l'humidité relative de l'air ambiant.

Le laboratoire peut choisir d'appliquer ou non une correction différentielle de poussée de l'air. Dans des conditions ambiantes suffisamment stables durant le processus de mesure, le facteur de correction de poussée de l'air C_a (sans dimension) peut s'exprimer comme suit :

En masse :

$$C_a = \rho_a \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1)$$

En masse conventionnelle :

$$C_a = (\rho_a - \rho_{a0}) \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (2)$$

ρ_A : masse volumique de l'étalon A
 ρ_B : masse volumique de la masse B
 ρ_a : masse volumique de l'air



ρ_{a0} : masse volumique conventionnelle de l'air égale à $1,2 \text{ kg m}^{-3}$

Pour déterminer cette correction, il est alors nécessaire d'avoir des informations sur les valeurs de ρ_A et de ρ_B .

La masse volumique de l'air ρ_a que le laboratoire détermine, en général, par méthode indirecte en mesurant la température de l'air t , la pression atmosphérique p et le taux d'humidité relative H et en utilisant l'expression approchée de la formule du CIPM (ρ_a exprimée en kg m^{-3}) suivante :

$$\rho_a = \frac{a \times p - b \times H \times \exp(c \times t)}{d + t} \quad (3)$$

p pression atmosphérique exprimée en hPa (ou mbar)
 H taux d'humidité relative exprimé en % HR
 t température de l'air exprimée en °C

Constantes :

$a = 0,34 \ 848$ (kg m^{-3}) ($\text{hPa}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}$)
 $b = 0,009$ (kg m^{-3}) ($^\circ\text{C } \%^{-1}$)
 $c = 0,061$ ($^\circ\text{C}^{-1}$)
 $d = 273,15$ ($^\circ\text{C}$)

L'utilisation de l'expression (3), formule approchée de la masse volumique de l'air, entraîne une erreur qui introduit une incertitude relative de 2×10^{-4} dans les limites des paramètres environnementaux suivantes :

$900 \text{ hPa} < p < 1100 \text{ hPa}$;
 $10^\circ\text{C} < t < 30^\circ\text{C}$;
 $H < 80 \text{ \% HR}$.

Cas 1 : le laboratoire applique la correction de poussée de l'air :

Les instruments (thermomètre, baromètre et hygromètre) doivent être étalonnés périodiquement et traçables au SI. Les éventuelles valeurs de correction de justesse fournies dans les certificats d'étalonnage de ces instruments devraient systématiquement être appliquées aux valeurs mesurées. Le laboratoire peut ne pas prendre en compte ces valeurs de correction sur les mesures de paramètres environnementaux, si l'EMT de ces instruments est compatible avec le niveau d'incertitude recherché sur la correction de poussée de l'air.

Cas 2 : le laboratoire n'applique pas la correction de poussée de l'air :

C'est souvent le cas pour l'étalonnage en masse conventionnelle. On peut s'appuyer, de manière générale, sur le document OIML D28 qui présente la méthode d'étalonnage dans l'air de poids et masses-étalons en masse conventionnelle. En particulier, ce document OIML donne un critère pour déterminer s'il faut ou non appliquer une correction de poussée de l'air. Ainsi la correction de poussée de l'air est négligeable et il n'est pas utile de l'appliquer si :

$$|C_a| \leq \frac{U}{3m_0} \quad (4)$$

U est l'incertitude de mesure élargie (facteur d'élargissement : 2)
 m_0 est la masse nominale des masses qui sont comparées



En masse conventionnelle, si le laboratoire veut systématiquement ne pas appliquer de correction de poussée de l'air, il doit définir les conditions qui le permettent, en stipulant :

- Les valeurs limites de masse volumique ρ_B de l'objet à étalonner. Le laboratoire peut se référer à la recommandation OIML R111 donnant, entre autres, les limites de masse volumique du matériau constituant le poids ou la masse-étalon en fonction de sa masse nominale et de sa classe d'exactitude.
- Les valeurs limites de la masse volumique de l'air pour la réalisation de l'étalonnage. Généralement, le laboratoire définit des limites en termes de température, pression et taux d'humidité relative. Par exemple, si la masse volumique de l'air ne doit pas s'écarter de plus de 5 % de sa valeur conventionnelle, le laboratoire peut définir (par dérivation de l'expression (3)) les limites, à respecter simultanément, des paramètres environnementaux de la façon suivante :

$$\begin{array}{ll} 985,0 \text{ hPa} \leq p \leq 1041,5 \text{ hPa} & \text{ou} & p = (1013,25 \pm 28,25) \text{ hPa} \\ 15^\circ\text{C} \leq t \leq 25^\circ\text{C} & \text{ou} & t = (20 \pm 5)^\circ\text{C} \\ 20 \% \leq H \leq 80 \% \text{ HR} & \text{ou} & H = (50 \pm 30) \% \text{ HR} \end{array}$$

Le laboratoire devrait tenir compte de sa localisation géographique (altitude, zone tropicale...) pour définir chacun de ces intervalles. Dans le cas où il y a un décalage significatif de la valeur centrale pour au moins l'un des paramètres environnementaux par rapport à 1013,25 hPa, 20 °C et 50 % HR, cela peut conduire à la nécessité d'appliquer systématiquement la correction de poussée de l'air pour réaliser les étalonnages avec la meilleure incertitude.

Le laboratoire doit mettre en œuvre les moyens nécessaires pour déterminer ces paramètres au moment de l'étalonnage et pour vérifier que leur valeur reste à l'intérieur des limites définies.

8.5 Evaluation des incertitudes

8.5.1 Détermination des incertitudes

Cette section fournit une aide à l'évaluation des incertitudes par la méthode de composition des incertitudes (basée sur la propagation des variances) qui découle de l'application du "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure" (« GUM » ou JCGM 100 ou NF ISO/CEI GUIDE 98-3).

Nota bene : Un laboratoire qui dispose d'un logiciel de calcul statistique basé sur la méthode de simulation de Monte Carlo peut appliquer cette méthode numérique de propagation des distributions pour l'étalonnage de masses (voir GUM-S1 ou JCGM 101 et fascicule de documentation FD X 07-023). Un exemple d'application de cette méthode est donné en annexe 1 dans le cas où le laboratoire applique une correction de poussée de l'air.

Lors de la détermination du budget des incertitudes, le laboratoire doit évaluer tous les paramètres pouvant avoir une influence sur les performances métrologiques du processus d'étalonnage. Les principales contributions à l'incertitude sont précisées ci-après (il est évident qu'en fonction des technologies mises en œuvre, d'autres causes peuvent apparaître, comme les perturbations électromagnétiques par exemple) :

a) La composante d'incertitude liée à la répétabilité du processus d'étalonnage : u_{wl} ;

Le procédé de mesure est caractérisé par l'estimation s_x de l'écart-type de répétabilité d'une détermination x_i selon l'expression suivante :

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \frac{1}{q} \sum_i x_i)^2}{q-1}} \quad (5)$$

Où q est le nombre de répétition de mesures effectuée pour déterminer la répétabilité.



Pour chaque instrument de pesage, on peut définir des domaines dans lesquels la répétabilité peut être considérée comme constante et choisir une masse représentative par domaine. Une bonne pratique consiste à déterminer cette composante lors des raccordements internes des étalons de travail.

L'ensemble des pesées mises en œuvre dans une substitution, permettant d'obtenir une valeur de l'écart de masse entre celle de l'étalon et celle de la masse à étalonner, constitue une "détermination" (x_i). La répétition n fois du schéma de substitution permet d'obtenir n déterminations supposées indépendantes. Le résultat de l'étalonnage est alors donné par la moyenne de ces n déterminations :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_i x_i \quad (6)$$

L'écart-type de répétabilité u_{w1} pour l'étalonnage d'une masse client avec n déterminations est donnée par l'expression suivante :

$$u_{w1} = \frac{s_x}{\sqrt{n}} \quad (7)$$

Nota Bene : L'estimateur s_x obtenu lors de l'étalonnage des étalons de travail par rapport aux étalons de référence du laboratoire à partir de q déterminations (avec généralement $q \geq n$) est souvent utilisé directement dans l'expression (7) pour calculer l'écart-type de répétabilité pour l'étalonnage de la masse client. Il est rappelé que la fiabilité de l'évaluation de l'écart-type de répétabilité augmente avec le nombre de répétitions. En conséquence, il est recommandé de déterminer l'estimateur s_x avec un nombre suffisant de répétitions ($q \geq 5$).

b) La composante d'incertitude liée à la reproductibilité du processus d'étalonnage : u_{w2} ;

Cette composante est caractérisée par la dispersion des résultats de mesurage du même mesurande en faisant varier les conditions de mesure (conditions environnementales, instrument de mesure, opérateur, principe de mesure, étalonnage en laboratoire ou sur site...).

Souvent cette composante est difficilement dissociable de l'évaluation de la composante liée à la répétabilité du processus d'étalonnage.

Par exemple, cette composante peut être importante lors de l'utilisation des instruments de pesage à chargeur automatique de masse ou système robotisé. La dépose initiale des étalons sur le chargeur peut être la source de défauts de reproductibilité qui ne sont pas pris en compte lors de l'évaluation de la répétabilité du processus de comparaison. L'influence de cette dépose sur les résultats des comparaisons devrait être évaluée.

Un autre exemple de démarche pour déterminer un effet parasite sur la reproductibilité inter-opérateurs dans le cas d'un échange manuel des masses est donné en annexe 2 du présent document.

c) La composante d'incertitude liée à la résolution de l'instrument de pesage : u_d ;

Pour les instruments à indicateur à aiguille, la résolution correspond à la plus petite subdivision entre deux repères consécutifs de l'échelle (échelon réel), notée d , que l'opérateur est capable d'apprécier visuellement. On se limite généralement à la demi-graduation, il convient donc de considérer que l'incertitude type liée à la résolution est prise égale à $\frac{d}{2}$.

Pour les instruments à indicateur numérique, la résolution est égale à la valeur d d'incrément de l'affichage.

On considère que la distribution des valeurs comprises entre $(N_{digit}-1) \times d$ et $(N_{digit}+1) \times d$, où N_{digit} est le nombre entier d'échelons réels fourni par l'indication numérique de l'instrument de pesage, peut être



approximée par un triangle isocèle de base $2d$ et de hauteur $\frac{1}{d}$. La variance d'une telle distribution est égale à $\frac{d^2}{6}$.

La comparaison de deux masses fait toujours intervenir la résolution deux fois, une fois lors de la pesée de la masse B et une autre fois lors de la pesée de l'étalon A. Dans ces conditions, la composante d'incertitude-type sur le résultat de la comparaison de deux masses, due à la résolution du comparateur, est égale à :

$$u_d = \sqrt{\frac{d^2}{6} + \frac{d^2}{6}} = \frac{d}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

La répétition des déterminations (comparaison de deux masses) ne permet pas de réduire cette composante d'incertitude : si l'on effectue n déterminations, l'incertitude u_d reste égale à $d/\sqrt{3}$.

Remarque : On peut faire le choix d'attribuer une loi rectangulaire pour la résolution d'un instrument à indicateur numérique. Dans ce cas, on considère que la distribution des valeurs comprises entre $(N_{digit}-1) \times d/2$ et $(N_{digit}+1) \times d/2$ est un rectangle de base d et de hauteur $\frac{1}{d}$. La variance d'une telle distribution est égale à $\frac{d^2}{12}$.

Dans ces conditions, la composante d'incertitude-type sur le résultat de la comparaison de deux masses, due à la résolution de l'instrument, est égale à :

$$u_d = \sqrt{\frac{d^2}{12} + \frac{d^2}{12}} = \frac{d}{\sqrt{6}} \quad (9)$$

On remarque que cette composante est minorée de 29 % par rapport au cas où on choisit une loi triangulaire. Cette différence n'est généralement pas significative au regard des autres composantes d'incertitudes de mesure et, donc, de l'incertitude-type composée d'étalonnage. La figure 2 représente les deux distributions et leur écart-type σ associé qui peuvent être utilisées pour déterminer l'incertitude-type due à la résolution d'un instrument de pesage.

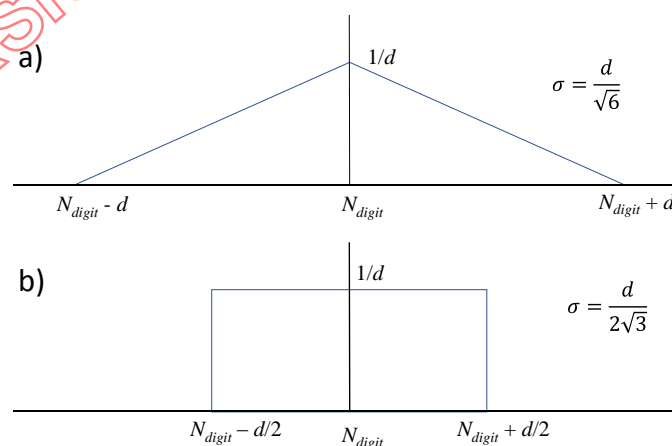


Figure 2 : Représentation des deux lois de probabilité applicables à la détermination de l'incertitude-type due à la résolution d d'un instrument de pesage à indicateur numérique :

- a) distribution triangulaire isocèle ;
- b) distribution rectangulaire (ou uniforme).

**d) La composante d'incertitude associée à l'étalonnage des étalons de masse du laboratoire : u_{mr} ;**

L'incertitude composée élargie d'étalonnage des étalons de masse du laboratoire est égale à l'incertitude-type composée d'étalonnage multipliée par le facteur d'élargissement k , généralement pris égal à 2. La composante d'incertitude-type u_{mr} à considérer est donc l'incertitude composée élargie d'étalonnage, (généralement celle qui figure dans le certificat d'étalonnage de l'étalon) divisée par le facteur d'élargissement.

e) La composante d'incertitude liée à la pérennité des étalons de masse du laboratoire : u_{inst} ;

Le laboratoire peut mettre en place un suivi des étalons de référence et de travail. Ce suivi, présenté de préférence sous forme graphique, fait apparaître la valeur des masses associée à son incertitude-type (voir sous-section 9.7.2). Si ce suivi ne met pas en évidence de variation significative des masses, leur incertitude-type de pérennité sera égale à l'incertitude-type d'étalonnage. Dans le cas contraire, l'incertitude-type de pérennité est évaluée à partir de ce suivi.

Dans l'attente de disposer d'un historique suffisant, l'incertitude de pérennité des étalons de référence et de travail est égale à leur incertitude-type d'étalonnage. Dans tous les cas, il convient de considérer que l'incertitude-type de pérennité d'une masse ne peut pas être inférieure à son incertitude-type composée d'étalonnage.

Concernant les masses de type OIML, dans la mesure où les bonnes pratiques en termes de conservation et d'usage sont respectées, leurs caractéristiques (forme, matière, état de surface, etc.) ont été choisies pour garantir une stabilité au moins égale à leur incertitude d'étalonnage. De ce fait, il convient d'adopter comme composante d'incertitude-type u_{inst} liée à la pérennité, une valeur égale à celle u_{mr} de leur étalonnage ($u_{mr} \leq \delta m/6$ en fonction de la classe d'exactitude) et de s'assurer à chaque nouvel étalonnage que l'écart absolu entre les deux valeurs successives n'excède pas cette valeur.

Dans le cas d'usage de masses de travail dans des conditions particulières (par exemple liées aux conditions ambiantes ou à la fréquence d'utilisation) il convient alors de majorer cette composante de pérennité de manière prédictive ou en s'appuyant sur l'historique d'étalonnage.

f) La composante d'incertitude liée à la correction de la poussée de l'air : u_b ;

Que ce soit pour les étalonnages en masse ou en masse conventionnelle, le laboratoire devrait évaluer la composante d'incertitude liée à l'application ou non de la correction de la poussée de l'air.

Cas 1 : le laboratoire effectue la correction différentielle de poussée de l'air Δm_a :

Il mesure ou évalue les paramètres suivants, température, pression, humidité de l'air, masse volumique de l'étalon et de la masse étalonnée..., estime leurs incertitudes et en déduit l'incertitude sur la correction effectuée.

La correction différentielle de poussée de l'air Δm_a lors de la comparaison dans l'air d'un étalon A à une masse à étalonner B de même masse nominale m_0 a pour expression :

$$\Delta m_a = m_0 C_a \quad (10)$$

C_a facteur sans dimension de correction de poussée de l'air
 m_0 masse nominale des masses qui sont comparées

On peut remplacer la masse nominale m_0 dans l'expression (10) par la masse de l'étalon, l'écart sur la valeur de correction étant négligeable.

L'expression de l'incertitude-type $u(\Delta m_a)$ de la correction Δm_a s'écrit comme suit :

$$u_b = u(\Delta m_a) = m_0 \sqrt{\left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_a} u(\rho_a) \right]^2 + \left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_A} u(\rho_A) \right]^2 + \left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_B} u(\rho_B) \right]^2} \quad (11)$$



- $u(\rho_a)$ incertitude-type de la masse volumique de l'air
- $u(\rho_A)$ incertitude-type de la masse volumique de l'étalon A
- $u(\rho_B)$ incertitude-type de la masse volumique de la masse B

Un exemple détaillé de calcul de l'incertitude de correction de poussée de l'air est donné en annexe 1 du document.

Cas 2 : le laboratoire n'effectue pas la correction différentielle de poussée de l'air :

Pour les étalonnages en masse conventionnelle, le laboratoire détermine les limites de la masse volumique de l'air en termes de température t , pression p et taux d'humidité relative H et vérifie, d'une part, que les conditions ambiantes respectent ces limites et, d'autre part, que les masses volumiques des masses ρ_A et ρ_B (étalons de référence, étalons de travail et masses client) sont dans les limites définies par la recommandation OIML R111 selon la classe d'exactitude des masses à étalonner.

Par exemple, si le laboratoire définit un intervalle de $\pm \Delta\rho_a$ autour de la masse volumique conventionnelle de l'air pour lequel il n'applique pas de correction de poussée de l'air, il peut déterminer selon l'expression (10) un intervalle maximum $\pm \Delta m_a$ et considérer que la distribution des valeurs est uniforme. Cela conduit à évaluer l'incertitude u_b telle que :

$$u_b = \frac{|\Delta m_a|_{max}}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

g) Autres composantes d'incertitude (le cas échéant) liées à l'environnement (dénivellement, poussières, vibrations, température ...).

Dans des cas exceptionnels, par exemple pour les étalonnages sur site réalisés dans des conditions mal maîtrisées, il peut être nécessaire de déterminer d'autres composantes d'incertitude afin de prendre en compte des sources d'erreur particulières à la situation.

Le tableau D présente une synthèse du calcul des composantes de l'incertitude d'étalonnage.

Expression générale :		$m = m_r(1 + C_a) + \bar{x} + \sum C_i$	en masse
		$m_w = m_R(1 + C_a) + \bar{x} + \sum C_i$	en masse conventionnelle
Composantes de masse	Composantes d'incertitude-type		
Moyenne des n déterminations x_i $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_i x_i$	Résolution d de l'instrument de pesage lors des pesées de l'étalon A	$u_{d(A)} = \frac{d}{\sqrt{6}}$	$u_d = \sqrt{u_{d(A)}^2 + u_{d(B)}^2} = \frac{d}{\sqrt{3}}$
	Résolution d de l'instrument de pesage lors des pesées de la masse à étalonner B	$u_{d(B)} = \frac{d}{\sqrt{6}}$	
	Répétabilité du processus de mesure (s_x écart-type d'échantillon pour une détermination)		$u_{w1} = \frac{s_x}{\sqrt{n}}$
	Reproductibilité du processus de mesure		u_{w2}
Etalon de masse en masse m_r en masse conventionnelle m_R	Incertitude élargie d'étalonnage U_{mr} donnée par le certificat d'étalonnage		$u_{mr} = \frac{U_{mr}}{2}$
	Pérennité de la valeur d'étalonnage		$u_{inst} \geq u_{mr}$
Correction différentielle de poussée de l'air en masse $C_a = \rho_a \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]$ en masse conventionnelle $C_a = (\rho_a - \rho_{a0}) \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]$	Application de la correction (voir annexe 1)	$u_b = m_0 \sqrt{\left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_a} u(\rho_a) \right]^2 + \left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_A} u(\rho_A) \right]^2 + \left[\frac{\partial C_a}{\partial \rho_B} u(\rho_B) \right]^2}$ avec $u(\rho_a) = \sqrt{\left[\frac{\partial \rho_a}{\partial p} u(p) \right]^2 + \left[\frac{\partial \rho_a}{\partial H} u(H) \right]^2 + \left[\frac{\partial \rho_a}{\partial t} u(t) \right]^2 + \rho_a^2 u_f^2}$	
	Non-application de la correction		$u_b = \frac{ \Delta m_a _{max}}{\sqrt{3}}$



Autres corrections C_i	Appliquées ou non	$u\left(\sum C_i\right) = \sqrt{\sum u^2(C_i)}$
Incertitude-type composée	$u_c = \sqrt{u_d^2 + u_{w1}^2 + u_{w2}^2 + u_{mr}^2 + u_{inst}^2 + u_b^2 + u^2(\sum C_i)}$	
Incertitude composée élargie d'étalonnage	$U = 2 \times u_c$	

Tableau D : Synthèse du calcul des composantes de l'incertitude d'étalonnage (on suppose ici que l'instrument de pesage est à indication numérique).

8.5.2 Présentation du bilan des incertitudes

Un exemple d'application numérique de détermination des incertitudes est présenté en annexe 3.

Remarques :

- Le laboratoire peut, si cela s'avère nécessaire, déterminer des covariances et en tenir compte dans l'estimation des incertitudes.
- Dans le cas où le laboratoire, pour réaliser l'étalonnage d'un étalon de travail de valeur nominale $N_{\text{étal}} \times m_0$, utilise $N_{\text{étal}}$ étalons de travail identiques de même valeur nominale m_0 et raccordés avec une incertitude-type d'étalonnage u_c à un même étalon de référence, on admettra que les valeurs d'étalonnage des $N_{\text{étal}}$ étalons de travail sont entièrement corrélées et on prendra $u_{cN} = N_{\text{étal}} \times u_c$ comme incertitude-type d'étalonnage pour la masse composée des $N_{\text{étal}}$ étalons.
- Dans le cas où un laboratoire étalonne des masses de valeur intermédiaire (exemple : étalon de travail de 20 g et étalon de travail de 10 g pour l'étalonnage d'une masse client de 30 g), l'incertitude minimale devrait être celle de la masse de valeur nominale immédiatement supérieure (pour l'exemple donné : bien que le laboratoire soit accrédité pour les masses de 10 g et 20 g, l'incertitude d'étalonnage de la masse client de 30 g sera celle accréditée pour une masse de 50 g). Les valeurs nominales étant ponctuelles dans les portées accréditées, les masses client à étalonner peuvent dans certains cas avoir une valeur nominale intermédiaire entre deux lignes de portée du laboratoire ($> 5\%$ de m_0). Dans ce cas, il convient d'associer à la valeur mesurée au moins l'incertitude d'étalonnage accréditée de la masse supérieure dans la portée considérée. Une évaluation d'incertitude spécifique est à conduire en particulier si une association de masses de travail est nécessaire pour constituer l'étalon (prise en compte des covariances, des effets d'excentration, etc...).

Dans le cas des objets particuliers pour lesquels une détermination de la masse est faite, deux cas sont à distinguer :

Cas n°1 : l'objet a pour vocation à être un étalon (conservation de la grandeur masse), tel est le cas, par exemple, pour des pièces intervenant dans l'assemblage de l'équipage mobile d'un étalon de force, de pression ou encore un panier de chargement de masse. Pour un étalonnage en masse conventionnelle, l'objet devrait s'approcher au mieux des prescriptions de construction de l'OIML R111 (en rapport avec l'incertitude d'étalonnage visée) mis à part, évidemment, sa forme qui reste la plus simple possible. Il convient de s'assurer que l'écart entre l'étalon choisi et la masse de l'objet à étalonner n'oblige pas à prendre en compte l'erreur de justesse de la balance utilisée ou que la masse volumique de l'objet ne nécessite pas de revoir la correction de poussée d'air et son incertitude associée, particulièrement si le mesurande est la masse plutôt que la masse conventionnelle.

Un calcul d'incertitude spécifique doit être mené en prenant en compte les problèmes liés au choix des matières (aimantation, susceptibilité magnétique, hydrophilie, etc).

Cas n°2 : l'objet n'a pas vocation à conserver la grandeur masse (ex : contre-poids d'une machine d'essai, filtre poreux en métal fritté ...). Dans ce cas, le laboratoire devrait, avant toute décision de réaliser ou non la prestation sous accréditation, s'enquérir de toute information qu'il jugera utile, par exemple, en termes de forme (adaptation au récepteur de charge, position du centre de gravité,



$$\begin{aligned}m &= 100,021\ 47\ \text{g avec } U = 0,35\ \text{mg} ; \\m &= 100,021\ 47(35)\ \text{g} ; \\m &= 100,021\ 47(0,000\ 35)\ \text{g} ; \\m &= (100,021\ 47 \pm 0,000\ 35)\ \text{g}.\end{aligned}$$

(1) voir le guide GUM (JCGM 100)

8.6.2 Déclaration de conformité

A. Mentions du constat de vérification (Masse classée par rapport à l'OIML)

Après étalonnage et avant de prononcer la déclaration de conformité, le laboratoire d'étalonnage réalise une identification des caractéristiques de la masse à vérifier obligatoirement pour certaines d'entre elles et optionnellement selon les moyens du laboratoire : forme, matériau, marquage, état de propreté, masse conventionnelle, état de rugosité (par un examen visuel), magnétisation permanente (comme défini dans le paragraphe 15 de la recommandation OIML R111-1) ... et pour toute masse plus précise que la classe F_1 , une identification du matériau utilisé pour l'ajustage.

Pour ce faire, on peut s'appuyer sur le précédent certificat ayant établi la conformité ou sur les indications du constructeur portées sur le coffret contenant la masse, en cas de doute une copie du certificat initial de classement peut être réclamé au détenteur de cette dernière.

La déclaration de conformité porte sur la comparaison, à l'erreur maximale tolérée (δm), de l'erreur de justesse ($m_0 - m_c$) de la masse augmentée de son incertitude d'étalonnage élargie (U).

Des renseignements complémentaires doivent être fournis au client pour les éléments suivants :

- le résultat de l'étalonnage avant ajustage, dans le cas où la masse a été ajustée ;
- la valeur d'une masse qui a été remplacée ;
- le cas échéant, la mention de la rénovation complète sans étalonnage préalable d'une masse ou toute intervention sur celle-ci pouvant induire une conséquence sur son suivi de traçabilité.

Dans le cadre des textes réglementaires, si une masse ne peut pas être classée, le constat de vérification doit en faire état.

B. Mentions du constat de vérification (hors textes réglementaires)

Les mêmes exigences s'appliquent pour une déclaration de conformité de masse hors textes réglementaires.

C. Règle sur la déclaration de conformité

Une évaluation de conformité implique la comparaison d'un résultat de mesure avec l'intervalle de tolérance correspondant aux exigences spécifiées. La recommandation OIML R111 stipule que la masse conventionnelle, m_c du poids ou de la masse étalon (déterminée avec une incertitude composée élargie, U) ne doit pas s'écarter de sa valeur nominale, m_0 , de plus que l'erreur maximale tolérée, δm , moins l'incertitude élargie. Ce qui est traduit par la double inégalité suivante :

$$m_0 - (\delta m - U) \leq m_c \leq m_0 + (\delta m - U) \quad (13)$$

Il est recommandé d'utiliser cette relation qui est appliquée au niveau européen et mondialement reconnue.

De plus, l'incertitude d'étalonnage élargie U avec $k=2$ et l'erreur maximale tolérée δm doivent respecter l'inégalité suivante :

$$U \leq \frac{\delta m}{3} \quad (14)$$



Notons qu'un constat de vérification (déclaration de conformité) d'un poids ou d'une masse étalon ne peut être établi sans étalonnage préalable en bonne et due forme et, pour rappel, qu'il ne peut être émis que par le laboratoire l'ayant réalisé.

D. Risques de mauvaise décision

Toute décision de conformité comporte un risque de mauvaise décision.

Avec une incertitude d'étalonnage U respectant l'inégalité (14), le laboratoire peut déclarer une masse-client conforme à sa classe d'exactitude selon OIML R111 si sa masse conventionnelle vérifie la double inégalité (13) avec un niveau de confiance minimum de 97,7 %. Ainsi, le laboratoire peut informer son client que le risque client spécifique à la déclaration de conformité de la masse considérée est inférieure ou égale à 2,3 %. Dans la plupart des cas, le risque client est très proche de zéro.

La figure 3 illustre l'un des deux cas limites où la valeur de la masse conventionnelle mesurée correspond à la limite inférieure de la zone de conformité (ou zone d'acceptation). On constate que le risque pour le client que la valeur réelle de la masse conventionnelle soit hors de l'intervalle de tolérance n'a une probabilité que de 2,3 %. Comme corolaire, le risque pour le laboratoire de déclarer une masse non conforme alors qu'elle est en réalité conforme est de 97,7 %.

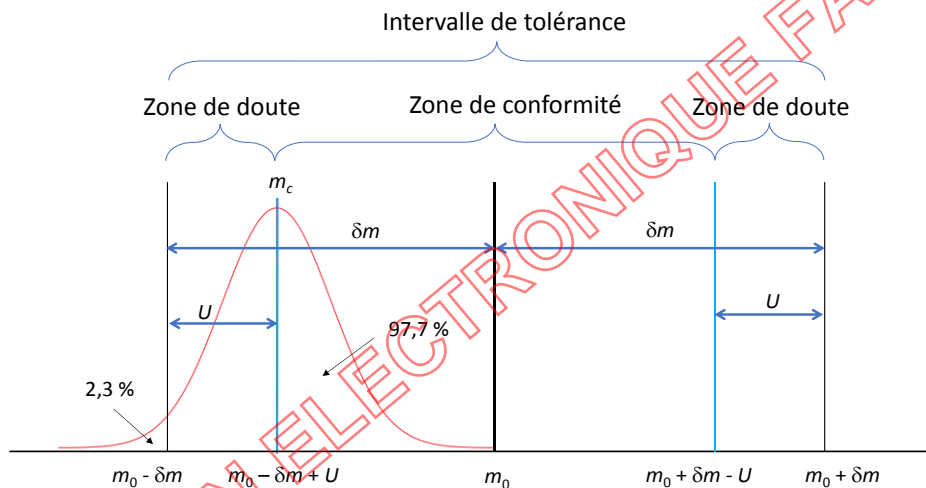


Figure 3 : Exemple où la valeur de la masse conventionnelle mesurée m_c d'un poids, déterminée avec une incertitude composée élargie U , correspond à la limite inférieure $m_0 + \delta m$ de la zone de conformité.

Nota Bene :

Un laboratoire qui a un client dont il vérifie la conformité d'une même masse depuis de nombreuses années, dispose ainsi d'un historique des valeurs d'étalonnage de cette masse qu'il peut mettre à profit pour affiner, par exemple, l'estimation des risques de mauvaise décision associés à la dernière évaluation de conformité de la masse considérée. Cet historique lui permet de déterminer une loi de probabilité « a priori » et le dernier étalonnage peut être associé à une loi de « vraisemblance » définie à partir de la moyenne et de l'incertitude-type de l'étalonnage. Dans ce cas, la décision de conformité porte sur la loi « a posteriori », qui combine la loi « a priori » et la loi de « vraisemblance » par le théorème de Bayes. Elle permet d'estimer, entre autres, les risques spécifiques associés à la dernière vérification de la masse en tenant compte de la connaissance des valeurs antérieures d'étalonnage.

Dans l'exemple donné par la figure 3, le risque client spécifique déterminé à partir de la loi « a posteriori » peut, dans le cas où l'historique montre une bonne stabilité de la masse considérée, passer d'une probabilité de 2,3 % à une probabilité quasiment nulle. Cette information sur le risque de mauvaise décision de conformité peut être communiquée au client avec la déclaration de conformité.

Les principaux documents de référence sur l'estimation des risques client-fournisseur sont le guide international JCGM106-2012 et le fascicule de documentation de l'AFNOR FD X07-039.



Ce type d'approche ne peut s'appliquer qu'à une masse conservée et utilisée de la même façon durant la période prise en compte à l'exclusion de toute situation accidentelle pouvant rompre la corrélation avec les valeurs d'étalonnage antérieures.

8.7 Assurer la validité des résultats

8.7.1 Généralités

La statistique applicable aux laboratoires d'étalonnage des masses est, dans la plupart des cas, la statistique des petits nombres. Par exemple, il est fréquent qu'un résultat d'étalonnage de masses repose sur moins de 5 déterminations ou qu'une comparaison intra ou inter-laboratoire n'implique que 2 ou 3 participants. Une manière de rendre plus fiable les estimateurs statistiques ou les scores de performance est d'effectuer le même processus de mesure, le plus souvent possible. Cela peut être mis en œuvre, par exemple, à l'occasion du ré-étalonnage des étalons de travail tous les x mois ou de la participation à une comparaison inter-laboratoires tous les ans.

Il est possible de s'appuyer sur les normes NF ISO 5725 pour les applications statistiques et la norme NF ISO 13528 pour les comparaisons interlaboratoires. La recommandation OIML R111 donne également dans ses annexes C et D quelques informations concernant l'évaluation de l'incertitude d'étalonnage et le contrôle statistique du processus d'étalonnage des poids et masses-étalons.

Dans la suite, quelques techniques statistiques simples pour la surveillance de la qualité et de la validité des résultats d'étalonnage de masses sont présentées à titre d'exemple.

8.7.2 Suivi des étalons de masse par carte de contrôle

Un suivi par carte de contrôle des étalons de référence et de travail raccordés périodiquement constitue un bon moyen pour mettre en évidence d'éventuelles dérives à long terme ou écarts accidentels intervenus entre deux raccordements. Par exemple, on peut utiliser une carte de contrôle avec des alarmes de seuil simplement sous forme graphique (voir exemple figure 4) pour le suivi d'un étalon de masse nominale et de classe d'exactitude données. Elle devrait comporter toute information utile pour expliquer, voire anticiper le comportement de l'étalon. Le choix des seuils de contrôle (résultat hors de l'intervalle de tolérance, étalon non utilisable) et de surveillance (résultat dans la zone de doute, action à engager rapidement) est essentiel pour exploiter au mieux ce type d'outil. Une action devrait être mise en œuvre à chaque fois qu'un résultat franchit l'un des seuils ou qu'une succession de résultats laisse présager un franchissement de seuil à l'étalonnage suivant.

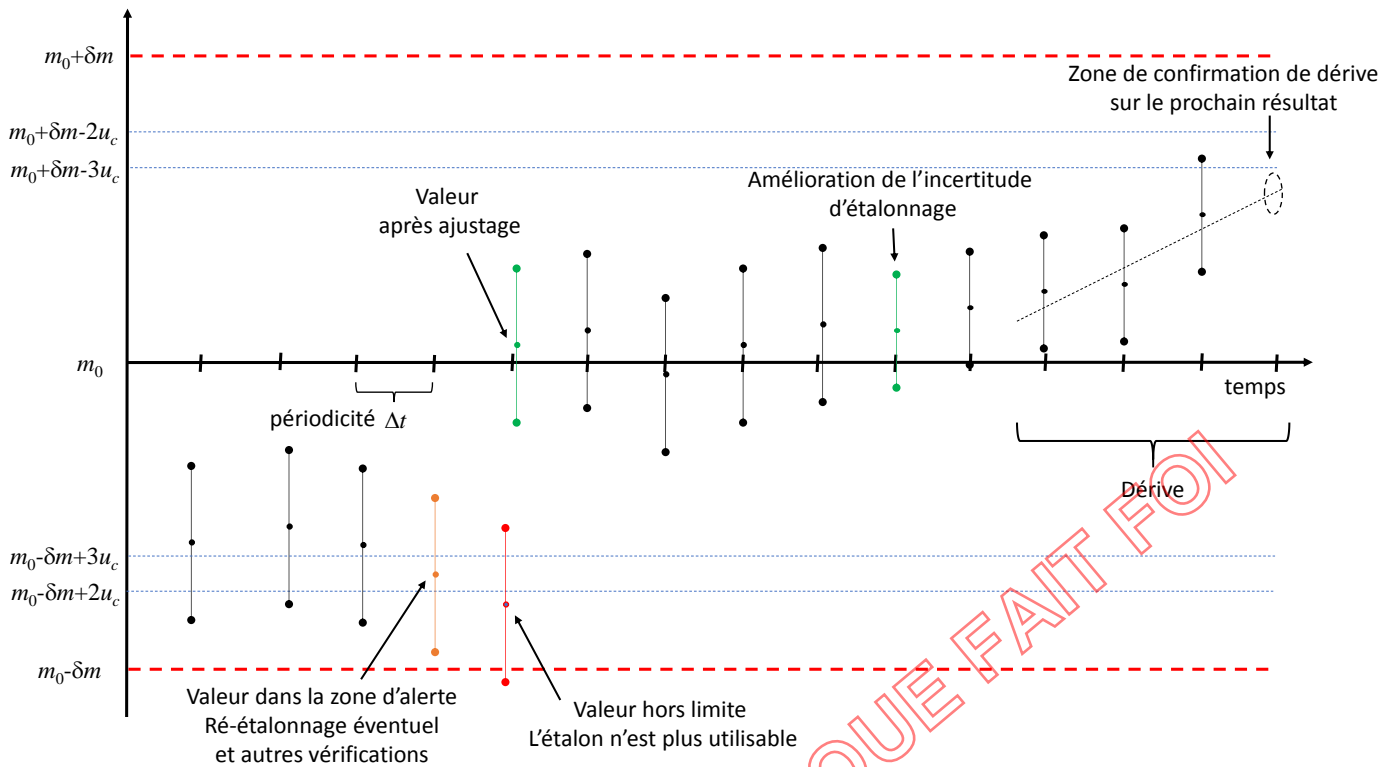


Figure 4 : Exemple de carte de contrôle graphique de suivi annuel d'un étalon de masse nominale m_0 avec δm l'erreur maximale tolérée et u_c l'incertitude-type composée d'étalonnage.

Ce suivi fournit des informations sur la stabilité des étalons de masse qui peuvent être utilisées pour ajuster la périodicité Δt de raccordement des étalons.

Pour les composantes d'incertitude d'étalonnage évaluées par une méthode de type A, on pourrait également appliquer une règle de surveillance de la valeur de l'écart-type de reproductibilité sur un nombre défini (au moins 3) de résultats successifs d'étalonnage d'une masse donnée, obtenus par différents opérateurs, par exemple.

8.7.3 Suivi des instruments de pesage par carte de contrôle

Les performances métrologiques d'un processus d'étalonnage liées à un instrument de pesage peuvent être caractérisées à l'aide d'un suivi de préférence graphique. Par exemple, on peut utiliser une carte de contrôle graphique de l'écart-type de répétabilité d'étalonnage pour une masse nominale donnée selon les conditions de répétabilité définies. On détermine au préalable des seuils d'alarme au-delà desquels une recherche de la cause de l'anomalie est déclenchée avant une intervention sur l'instrument de pesage (voire le processus lui-même) si nécessaire.

Le suivi de l'écart-type de répétabilité (reproductibilité) est un outil efficace de surveillance du comparateur. Il permet de révéler des usures, dérèglages, déformations de croisillon, frottements, il est une vraie garantie d'aptitude à l'usage.

Les seuils d'alarme sont définis de manière judicieuse en tenant compte de la dispersion « normale » de l'estimateur s_x , ce qui permet au laboratoire de ne pas avoir à reprendre ses calculs d'incertitudes figurant dans sa portée d'accréditation à chaque re-détermination des écart-types de répétabilité des comparateurs.

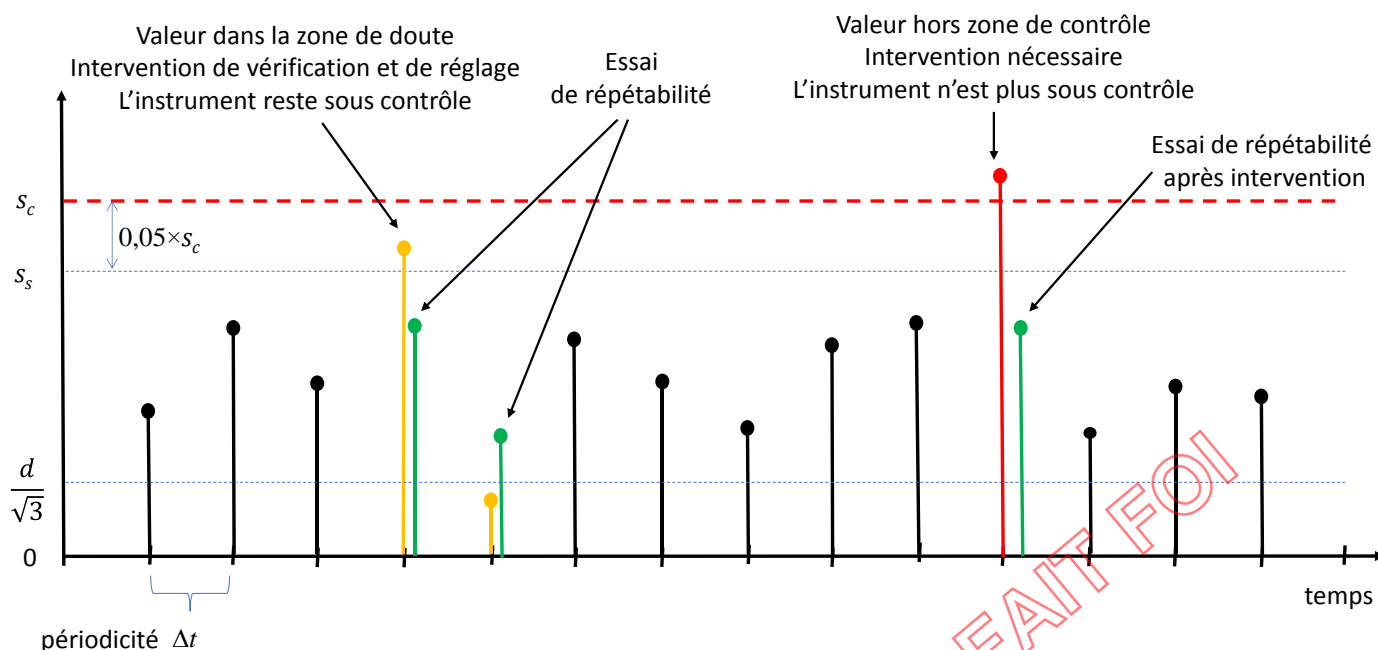


Figure 5 : Exemple de carte de contrôle graphique de suivi de l'écart-type de répétabilité d'un instrument de pesage pour des essais effectués dans des conditions de répétabilité définies, pour une valeur de masse donnée et un nombre de répétitions fixé.

Dans l'exemple de la figure 5, d représente la résolution (échelon réel) de l'instrument de pesage, s_c est l'écart-type de répétabilité limite fixé par le laboratoire (par exemple, à partir de l'historique des essais de répétabilité ou des données du constructeur de l'instrument), s_s est le seuil d'alerte fixé par le laboratoire (ici avec une marge de 5% par rapport au seuil limite s_c). Généralement, s_c correspond à la valeur u_{w1} de l'écart-type de répétabilité prise dans le calcul d'incertitude.

Là encore, on peut, par exemple, appliquer une règle de surveillance de la valeur de l'écart-type de reproductibilité sur un nombre défini (au moins 3) de résultats de répétabilité successifs.

Comme pour le suivi des étalons de masse, cette carte de contrôle peut être gérée par un logiciel informatique.

8.7.4 Analyse des résultats des comparaisons interlaboratoires

Parmi les nombreux moyens de surveillance de la qualité et de la validité des résultats d'étalonnage de masses à la disposition des laboratoires sous accréditation, il y a les comparaisons interlaboratoires auxquelles ils doivent participer de manière régulière. Si le laboratoire dispose de masses qu'il n'utilise que dans le cadre de comparaison interlaboratoires ou d'opérations justifiées de cohérence interne, il convient que ces masses soient étalonnées avec les étalons de travail.

Les laboratoires se contentent souvent d'analyser leur résultat en fonction de la valeur d'un score de performance. Même si l'utilisation des scores de performance peut paraître simple, ces indicateurs reposent sur des statistiques qui sont adaptées à l'objectif de surveillance visé et bien comprises par les laboratoires.

Parmi les scores de performance disponibles (principalement Z-score et écart-normalisé En), les laboratoires d'étalonnage de masse utilisent fréquemment l'écart normalisé En et considèrent que leur résultat d'étalonnage est satisfaisant quand En est compris entre -1 et 1. L'annexe 4 donne un exemple sur l'utilisation de l'écart normalisé.

Pour rappel, l'expression de l'écart normalisé du résultat fourni par un laboratoire h par rapport à une valeur de référence s'écrit :



$$(En)_h = \frac{x_h - x_{réf}}{\sqrt{U^2(x_h) + U^2(x_{réf})}} \quad (15)$$

- où x_h est le résultat d'étalonnage du laboratoire h ;
 $x_{réf}$ est la valeur assignée déterminée par le laboratoire de référence ;
 $U(x_h)$ est l'incertitude élargie du résultat x_h ;
 $U(x_{réf})$ est l'incertitude élargie de la valeur assignée.

Pour réduire les écueils liés aux interprétations des résultats, il est recommandé aux laboratoires de porter une attention accrue au nombre et au choix des laboratoires participants, ainsi qu'au choix de la méthode de définition de la valeur de référence, dès le début de l'organisation de la comparaison (c'est-à-dire avant de commencer à réaliser les mesurages).

8.8 Risques et opportunités

Concernant les risques et opportunités, le laboratoire peut s'inspirer d'un certain nombre de règles ou de « bonnes pratiques ». Par exemple, il peut choisir une approche par objectifs, par processus ou par tout autre item et combiner les différentes approches adaptées à la situation du moment. Un tableau en annexe 5 présente des exemples de risques techniques et des solutions possibles.

Les risques et opportunités techniques devraient répondre aux grandes lignes en termes de satisfaction du client, de respect des exigences normatives et réglementaires, de traçabilité, validité et reproductibilité des résultats, de conservation de l'intégrité des masses du laboratoire et du client et de protection des données. La figure 6 donne un exemple de visualisation au moyen d'un diagramme où toute rupture ou création de liaison pourrait correspondre à un risque ou à une opportunité.

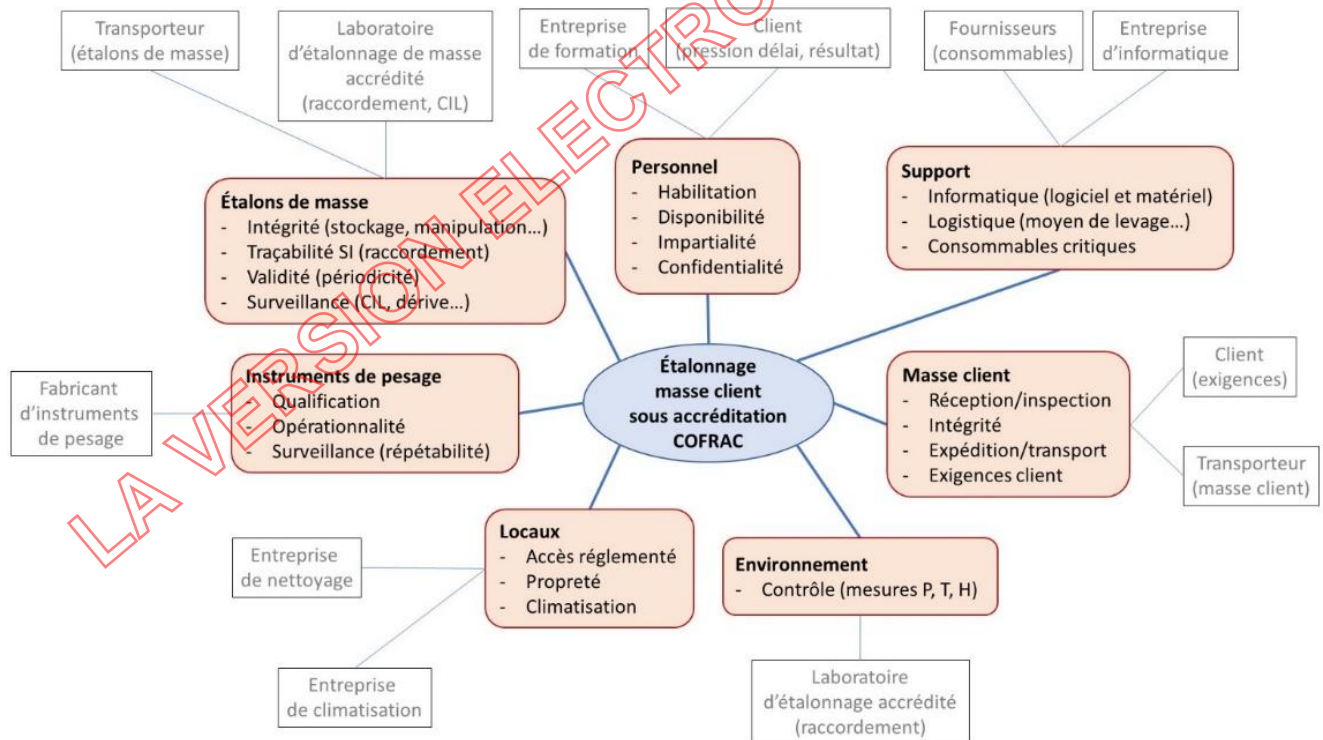


Figure 6 : Exemple de diagramme illustrant les liaisons sous l'aspect technique partant de l'activité centrale d'étalonnage de masse client sous accréditation COFRAC.



ANNEXE 1 : CALCUL DE L'INCERTITUDE SUR LA CORRECTION DIFFERENTIELLE DE POUSSEE DE L'AIR

Il est rappelé que l'incertitude de mesure associée à un résultat de mesure pour la détermination de la correction de poussée de l'air peut être estimée selon deux méthodes :

- soit par une méthode classique basée sur la loi de propagation des incertitudes (voir GUM (JCGM 100)) ;
- soit par une méthode de simulation numérique basée sur la loi de propagation des distributions (voir GUM-S1 (JCGM 101)).

Dans la suite, on développe le calcul de l'incertitude en masse conventionnelle par la méthode classique dans la section A et on donne un exemple de calcul par la méthode basée sur la loi de propagation des distributions dans la section B. La section 10 de la recommandation OIML R111 donne des informations sur la correction de poussée de l'air et dans son annexe B7 des techniques pour la détermination de la masse volumique de poids et des masses-étalons.

Nota Bene : Dans cette annexe, les expressions sont données dans le cas d'un étalonnage en masse conventionnelle à partir de l'expression (2). Toutes ces expressions peuvent être facilement transposées au cas d'un étalonnage en masse à partir de l'expression (1) en supprimant simplement le terme ρ_{a0} .

A. Méthode basée sur la loi de propagation des incertitudes :

A.1. Expressions littérales :

On obtient les expressions suivantes des coefficients de sensibilité de C_a obtenus à partir de l'expression (2) :

$$\frac{\partial C_a}{\partial \rho_a} = \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1.1)$$

$$\frac{\partial C_a}{\partial \rho_A} = \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_A^2} \quad (1.2)$$

$$\frac{\partial C_a}{\partial \rho_B} = - \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_B^2} \quad (1.3)$$

L'incertitude-type $u(\rho_a)$ de la masse volumique de l'air ρ_a donnée par l'expression (3) s'écrit :

$$u(\rho_a) = \sqrt{\left[\frac{\partial \rho_a}{\partial p} u(p) \right]^2 + \left[\frac{\partial \rho_a}{\partial H} u(H) \right]^2 + \left[\frac{\partial \rho_a}{\partial t} u(t) \right]^2 + \rho_a^2 u_f^2} \quad (1.4)$$

$u(p)$ incertitude-type de la pression atmosphérique

$u(H)$ incertitude-type du taux d'humidité relative

$u(t)$ incertitude-type de la température de l'air

u_f incertitude-type relative due à l'approximation de la formule = 2×10^{-4}

On obtient les expressions suivantes des coefficients de sensibilité de ρ_a :

$$\frac{\partial \rho_a}{\partial p} = \frac{a}{d+t} \quad (1.5)$$

$$\frac{\partial \rho_a}{\partial H} = \frac{-b \times \exp(c \times t)}{d+t} \quad (1.6)$$



$$\frac{\partial \rho_a}{\partial t} = \frac{b \times H \times \exp(ct) [1 - c(d+t)] - a \times p}{(d+t)^2} \quad (1.7)$$

On détermine les expressions des coefficients de sensibilité de C_a pour les paramètres environnementaux. Ces coefficients se déduisent de la combinaison de l'expression (1.1) et des expressions (1.5), (1.6) et (1.7) :

$$\frac{\partial C_a}{\partial p} = \frac{a}{d+t} \times \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1.8)$$

$$\frac{\partial C_a}{\partial H} = \frac{-b \times \exp(ct)}{d+t} \times \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1.9)$$

$$\frac{\partial C_a}{\partial t} = \frac{b \times H \times \exp(ct) \times [1 - c(d+t)] - a \times p}{(d+t)^2} \times \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1.10)$$

Il faut aussi tenir compte du coefficient de sensibilité relatif à l'approximation de la formule (2) où l'on considère une variable virtuelle f sans dimension :

$$\frac{\partial C_a}{\partial f} = \rho_a \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \quad (1.11)$$

Les coefficients de sensibilité de Δm_a , donné par l'expression (10), liés aux paramètres environnementaux se calculent simplement en multipliant par m_0 les coefficients donnés par les expressions (1.8), (1.9) et (1.10).

Le tableau 1.A présente la synthèse du calcul des composantes d'incertitude.

Grandeur physique	Variable d'entrée	Incertitude-type	Unité	Coefficient de sensibilité	Composante d'incertitude-type exprimée en unité de masse (kg)
	X	$u(x)$		$m_0 \frac{\partial \Delta m_a}{\partial X}$	$\left m_0 \frac{\partial \Delta m_a}{\partial X} \right u(x)$
Masse volumique	ρ_A	$u(\rho_A)$	kg m ⁻³	$m_0 \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_A^2}$	$\left m_0 \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_A^2} \right u(\rho_A)$
Masse volumique	ρ_B	$u(\rho_B)$	kg m ⁻³	$-m_0 \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_B^2}$	$\left -m_0 \frac{(\rho_a - \rho_{a0})}{\rho_B^2} \right u(\rho_B)$
Pression	p	$u(p)$	hPa	$m_0 \frac{a}{d+t} \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]$	$\left m_0 \frac{a}{d+t} \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \right u(p)$
Température	t	$u(t)$	°C	$m_0 \frac{bH \exp(ct) [1 - c(d+t)] - ap \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]}{(d+t)^2}$	$\left m_0 \frac{bH \exp(ct) [1 - c(d+t)] - ap \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]}{(d+t)^2} \right u(t)$
Taux d'humidité	H	$u(H)$	%	$-m_0 \frac{b \exp(ct) \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]}{d+t}$	$\left -m_0 \frac{b \exp(ct) \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]}{d+t} \right u(H)$
		u_f		$m_0 \rho_a \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]$	$\left m_0 \rho_a \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right] \right u_f$
Incertitude-type composée $u(\Delta m_a)$					$m_0 \sqrt{\sum \left(\frac{\partial \Delta m_a}{\partial X} \right)^2} u(x)^2$

Tableau 1.A : Synthèse du calcul des composantes d'incertitude sur la correction différentielle de poussée de l'air Δm_a lors de la comparaison dans l'air en masse conventionnelle d'un étalon A à une masse à étalonner B de même masse nominale m_0 .



A.2. Exemple d'application numérique utilisant un tableur

Cet exemple concerne l'étalonnage d'un poids de 20 kg de classe F₁ dans l'air tel que les mesures des paramètres environnementaux donnent : $p = 992$ hPa, $t = 22,7$ °C et $H = 58$ % HR avec les incertitudes-types de mesure indiquées dans le tableau 1.B.

On a supposé que : $\rho_A = (8010 \pm 200)$ kg m⁻³ et $\rho_B = (7400 \pm 400)$ kg m⁻³ sans appliquer de correction de dilatation thermique. Les écarts-types associés sont évalués à partir de fonctions de densité de probabilité (ici, on prendra une loi uniforme).

Le calcul de la correction différentielle de poussée de l'air Δm_a donne une valeur de $-7,9$ mg selon l'expression (10) avec une incertitude-type de mesure de 3,7 mg, soit en prenant un facteur d'élargissement de 2 :

$$\Delta m_a = (-7,9 \pm 7,4) \text{ mg}$$

A priori, on ne peut écarter la nécessité d'appliquer cette correction, il faut examiner plus précisément le problème. Dans le cas de l'étalonnage d'un poids ou d'une masse-étalon avec vérification de sa classe d'exactitude, on peut s'appuyer sur la double inégalité suivante, tirée des expressions (4) et (14) :

$$3m_0|C_a| \leq U \leq \frac{\delta m}{3} \quad (1.12)$$

Dans l'exemple numérique, si l'incertitude élargie accréditée U est supérieure ou égale à 24 mg, il est inutile d'appliquer la correction différentielle de poussée de l'air. Au regard de l'erreur maximale tolérée δm qui vaut 100 mg pour l'étalonnage d'un poids de 20 kg de classe F₁, les bornes numériques de la double inégalité sont définies par :

$$24 \text{ mg} \leq U \leq 33 \text{ mg.}$$

Si l'incertitude accréditée pour l'étalonnage de poids de 20 kg se situe dans cet intervalle, la vérification de la classe de ce poids peut être réalisée et la correction différentielle de poussée de l'air peut ne pas être appliquée.

variables et constantes d'entrée	quantité	incertitude-type	unité	coefficient de sensibilité	composante d'incertitude-type (kg)
p	992	5	hPa	2,4E-07	1,21E-06
t	22,7	0,2	°C	-9,0E-07	1,79E-07
H	58	3	%	-2,5E-08	7,50E-08
a	0,34848		(kg m ⁻³) (hPa ⁻¹ °C)		
b	0,009		(kg m ⁻³) (°C % ⁻¹)		
c	0,061		°C ⁻¹		
d	273,15		°C		
f		2,00E-04		2,4E-04	4,78E-08
m_0	20		kg		
ρ_{a0}	1,2		kg m ⁻³		
ρ_A	8010	115	kg m ⁻³	-1,2E-08	1,39E-06
ρ_B	7400	231	kg m ⁻³	1,4E-08	3,25E-06
ρ_a	1,16142		kg m ⁻³		
Δm_a	-7,9E-06		kg		3,7E-06

Tableau 1.B : Extrait d'une feuille de calcul Excel de l'application numérique correspondant à l'exemple d'un étalonnage d'un poids de 20 kg de classe F₁ dans l'air.



B. Calcul utilisant une méthode numérique basée sur la loi de propagation des distributions :

Plusieurs laboratoires nationaux de métrologie proposent des logiciels gratuits de méthode de simulation de Monte Carlo conformément à la méthode décrite dans le supplément 1 du GUM (GUM-S1).

B.1. Données d'entrée à partir des informations de la comparaison de deux masses de 20 kg :

Dans le cas du calcul de la correction de poussée de l'air, à chacune des variables intervenant dans les expressions (3) et (10), on associe une ou plusieurs lois de probabilité (ou fonctions de densité de probabilité) selon le principe du maximum d'entropie.

Le tableau ci-dessous présente les données d'entrée dans le cas du calcul de la correction différentielle de poussée de l'air intervenant dans le cadre de la comparaison de deux masses de 20 kg vue dans l'exemple de la sous-section A.2.

Données d'entrée	Informations disponibles ⁽²⁾	Loi de distribution assignée	Modèle	
			Variable intermédiaire de sortie	Variable principale de sortie
p	$p = 992 \text{ hPa}$; $u(p) = 5 \text{ hPa}$	gaussienne	$\rho_a = \frac{ap - bH \exp(ct)}{d + t} + \varepsilon(\rho_a)$	$\Delta m_a = m_0(\rho_a - \rho_{a0}) \left[\frac{1}{\rho_B} - \frac{1}{\rho_A} \right]$
t	$t = 22,7 \text{ °C}$; $u(t) = 0,2 \text{ °C}$	gaussienne		
H	$H = 58 \%$; $u(H) = 3 \%$	gaussienne		
$\varepsilon^{(1)}$	$\varepsilon = 0 \text{ kg m}^{-3}$; $u(\varepsilon) = 2,4 \times 10^{-4} \text{ kg m}^{-3}$	gaussienne		
a	$0,34 \ 848 \text{ (kg m}^{-3}) \text{ (hPa}^{-1} \text{ °C)}$	constante		
b	$0,009 \text{ (kg m}^{-3}) \text{ (°C \%}^{-1})$	constante		
c	$0,061 \text{ °C}^{-1}$	constante		
d	$273,15 \text{ °C}$	constante		
m_0	20 kg	constante		
ρ_{a0}	$1,2 \text{ kg m}^{-3}$	constante		
ρ_A	$7810 \text{ kg m}^{-3} \leq \rho_A \leq 8210 \text{ kg m}^{-3}$	uniforme		
ρ_B	$7000 \text{ kg m}^{-3} \leq \rho_B \leq 7800 \text{ kg m}^{-3}$	uniforme		

Tableau 1.C : Exemple de données d'entrée dans le cas du calcul de la correction différentielle de poussée de l'air.

(1) ε est une variable virtuelle centrée qui suit une loi de distribution gaussienne. Elle a pour espérance mathématique 0 et pour estimateur de sa variance $(\rho_a \times u_\varepsilon)^2 \approx (\rho_{a0} \times u_\varepsilon)^2$ où u_ε est l'incertitude-type relative due à l'approximation de la formule (1.9).

(2) Dans cet exemple, on a choisi le même cas que précédemment, c'est à dire l'étalonnage d'un poids de 20 kg par comparaison à un étalon de travail de même masse nominale.

B.2. Résultats numériques obtenus :

L'utilisateur lance ensuite la simulation pour un nombre de tirages défini ($\geq 10^6$) et le logiciel affiche toutes les informations relatives à la ou aux variables de sortie de la simulation telles que l'intervalle pour un niveau de confiance α choisi, la valeur moyenne, l'incertitude-type ou le profil de la distribution de probabilité. Généralement, ce type de logiciel offre des outils complémentaires d'ajustement et d'analyse.



		Méthode classique GUM (propagation des incertitudes)	Méthode numérique GUM-S1 ⁽¹⁾ (propagation des distributions)
ρ_{a0}	Moyenne	1,1614 kg m ⁻³	1,1614 kg m ⁻³
	Incertitude-type	6,0 × 10 ⁻³ kg m ⁻³	6,0 × 10 ⁻³ kg m ⁻³
	Intervalle élargi ⁽²⁾	[1,1495 kg m ⁻³ ; 1,1734 kg m ⁻³]	[1,1498 kg m ⁻³ ; 1,1732 kg m ⁻³]
Δm_a	Moyenne	-7,9 × 10⁻⁶ kg	-8,0 × 10⁻⁶ kg
	Incertitude-type	3,7 × 10⁻⁶ kg	3,8 × 10⁻⁶ kg
	Intervalle élargi ⁽²⁾	[-1,54 × 10 ⁻⁵ kg ; -4,50 × 10 ⁻⁷ kg]	[-1,51 × 10 ⁻⁵ kg ; -1,18 × 10 ⁻⁶ kg]

Tableau 1.D : Résultats numériques obtenus à partir des données d'entrée du tableau 1.C.

(1) Dans le cas de la méthode de Monte Carlo, le nombre de tirages de simulation a été de 1 million (nombre minimum de tirages préconisé par le GUM-S1).

(2) Les intervalles sont donnés ici pour un niveau de confiance à 95%. Pour la méthode de Monte Carlo, la loi de distribution sur la correction de poussée de l'air étant asymétrique, on a opté pour l'intervalle le plus court comme le préconise le GUM-S1.

B.3. Histogramme de la correction de poussée de l'air :

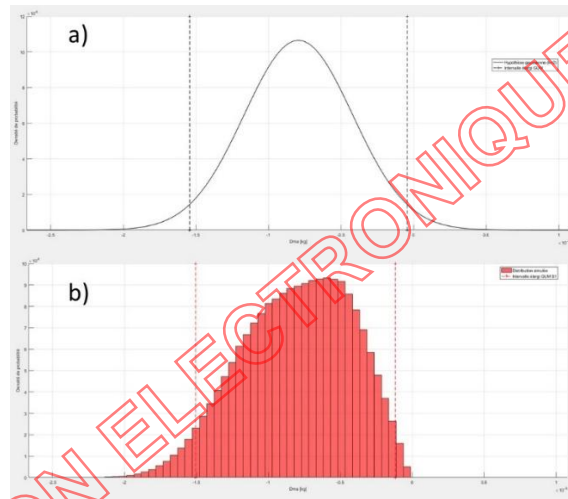


Figure 1.1 : Graphiques obtenus pour l'exemple d'application numérique en appliquant :

- a) la méthode de propagation des incertitudes ;
- b) la méthode de propagation des distributions.

Ces graphiques illustrent bien la différence des résultats obtenus par ces deux méthodes. La méthode classique de propagation des incertitudes fait l'hypothèse que le résultat suit une loi gaussienne, alors que la méthode de simulation numérique de propagation des distributions aboutit à un résultat qui ne suit visiblement pas une loi gaussienne. Ces deux méthodes donnant des résultats légèrement différents, c'est celui obtenu par la méthode numérique qui est retenu pour suivre la recommandation du GUM-S1. Dans ce cas, on ne devrait retenir que le résultat suivant :

$$\Delta m_a = (-8,0 \pm 7,6) \text{ mg}$$

Nota bene :

- *Le GUM-S1 préconise d'appliquer les 2 méthodes. Si les résultats sont comparables, la méthode de propagation des incertitudes peut être appliquée sur le cas considéré et les futurs modèles similaires, sinon il est préférable d'utiliser la méthode de Monte Carlo (propagation des distributions).*
- *Il convient de tenir compte des corrélations éventuelles et de les définir avant la simulation pour renseigner la matrice de corrélation ou la matrice de variance-covariance.*



ANNEXE 2 : EXEMPLE D'ESTIMATION D'EFFET PARASITE SUR LA REPRODUCTIBILITE DANS LE CAS D'UNE COMPARAISON INTER-OPERATEURS

Concernant les formules utilisées dans cet exemple, se reporter aux normes NF ISO 13528 et NF ISO 5725-2.

Trois opérateurs sont habilités pour effectuer le raccordement de tous les étalons de travail du laboratoire.

Une comparaison inter-opérateurs est organisée pour le raccordement de l'étalon de travail de 1 kg de classe F₂ par rapport à l'étalon de référence selon une méthode de 5 substitutions de type ABBA, suivant la procédure du laboratoire, avec le même instrument de pesage dépourvu d'échangeur automatique de masse, dans des conditions environnementales similaires.

Le tableau 2.A présente les résultats obtenus dans une feuille de calcul d'un tableur pour les différents paramètres où s_h est l'écart-type de répétabilité sur la moyenne. L'écart-type d'échantillon $S_E = 34 \mu\text{g}$ permet de quantifier l'effet inter-opérateur sur le résultat d'étalonnage. L'effet n'est pas négligeable en comparaison avec les écarts-types d'échantillon issus des essais de répétabilité de chaque opérateur s_h que représente graphiquement la figure 2.1.

1 kg F ₂							
<i>k</i>	3						
opérateur <i>h</i>	1	2	3				
résultat des déterminations <i>x_{hi}</i> (mg)	6,682	6,730	6,781				
	6,607	6,652	6,723				
	6,641	6,539	6,714				
	6,660	6,597	6,617				
	6,633	6,615	6,702				
<i>n_h</i>	5	5	5	<i>N</i>	15		
<i>x_h</i>	6,645	6,627	6,707	<i>X</i>	6,660		
<i>s_h</i>	0,028	0,071	0,059	<i>S_r²</i>	0,0031	<i>S_r</i>	0,056
<i>S_h</i>	0,013	0,032	0,026	<i>S_R²</i>	0,0090	<i>S_R</i>	0,095
				<i>S_E²</i>	0,0012	<i>S_E</i>	0,034

Tableau 2.A : Extrait d'une feuille de calcul sur tableur de l'application numérique correspondant au cas d'une comparaison inter-opérateurs

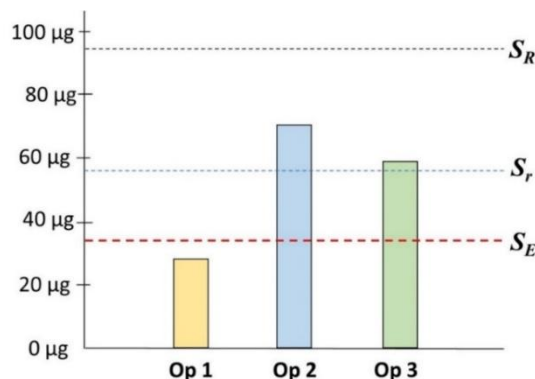


Figure 2.1 : Exemple de graphique représentant :

- les écarts-types d'échantillon s_h issus des essais de répétabilité pour chacun des 3 opérateurs ;
- l'écart-type d'échantillon de reproductibilité S_R ;
- l'écart-type pondéré d'échantillon de répétabilité S_r ;
- l'écart-type d'échantillon dû à l'effet d'opérateur S_E .



Nota Bene :

- *Dans cet exemple, le laboratoire pourrait se fixer comme objectif de réduire S_E en demandant à l'opérateur 1 de former par compagnonnage les deux autres opérateurs pour améliorer leur pratique d'étalonnage.*
- *Ce développement peut être fait pour tout autre comparaison intra-laboratoire, par exemple, si le laboratoire dispose de plusieurs instruments de pesage de même résolution pour effectuer le même étalonnage sous accréditation.*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI



ANNEXE 3 : EXEMPLE D'APPLICATION NUMERIQUE DE DETERMINATION DES COMPOSANTES D'INCERTITUDE

Exemple de détermination des incertitudes d'étalonnage d'un poids de 100 g de classe F₂ à partir d'un étalon de classe F₁ en utilisant la méthode de propagation des incertitudes

- Instrument de pesage :
 - résolution : 0,01 mg.
 - Ecart-type de répétabilité : 0,12 mg
 - correspond à l'écart-type maximum de répétabilité (écart-type d'échantillon) des valeurs obtenues lors des étalonnages de la masse de travail de 100 g effectués avec 5 déterminations. Le résultat d'étalonnage du poids de 100 g s'obtenant en faisant la moyenne des 3 déterminations réalisées successivement, l'incertitude-type de répétabilité s'établit ainsi : $u_{w1} = 0,12/\sqrt{3}$ mg
- Masse volumique de l'air (correction de poussée de l'air non appliquée) :
 - vérification de la température, de la pression et du taux d'humidité relative pour que la masse volumique de l'air ne s'écarte pas de plus de 5 % de 1,2 kg m⁻³.
- Etalon de classe F₁ :
 - CE : $mR = 100 \text{ g} + 0,29 \text{ mg}$ $U = 0,16 \text{ mg}$ ($k = 2$)
 - données du fabricant : acier inoxydable de masse volumique $(7900 \pm 140) \text{ kg m}^{-3}$.
 - pas de dérive observée dans le temps.
- Poids de classe F₂ :
 - pas d'information donnée par le client sur la masse volumique du matériau
 - limites données dans la recommandation OIML R111 $[6400 - 10700] \text{ kg m}^{-3}$.
- Reproductibilité du processus :
 - valeur déduite à partir d'une étude de comparaison inter-opérateurs $S_E = 60 \text{ } \mu\text{g}$.
- Moyenne de 3 déterminations :
 - $\bar{x} = - 0,56 \text{ mg}$

Masse nominale	Incertitude-type de répétabilité du processus d'étalonnage, u_{w1}	Incertitude-type de reproductibilité du processus d'étalonnage u_{w2}	Incertitude-type due à la résolution de l'instrument de pesage u_d	Incertitude-type d'étalonnage de l'étalon u_{mr}	Incertitude-type de pérennité de l'étalon u_{inst}	Incertitude-type due à la correction de poussée de l'air u_b	Incertitude-type composée u_c
100 g	0,07 mg	0,06 mg	0,006 mg	0,08 mg	0,08 mg	0,12 mg *	0,19 mg

Tableau 3.A : Exemple d'utilisation du tableau H pour une application numérique de détermination des incertitudes d'étalonnage d'un poids de 100 g de classe F₂.

* Sans information sur l'incertitude de mesure de la masse volumique de l'air, on détermine l'incertitude-type u_b en attribuant une distribution uniforme à l'erreur due à la non-corrrection de poussée de l'air sur l'intervalle défini par 5% de 1,2 kg m⁻³ pour la valeur maximale de $|\Delta m_a|$ avec $\rho_A = (7900-140) \text{ kg m}^{-3}$ et $\rho_B = 10700 \text{ kg m}^{-3}$.

$$m_c = (100\,000 - 0,27) \text{ mg} \quad u_c = 0,19 \text{ mg} \quad U = 0,38 \text{ mg} \quad (k = 2)$$



ANNEXE 4 : EXEMPLE D'APPLICATION DE L'EMPLOI DE L'ECART NORMALISE

Une comparaison inter-laboratoires de l'étalonnage d'un poids de 5 kg de classe F₂ est organisée entre 3 laboratoires. Le tableau 4.A présente le calcul des écarts normalisés (voir formule (15) section 9.7.4) à partir des résultats d'étalonnage obtenus dans une feuille de calcul sur tableur. Deux cas simples sont envisagés ici pour le choix de la valeur assignée :

- 1^{er} cas : la valeur assignée correspond à la valeur d'étalonnage avec l'incertitude composée élargie associée qui est déterminée par le laboratoire qui fait référence, ici le laboratoire 3 (choix justifié, par exemple, parce qu'il a participé à une comparaison nationale récente dont les résultats donnent une confiance toute particulière dans les capacités de ce laboratoire) ;
- 2^e cas : la valeur assignée correspond à la moyenne générale X avec l'incertitude pondérée élargie $U(x_{réf})$ calculée à partir des résultats des 3 laboratoires. Par exemple, on peut utiliser les expressions suivantes :

$$X = \frac{\sum_{h=1}^k \sum_{i=1}^{n_h} x_{hi}}{\sum_{h=1}^k n_h} \quad (4.1)$$

$$U(x_{réf}) = 2 \times \sqrt{\frac{\sum_{h=1}^k (n_h - 1) u_h^2}{\sum_{h=1}^k n_h - 1}} \quad (4.2)$$

avec : h numéro du laboratoire considéré

k nombre de laboratoires

n_h nombre de mesures effectuées par le laboratoire h

x_{hi} résultat de la $i^{\text{ème}}$ mesure effectuée par le laboratoire h

u_h incertitude-type associée à la moyenne des résultats de mesure du laboratoire h

De plus, un calcul de reproductibilité effectué sous la même forme que celle de l'exemple de l'annexe 2 y est inclus. Dans ce cas particulier, les x_{hi} correspondent aux valeurs des écarts par rapport à la masse nominale 5 kg, c'est-à-dire que les déterminations sont corrigées de l'écart de l'étalon de travail utilisé par rapport à la masse nominale.

On admet que les variables sont distribuées selon une loi normale et que le facteur d'élargissement est 2 pour les incertitudes élargies.



5 kg F ₂ δm = 80 mg						
k	3					
laboratoire h	1	2	3			
résultat des déterminations x _{hi} (mg)	-77	-70,6	-73,6			
	-65	-68,9	-74,2			
	-76	-69,3	-75,1			
	-71	-67,9	-72,9			
	-78	-70,1	-74,3			
				-76,1		
				-73,4		
			-74,2			
			-73,9			
			-75,2			
n _h	5	5	10	N	20	
x _h	-73,4	-69,4	-74,29	X	-72,35	
s _h	5,4	1,1	0,95	S _r ²	7,6	
S _h	2,4	0,47	0,30	S _R ²	43,9	
				S _E ²	5,8	
U _h	6,0	4,0	2,0	U(x _{réf})	4	
D _h	0,9	4,9		Δm	3,7	
1 D _h < Δm	oui	non				
En(h)	0,14	1,10				
D _h	-1,1	3,0	-1,9	Δm	3,9	
1 D _h < Δm	oui	oui	oui			
En(h)	-0,15	0,54	-0,45			

Tableau 4.A : Extrait d'une feuille de calcul sur tableur de l'application numérique correspondant à un exemple de comparaison inter-laboratoires basée sur l'étalonnage d'un poids de 5 kg de classe F₂, organisée entre 3 laboratoires.

Commentaires sur les résultats donnés dans le tableau 4.A :

Le calcul de l'effet de laboratoire sur la reproductibilité donne $S_E = 2,4$ mg et confirme une dispersion des résultats non équivalente entre les laboratoires. C'est évidemment le laboratoire 1 qui est la cause prépondérante de cette non-équivalence.

- 1^{er} cas : on calcule un critère de tolérance $\Delta m = \delta m - |x_3| - U_3$ où δm est l'erreur maximale tolérée ; dans ce cas, le laboratoire 3 est considéré comme le laboratoire de référence donnant la valeur assignée x_3 avec l'incertitude élargie U_3 .
On constate que le critère de tolérance n'est pas respecté pour le laboratoire 2. De plus, les résultats du laboratoire 2 ne sont pas satisfaisants selon l'indicateur En .
- 2^e cas : on considère maintenant la moyenne générale X comme valeur assignée avec l'incertitude élargie $U(x_{réf})$. On calcule un nouveau critère de tolérance $\Delta m = \delta m - |X| - U(x_{réf})$. Les résultats des 3 laboratoires sont satisfaisants selon ce nouveau critère de tolérance. De même, les résultats des 3 laboratoires sont satisfaisants selon l'indicateur En .

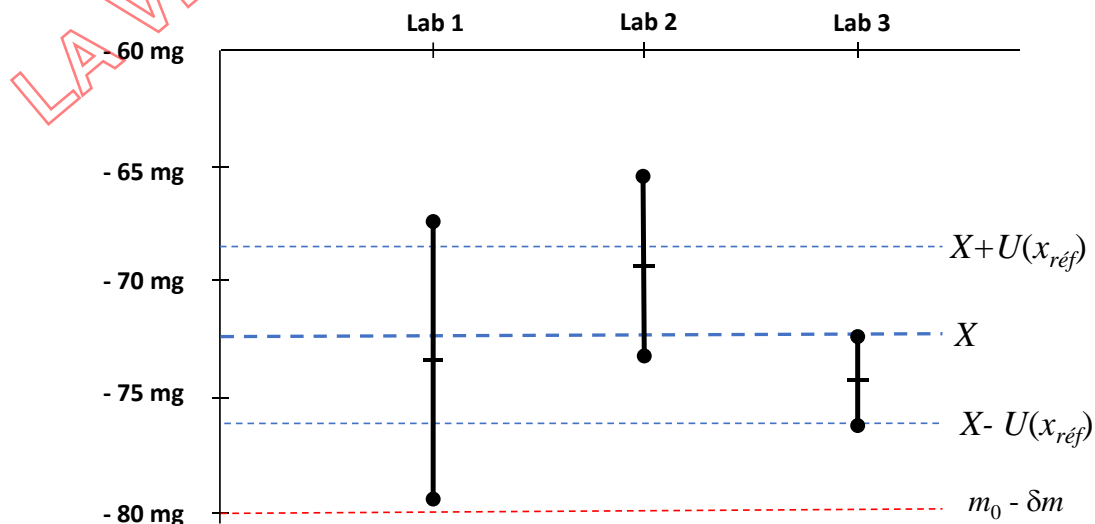




Figure 4.1 : Exemple de graphique présentant les résultats d'étalonnage encadrés de l'incertitude élargie d'accréditation pour les 3 laboratoires ainsi que la moyenne générale X encadrée par l'incertitude pondérée élargie $U(x_{réf})$. La limite inférieure de l'intervalle de tolérance est également indiquée.

Commentaires généraux :

- On voit, sur l'exemple du laboratoire 2, qu'en fonction du choix de la valeur assignée et de son incertitude associée et sans effectuer une analyse des conditions d'obtention des résultats d'étalonnage, En peut donner des indications de performance opposés. C'est pourquoi cet indicateur n'a de sens que s'il est accompagné de toutes les informations nécessaires à son interprétation.
- Dans le premier cas, la valeur assignée et le critère d'évaluation des écarts reposent sur la confiance qu'on peut attribuer au laboratoire de référence. Au vu des résultats, le laboratoire 2 devrait engager une recherche sur les causes de l'écart observé. Ces causes peuvent être d'origine interne au laboratoire lors de l'étalonnage (erreur sur l'étalon de travail, problème de climatisation du laboratoire, instrument de pesage mal réglé...) ou externe venant de l'organisation même de la comparaison (boucle de circulation de la masse à étalonner entre les laboratoires, problème lors du transport de cette masse...). Une fois la cause identifiée et corrigée, une comparaison bilatérale avec le laboratoire 3 pourrait être organisée pour confirmer l'efficacité de la correction.
- Dans le second cas, la valeur assignée et le critère d'évaluation des écarts ne sont pas indépendants des résultats des participants. Dans cette approche, il peut y avoir des biais sur la valeur assignée qui ne sont pas pris en compte. De plus, la traçabilité métrologique de la valeur assignée peut être contestable. Il aurait été souhaitable de confirmer l'existence d'une cohérence suffisante, avant de combiner les résultats et d'utiliser une technique statistique plus robuste.
- Pour réduire les écueils liés aux interprétations contradictoires des résultats, il est recommandé aux laboratoires de porter une attention accrue au nombre et au choix des laboratoires participants, ainsi qu'au choix de la méthode de définition de la valeur de référence, dès le début de l'organisation de la comparaison (avant de commencer à réaliser les mesurages).

LA VERSION ELECTRONIQUE EST PROTEGEE



ANNEXE 5 : EXEMPLES D'ANALYSE DES RISQUES ET OPPORTUNITES TECHNIQUES

Le tableau 5.A ci-dessous, présenté sous une forme rudimentaire, donne quelques exemples de risques techniques sans avoir la prétention d'être exhaustif sachant que certains risques peuvent être spécifiques à un laboratoire donné :

	Constat	Risques	Actions
Personnel	L'installation des masses sur le comparateur de 20 kg s'effectue manuellement. La seule personne qualifiée pour l'étalonnage de masse de 20 kg ne peut plus soulever de charge à la suite d'un accident.	Impossibilité de réaliser les étalonnages de masse de 20 kg	<ul style="list-style-type: none"> Mettre en place des équipements (chariot, système de levage, échangeur de masse...) permettant la manipulation sans effort des masses de 20 kg.
	Manque d'habileté et de délicatesse d'un technicien	<p>Augmentation de la dispersion des résultats de comparaison</p> <p>Impact sur l'incertitude d'étalonnage des masses client</p> <p>Dégradation de l'intégrité des masses</p> <p>Perte de petites masses (fils)</p>	<ul style="list-style-type: none"> limiter la plage de qualification du technicien Augmenter le nombre de déterminations S'équiper de moyen de manipulation sans effort presseur (crochet, fourche...)
Équipements	Tous les logiciels informatiques d'acquisition, de traitement des données et de pilotage automatisé des comparateurs de masse ont été développés par un informaticien externe au laboratoire.	Perte de maîtrise des comparateurs de masse par absence d'accès aux sources logicielles.	<ul style="list-style-type: none"> Récupérer toutes les sources logicielles et la documentation technique associée. Nommer un référent informatique interne assurant un lien technique avec l'informaticien externe.
	<p>Le laboratoire utilise ses étalons de références comme étalons de travail du fait du manque de performance de ses comparateurs.</p> <p><i>N.B. : Pour des raisons de fiabilité des moyens, il est déconseillé qu'un laboratoire n'ait pas d'étalons de référence, mais dans ce cas de figure, il réalise le raccordement de ses étalons de travail en externe. Le laboratoire a à charge de s'assurer du maintien de pérennité de ces étalons dans un tel contexte.</i></p>	<p>Atteinte à l'intégrité des étalons de travail (de référence) pendant le transport.</p> <p>Incapacité du laboratoire à réaliser les prestations pendant le raccordement externe de ses étalons.</p> <p>Impossibilité de s'assurer en interne de la pérennité des étalons en cas d'atteinte à leur intégrité (chute, contamination etc.)</p>	<ul style="list-style-type: none"> Etablir des préconisations relatives aux conditions de transport. Justifier le choix du processus de raccordement externe, notamment quant aux niveaux de risques et aux moyens de surveillance mis en œuvre. Définir les périodes et les délais des raccordements externes et informer les clients du calendrier de réalisation des prestations. Avoir à disposition un jeu d'étalon en double servant de témoin permettant par comparaison d'identifier une dérive de ses références Programmer des vérifications périodiques pour déclencher un éventuel raccordement externe anticiper en définissant des seuils d'alerte pertinents Remplacer les comparateurs par des comparateurs plus performants et acquérir des étalons de travail pour pouvoir maintenir sa portée en ayant un schéma classique de traçabilité (Référence-Travail-Client)



	Constat	Risques	Actions
	Moyen inapproprié pour la manipulation des masses client (ex : gants, pince, crochet, etc..).	Impact sur l'intégrité physique des masses client en termes de détérioration et de contamination de leur surface. Dérive de la valeur des masses client.	<ul style="list-style-type: none"> • Décrire dans la documentation les moyens appropriés à utiliser pour la manipulation que ce soit pour les étalons du laboratoire ou pour les masses client selon leur classe considérée. • Acquérir de moyens de manipulation appropriés aux masses client. • Sinon, demander au client de fournir ses propres moyens de manipulation de ses masses.
	Reproductibilité dégradée d'un comparateur équipé d'un échangeur de masse (usure, dérèglement de position)	Augmentation de la composante d'incertitude du comparateur Impact sur l'incertitude d'étalonnage des masses client	<ul style="list-style-type: none"> • Intervenir les positions à mi-étalonnage en prenant dans le calcul du résultat Mclient-Elabo, la moyenne des écarts obtenus (attention au signe) • Faire intervenir le constructeur
Installations	Le soufflage de la climatisation du laboratoire est trop puissant et perturbe la stabilité de l'indication des comparateurs de masse.	Dégradation de la répétabilité des résultats de pesée. Biais systématique sur les résultats de pesée.	<ul style="list-style-type: none"> • Déplacer la position des comparateurs en choisissant l'endroit le moins perturbé par les mouvements d'air. • Installer des déflecteurs ou une toile diffusante devant les bouches de soufflage de la climatisation. • Équiper de pare-brise les comparateurs sensibles au courant d'air.
	Instabilité thermique de la salle induisant des perturbations d'affichage des comparateurs.	Dégradation de la répétabilité des résultats de pesée. Biais systématique sur les résultats de pesée.	<ul style="list-style-type: none"> • Masquer les ouvertures pour supprimer l'échauffement par rayonnement. • Renforcer l'isolation des murs. • Créer un SAS d'accès avec une temporisation imposée des deux portes.
	Présence de vibration transmise par le sol	Dégradation de la répétabilité des résultats de pesée. Biais systématique sur les résultats de pesée.	<ul style="list-style-type: none"> • Eloigner les sources de vibration (transformateur, machine...) • Améliorer l'isolation des tables (patins anti-vibratiles) • Programmer les étalonnages en dehors des périodes de fonctionnement des machines incriminées (par exemple circulation de trains)
Procédures	Surface de la masse client visuellement sale ou dégradée (trace de graisse, rouille, résine écaillée...)	Contamination possible de l'étalon de travail et du plateau de l'instrument par la masse client.	<ul style="list-style-type: none"> • Recourir à un élément avec une face inférieure propre que l'on interpose entre le plateau et la masse client et que l'on pose au-dessus de l'étalon de travail pour sa pesée. • Contacter le client pour signaler l'état de sa masse. • Définir une action avec le client <ul style="list-style-type: none"> - retour au client pour nettoyage ou remise en état - procédure de nettoyage ou remise en état appliquée par le laboratoire - refus d'étalonnage de la masse client...



	Constat	Risques	Actions
	<p>Etalon de travail et masse client visuellement quasi identique.</p> <p>Exemples :</p> <ul style="list-style-type: none">- l'identification ne diffère que par un chiffre ou une lettre ;- petites masses soit sous forme de fils, soit sous forme de lamelles.	<p>Inversion des masses A et B au cours d'un cycle ABBA réalisé manuellement.</p>	<ul style="list-style-type: none">• Définir des emplacements bien distincts pour les masses A et B.• Remplacer les étalons présentant un risque de confusion avec une forme ou un marquage spécifique• Faire marquer ses étalons par gravure pointe diamant, laser, sablage, étalonnage avant et après gravure.• Pour les petites masses, disposer d'une série d'étalons de travail en forme de fil pour étalonner des masses lamelles client et, inversement, d'une série en forme de lamelle pour étalonner des masses client en forme de fil.
	<p>Le résultat d'étalonnage d'une masse client donné par le comparateur de masse semble être affecté par un effet magnétique de la masse client.</p>	<p>Erreur significative sur le résultat d'étalonnage de la masse client</p>	<ul style="list-style-type: none">• Faire des essais de pesée en intercalant des cales de différentes hauteurs, en matériau léger et amagnétique, entre le récepteur de charge et la masse client jusqu'à l'obtention d'un résultat stable.• Sinon, refuser de réaliser l'étalonnage de la masse client.
	<p>Le résultat d'étalonnage semble être affecté par un effet dû à la forme de la masse client (disque de balance de pression par exemple) lié à un phénomène de convection ou d'appui sur le plateau.</p>	<p>Erreur significative sur le résultat d'étalonnage de la masse client</p>	<ul style="list-style-type: none">• Changer d'étalon en utilisant une masse de travail ayant une forme plus proche de celle de la masse client (par exemple disque pour disque).• Prévoir un masque tare à interposer ayant un encombrement englobant les formes des masses du laboratoire comme du client pour obtenir un effet de convection identique.• Placer une semelle tare de répartition de la charge pour que le plateau ne voit pas de changement dans l'application de la force lors du chargement de l'étalon de travail ou de la masse client.
	<p>Horizontalité de la balance incorrecte</p>	<p>Biais possible sur les résultats de comparaison</p>	<ul style="list-style-type: none">• Mode opératoire ou procédure incluant mise à niveau• Formation des opérateurs au réglage de l'horizontalité• Équiper l'opérateur d'un niveau à bulle conforme pour traiter les balances qui en sont dépourvu ou dont le niveau à bulle est HS
	<p>Stockage des masses clients dans un local non chauffé</p>	<p>Effet de convection lors de l'étalonnage Risque de condensation d'eau sur les masses lié à la température et l'humidité de l'air (accumulation possible d'eau si la masse possède des cavités)</p>	<ul style="list-style-type: none">• Adopter les temps de stabilisation de la température des masses avant étalonnage préconisés dans la recommandation OIML R111.• Surveiller les conditions ambiantes de stockage et mettre les masses dans un local tempéré en cas de doute.
	<p>Stockage des masses clients dans un local non chauffé</p>	<p>Effet de convection lors de l'étalonnage Risque de condensation d'eau sur les masses liées à la température et l'humidité de l'air (accumulation possible d'eau si la masse possède des cavités)</p>	<ul style="list-style-type: none">• Adopter les temps de stabilisation de la température des masses avant étalonnage préconisés dans la recommandation OIML R111.• Surveiller les conditions ambiantes de stockage et mettre les masses dans un local tempéré en cas de doute.



	Constat	Risques	Actions
Réception/expédition	Réception de masses de forte valeur nominale ayant subi des basses températures durant son transport.	Effet de convection lors de l'étalonnage Risque de condensation d'eau sur les masses liées à la température et l'humidité de l'air (accumulation possible d'eau si la masse possède des cavités)	<ul style="list-style-type: none"> • Stocker les masses dans un local chauffé sans déballage pendant 24 h avant d'ouvrir la caisse de transport
	Envoi par erreur au client d'un étalon de travail du laboratoire au lieu la masse client étalonnée.	Atteinte à l'intégrité de l'étalon de travail. Perte possible de traçabilité de l'étalon de travail. Interruption des prestations pour la valeur de masse concernée le temps de récupérer l'étalon.	<ul style="list-style-type: none"> • Ré-étalonnage de l'étalon de travail à son retour au laboratoire. • Renforcer le contrôle de l'identification des masses à expédier dans leur boîte à la mise en zone d'expédition et juste avant l'expédition. • Remplacer les étalons par des étalons mieux différenciés de ceux des clients
	Dégradation des masses et/ou des coffrets durant le transport	Doute sur la validité de l'étalonnage	<ul style="list-style-type: none"> • Dispositions prises pour revoir le conditionnement des masses avant leur retour avec éventuellement un renforcement de ce dernier. • Revoir la sélection des prestataires assurant le transport et renforcer leur évaluation. • Choisir un transport « porte à porte » pour les cas critique. • Préconiser un enlèvement par le personnel du client.
	Pour des questions de conditions de transport et de coût, le laboratoire ne peut pas envoyer à étalonner ses masses de référence supérieures à 100 kg (cas typique pour les laboratoires des DOM-TOM).	Impossibilité d'étalonner les étalons de référence de forte valeur. Impossibilité de participer à des CIL pour ces valeurs d'où perte de traçabilité et de validité pour les étalons en question.	<ul style="list-style-type: none"> • Disposer d'un nombre suffisant d'étalons de travail correspondant à la plus forte valeur de masse qu'il est possible de raccorder en externe (étalons de 100 kg par exemple). • Mettre en place un processus de cohérence interne pour raccorder, par combinaison en série fermée, les étalons de travail de valeur plus élevée. • Dégrader les incertitudes d'étalonnage de ces étalons en conséquence due, en particulier, aux corrélations.

Tableau 5.A : Tableau d'analyse de risques techniques organisés par grande rubrique du processus d'étalonnage, donnant pour chaque constat d'une situation, les risques et les actions à mettre en œuvre pour pallier ces risques

Le traitement des risques liés aux constats précédents peut être associé à une opportunité de développement, d'extension, de renouvellement d'installation ou d'équipement. Des exemples sont présentés dans le tableau 5.B ci-après :

Constat	Opportunité
Le laboratoire ne dispose plus d'opérateur pour réaliser les étalonnages manuels à 20 kg	<ul style="list-style-type: none"> • Automatiser la manutention et les opérations de pesée pour améliorer l'offre d'étalonnage en réduisant l'incertitude (extension de portée d'accréditation) (comparateur robotisé et si besoin remplacement de l'étalon). • Embaucher un jeune de constitution adéquate pour manipuler des masses de 20 kg • Promouvoir le technicien handicapé à une fonction d'encadrement et.
Instabilité due au soufflage de la climatisation	<ul style="list-style-type: none"> • Fiabiliser les étalonnages en adoptant un système de conditionnement de l'air par plafond diffusant avec une meilleure homogénéité et stabilité de la température.
Incidents de transport à répétition	<ul style="list-style-type: none"> • Réduire les délais, la durée et le coût des transports en profitant de la reconstruction du laboratoire pour le réimplanter dans une zone pertinente par rapport à la répartition géographique et aux voies d'accès des principaux clients.

Tableau 5.B : Tableau présentant des opportunités au laboratoire d'étalonnage des masses.