

ASSURER LA QUALITE DES RESULTATS D'ESSAI ET D'ETALONNAGE

Assuring the quality of test and calibration results

Soraya Amarouche

Armelle Picau

Olivier Pierson

Raphaël Deal

Laboratoire National de Métrologie et d'Essais

LNE

1, rue Gaston Boissier

75724 Paris Cedex 15

Résumé

La validation d'un processus de mesure selon la norme ISO 17025[1], commence avec l'expression du besoin du client et se termine par la déclaration de l'aptitude du processus à le satisfaire. Par cette démarche, on s'assure donc en amont de la qualité des futurs résultats.

Mais il est rare de trouver des processus de mesure qui intègrent des outils qui permettent de s'assurer de la qualité des résultats en aval. Cette surveillance est d'autant plus nécessaire lorsqu'il n'existe pas de matériau de référence et que les équipements sont soumis à des contraintes techniques qui peuvent conduire à des dérives. Il faut donc recourir à l'utilisation d'outils d'aide à la décision pour détecter une éventuelle tendance ou anomalie dans le processus de mesure et ainsi rester dans la validation en amont.

L'informatisation croissante des bancs d'essai et de mesure rend possible un enregistrement de toutes les données et une exploitation statistique et graphique en temps réel. De plus cette exploitation en continu des résultats sert aussi à l'amélioration de l'estimation de l'incertitude de mesure.

Au LNE, la modification technique et informatique des bancs d'essai d'éclatement des préservatifs a permis l'application de cette approche.

Abstract

According to ISO 17025[1], the validation of a measurement process begins with expressing the need of the customer and ends with a statement as to whether the process is fit for the intended use. This approach carried out beforehand ensure the quality of results to come.

However it is unusual to find measurement processes which integrate tools allowing to ensure the quality of results afterwards . This supervision is all the more necessary since no reference material is available and test equipment is submitted to technical constraints which may lead to a drift. Therefore, the use of decision-helping tools is required in order to detect potential trends in the measurement process.

The increasing computerization of test and measurement equipment allows records of every data and statistical and graphic exploitation in real time. Moreover, this continuous exploitation is also used for improvement of the estimation of uncertainty of measurement.

At LNE, the recent technical and computing change of condom bursting test equipment allowed the implementation of this approach.

LA VALIDATION EN AMONT

Le processus de validation ISO 17025

La validation d'un processus de mesure selon la norme ISO/CEI 17025[1], commence avec l'expression du besoin du client et se termine par la déclaration de l'aptitude du processus à le satisfaire (figure1).

Par cette démarche, on s'assure donc en amont, lors de la mise en place de la méthode de mesure, de la qualité des futurs résultats.

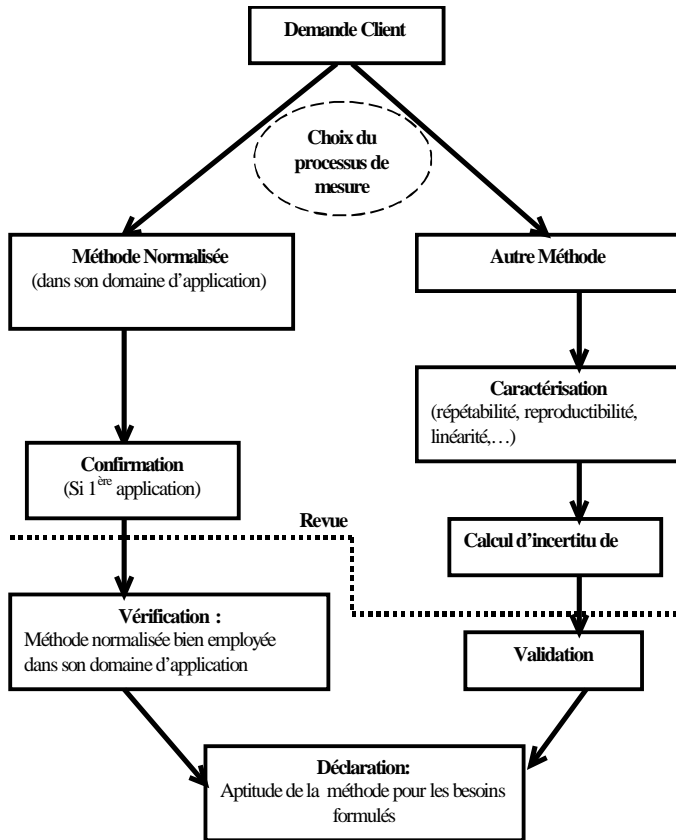


Figure 1 : Schéma du processus de validation selon la norme ISO/CEI 17025

Lorsque le processus de mesure¹ n'est pas normalisé, la démarche de validation repose sur

- Le développement d'une méthode
- La caractérisation de cette méthode (répétabilité, reproductibilité, justesse, linéarité,...)
- L'évaluation de l'incertitude qui sera associée au résultat de mesure.

⇒ La validation devient alors un processus plus long qui nécessite des études et exploitations statistiques.

¹ On peut définir le processus de mesure comme une méthode de mesure au sens large

Lorsque le processus de mesure est normalisé, la norme ISO/CEI 17025 suppose que:

- La caractérisation de la méthode a été effectuée lors de son développement.
- L'incertitude générée par la méthode est déjà calculée.

⇒ Il faut tout de même s'assurer que l'on applique correctement la méthode normalisée.

Mais quel que soit le type de méthode de mesure, normalisée ou pas, la démarche de validation 17025 s'applique. Les deux situations se distinguent par la complexité de certaines étapes pour déclarer l'aptitude de la méthode à répondre aux besoins formulés par le client.

Pour les méthodes normalisées, il existe parfois des étapes supplémentaires qui sont supposées acquises dans cette démarche. Pour comprendre les cas nécessitant ce besoin, il est important de comprendre la structure d'un processus de mesure.

Le processus de mesure (ou méthode de mesure)

Un processus de mesure (figure 2) peut se composer de une à trois étapes au maximum.

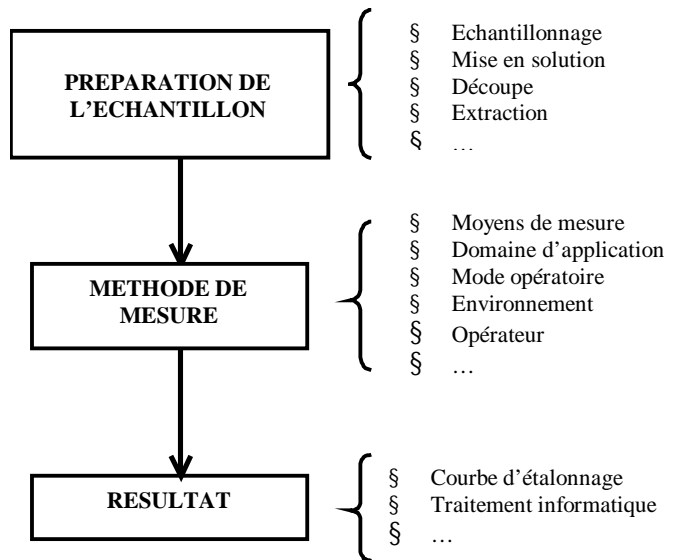


Figure 2 : Décomposition du processus de mesure

L'étape de base incontournable reste la méthode de mesure ou d'analyse. En effet l'échantillon peut être prêt à l'emploi et le résultat brut celui attendu par le client.

Lorsque l'on parle d'un processus normalisé, on se place dans le cas de figure où tout est défini dans chacune des 3 étapes (moyens de mesure, conditions d'environnement, etc....) Or il existe des processus normalisés qui laissent le

choix du développement de la méthode ou d'une partie de la méthode en imposant des exigences à respecter et qui garantissent son statut de méthode caractérisée.

On se retrouve alors dans le cas d'une validation à 2 niveaux, la validation selon la 17025 qui doit déclarer l'aptitude de la méthode à répondre aux besoins du client (figure 1) et une validation "intra" par rapport aux exigences de la méthode normalisée.

Exemple d'une méthode normalisée avec validation intra

La méthode normalisée sur la détermination du volume et de la pression à l'éclatement de préservatifs[3] servira d'exemple pratique tout au long de cet article.

Cette méthode normalisée a été déclarée apte à répondre aux besoins de quantifications du volume et de la pression à l'éclatement des préservatifs en latex.

Une partie de la méthode normalisée² permet d'appliquer une validation "intra méthode", cette partie est la suivante :

"Un dispositif de mesure de la pression et du volume permettant

- 1) *une limite d'erreur maximale³ admise de $\pm 3\%$ pour des volumes supérieures à 10 dm^3 , quelle que soit la méthode utilisée pour mesurer ce volume ;*
- 2) *de mesurer la pression d'éclatement du préservatif avec une limite d'erreur maximale admise de $\pm 0,05 \text{ kPa}$.* "

Dans un souci constant d'amélioration, les bancs de mesure d'éclatement du LNE ont été modifiés pour prendre en compte le retour d'expériences. Cette modification des bancs a intégré la validation des spécifications de la méthode normalisée. Le développement du banc s'est fait en plusieurs étapes.

Modélisation du phénomène

Nous ne détaillerons que le volume à l'éclatement dans la suite de cet article.

Un préservatif est gonflé avec de l'air, et le volume et la pression requis pour faire éclater le préservatif sont enregistrés (figure 3)

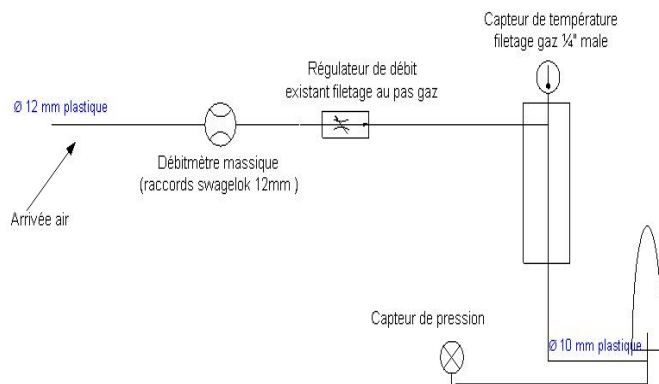


Figure 3 : schéma du banc d'essai

Le volume à l'éclatement ($V_{éclat}$) est obtenu par le calcul suivant :

$$V_{éclat} = \frac{M_{gaz}}{\rho}$$

avec

M_{gaz} : masse de gaz dans le préservatif
 ρ : masse volumique de l'air avec la température à l'éclatement en kg/m^3

On obtient les deux grandeurs de la façon suivante :

$$M_{gaz} = \int_0^{t_{éclatement}} Q_m \times dt$$

avec Q_m débit massique kg/s , intégré sur la durée entre le gonflage et l'éclatement.

et

$$\rho = \frac{0.34848 \times P - 0.009024 \times H \times e^{0.061 \times T}}{273.16 + T}$$

avec

P : pression absolue en hPa
 H : humidité relative en %
 T : température $^{\circ}\text{C}$

b) Choix du matériel

La sélection du matériel qui constitue le banc d'essai repose sur plusieurs critères :

- § Domaine d'utilisation du matériel
- § Installation possible sur le banc
- § Performance annoncée par le fabricant

Pour appuyer ce choix a priori, il est impératif de recourir à une simulation de l'incertitude.

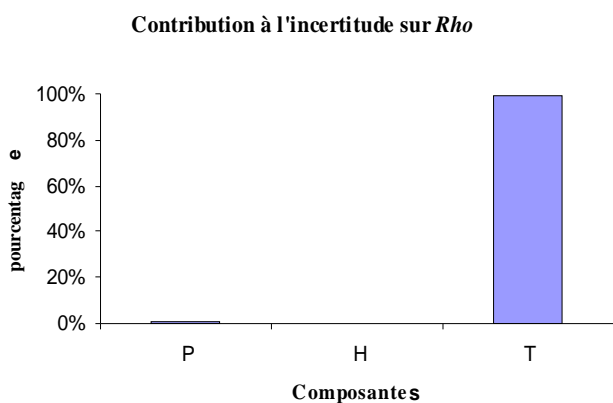
² la méthode se trouve en annexe G de la norme [3]

³ Nous avons considéré cette erreur comme une incertitude élargie maximale.

c) Simulation de l'incertitude

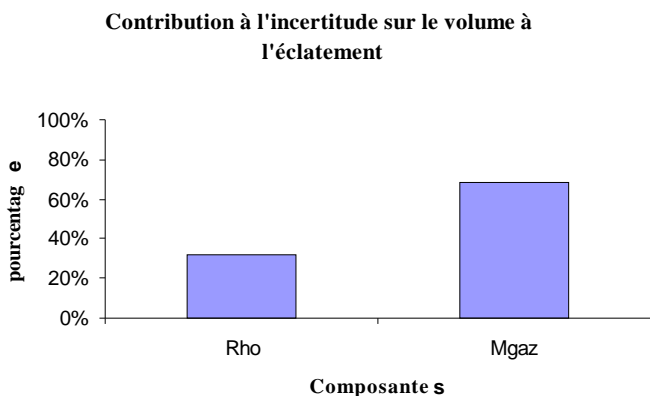
Le calcul d'incertitude du banc a été réalisé à partir de diverses informations (constructeur, vérifications, étalonnages,...) et a permis de mettre en évidence la contribution de chaque composante (pression, température...) dans l'incertitude du banc et d'optimiser le choix final des instruments pour atteindre une incertitude élargie maximale de $\pm 3\%$.

Incetitude sur la masse volumique ρ (ou *Rho*)



On remarque que la composante principale dans l'incertitude de la masse volumique est la température. Avant de prendre une décision, il est important de connaître la contribution de ρ dans l'incertitude sur le volume.

Incetitude sur le volume



On remarque que l'incertitude vient en grande partie de la masse de gaz dans le préservatif.

Mesurande	Valeur en l	Incetitude type en l	Incetitude $U (k =2)$ en l
Volume à l'éclatement	19,94	0,18	0,36
			1,81%

L'incertitude finale est acceptable puisqu'elle se situe dans la spécification imposée par la norme. Nous pouvons donc valider la conception et lancer la réalisation du banc. La simulation a été réalisée pour différents volumes d'éclatement possibles pour les préservatifs en latex et cette incertitude décroît avec le volume.

L'incertitude sur le résultat fournie au client prend en compte d'autres facteurs d'influence comme l'effet opérateur, l'hétérogénéité du matériau, la répétabilité de la mesure,....

En conclusion, la première partie de la mise en place de la méthode est atteinte, la validation en amont. Nous allons maintenant nous intéresser aux outils pour confirmer en continu la qualité des résultats. Cette démarche constitue la validation en aval.

LA VALIDATION EN AVAL

La norme ISO 17025 spécifie dans son paragraphe 5.9 que " Le laboratoire doit disposer de procédures de maîtrise de la qualité pour surveiller la validité des essais et des étalonnages. Les données résultantes doivent être enregistrées de telle sorte que les tendances sont détectables et, lorsque cela est faisable, des techniques statistiques doivent être appliquées à l'examen des résultats."

Ce paragraphe de la norme est souvent omis, alors qu'il garantit la pérennité de la validation en amont.

Lors de la modification du banc, nous avons intégré dans le logiciel de pilotage des outils d'exploitation qui pour un retour d'information maximal ne nécessitent pas d'intervention systématique de l'opérateur.

Les graphiques de suivi en temps réel

L'objectif de ce type de graphique (figure 4) est de suivre en temps réel pour chaque préservatif la pression et le débit jusqu'à l'éclatement. Les informations issues de ces graphiques permettent de valider ou d'invalider des essais si l'on suspecte un problème (mauvais positionnement, déchirure, capteur de pression,...).

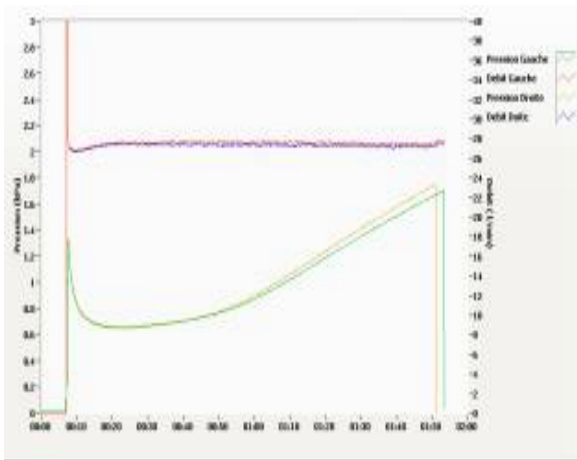


Figure 4 : pression et débit dans le préservatif au cours de l'essai et jusqu'à l'éclatement (courbes en haut : pression ; courbes du bas : débit).

Les tests statistiques

Le banc d'essai est équipé de deux cabines, une cabine gauche et une cabine droite qui permet à l'opérateur de réaliser plus rapidement les essais sur un lot de préservatifs.

Il faut s'assurer que l'une des deux cabines ne donne pas de résultats biaisés. Un premier outil visuel est proposé à l'opérateur qui est la représentation des résultats à gauche et à droite par des graphiques type nuage de points (figure5).

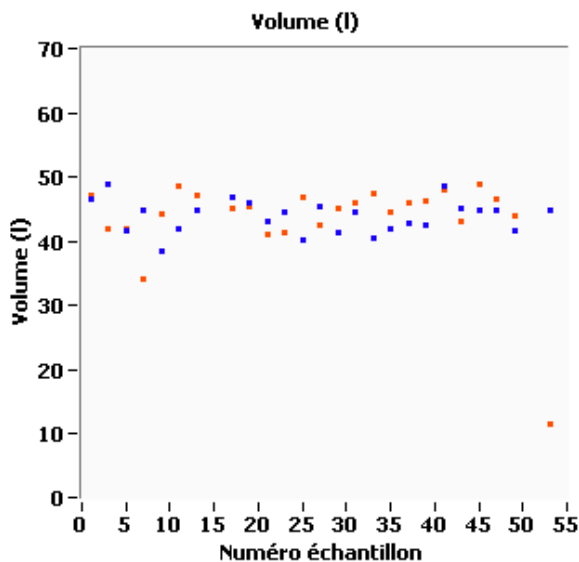


figure 5 : volume à l'éclatement dans l'ordre de réalisation (en rouge ou gris clair pour la cabine gauche, en bleu ou noir pour la cabine de droite)

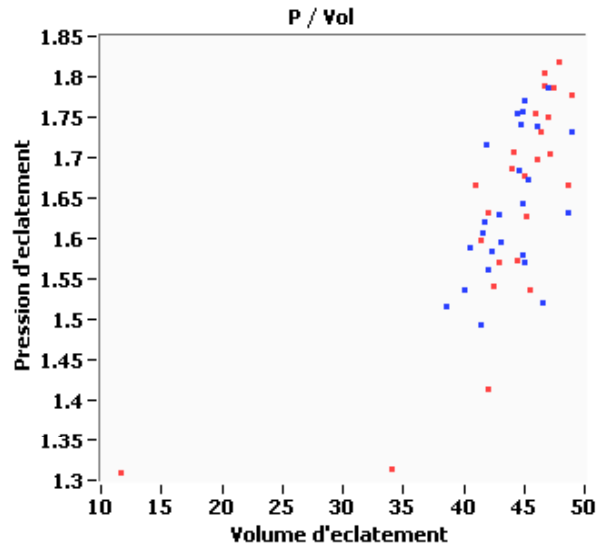


figure 6 : Modélisation de la pression en fonction du volume (en rouge ou gris clair pour la cabine gauche, en bleu ou noir pour la cabine de droite)

Pour automatiser la vérification, on se heurte comme souvent dans les essais à l'absence d'un matériau de référence. Nous sommes donc obligés de travailler sur les objets de l'essai, les préservatifs. Il est donc nécessaire pour limiter l'effet préservatif dans le test qui a pour objectif de détecter un écart droite-gauche dû à la machine d'éliminer, si nécessaire, les éventuelles valeurs aberrantes dû au matériau.

Il faut donc au préalable faire un test d'homogénéité des résultats individuels (exemple test de Grubbs) puis tester l'écart droite-gauche par un test de comparaison de moyenne (exemple test de Student). Les valeurs éliminées par le test d'homogénéité des valeurs individuelles sont conservées pour le rapport d'essai puisqu'elles caractérisent le produit. Le graphique pression-volume (figure 6) met en évidence graphiquement les valeurs aberrantes et confirme visuellement les tests appliqués.

Les tests sont effectués en boucle à partir de 20 essais et si un écart est observé, cela déclenche un arrêt des essais et évite d'effectuer la totalité des essais qui peuvent aller jusqu'à 250 préservatifs pour un même lot.

Lorsque le test révèle un écart significatif, une action corrective est menée pour rétablir le banc d'essai dans les spécifications de la méthode validée en amont.

Les cartes de suivi dans le temps

Pour chaque banc d'essai-on en compte - actuellement 6 au LNE - l'écart droite-gauche de chaque lot de préservatifs testé est indiqué sur une carte de suivi. Cette cartographie de la machine à du long terme permet de détecter une éventuelle dérive.

Conclusion

Actuellement, les laboratoires appliquent principalement dans leur démarche de validation selon la norme ISO 17025, la démarche en amont. Pour être exhaustif dans cette approche, il faudrait faire passer dans les habitudes la mise en place d'une validation en aval.

L'exemple décrit montre que cette seconde partie peut être bien intégrée dans le processus, dans la mesure où elle s'appuie sur les résultats des prestations.

Références

[1] ISO/CEI 17025 Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, décembre 1999.

[2] Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, 2nd édition, Genève, Organisation Internationale de Normalisation, 1995.

[3] NF EN ISO 4074 (septembre 2002), Préservatifs masculins en latex de caoutchouc naturel : Exigences et méthodes d'essai.