

# COMPARAISON DE METHODES POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE SUR UNE FONCTION D'ETALONNAGE

Nathalie Sugliano

Centre Technologique Méditerranéen de Métrologie (CT2M)  
Route de Lançon, Centre des Creusets 13250 SAINT-CHAMAS

## Résumé

L'étalonnage d'un équipement et l'interprétation des données d'étalonnage sont des étapes fondamentales pour assurer la fiabilité des résultats de mesure.

Conformément à la nouvelle définition du VIM [1] (Vocabulaire International de la métrologie), l'étalonnage permet d'établir une relation entre les indications de l'instrument et le résultat de mesure.

Dans le cas de mesures réalisées sur toute une plage, l'étalonnage peut être modélisé sous la forme d'une fonction d'étalonnage. La fonction d'étalonnage établira alors une relation entre le signal mesuré par l'équipement et la grandeur exploitée par le laboratoire.

De nombreux équipements (spectrophotomètre, ...) nécessitent la mise en place d'une fonction d'étalonnage et les laboratoires peuvent avoir des difficultés lors de l'estimation de l'incertitude liée à la fonction d'étalonnage.

Des méthodes complémentaires ou alternatives à la méthode GUM (Guide pour l'estimation des incertitudes de mesure) [2] sont couramment utilisées pour estimer cette incertitude. L'article a pour but de présenter à partir d'un cas concret les différentes méthodes qui peuvent être utilisées pour estimer l'incertitude liée à la fonction d'étalonnage.

Les méthodes présentées seront les suivantes : méthode basée sur les calculs matriciels, méthode de Monte-Carlo (méthode par simulation numérique), méthode utilisant les erreurs maximales admissibles (EMA étalonnage) de la validation de la méthode selon la norme NF-T-90-210.

Les méthodes seront expliquées et comparées : principes et limites d'applications, difficultés, retour d'expérience, ... L'objectif sera d'orienter

au mieux les laboratoires dans le choix d'une méthodologie adaptée pour l'estimation de l'incertitude liée à la fonction d'étalonnage.

En conclusion, la prise en compte de l'incertitude de la fonction d'étalonnage dans l'incertitude de mesure sera discutée.

## Summary

Calibration of an equipment and the interpretation of calibration data are key steps to ensure reliability of measurement results. According to the new definition of calibration from the « VIM » (International Vocabulary of Metrology)[1], calibration establishes a relationship between the equipment indications and the measurement results.

In the case of measuring range, calibration can be modeled as a calibration function. Then, the calibration function will establish a relationship between indications and measurement results.

Many equipments (spectrophotometer,...) requires calibration function and laboratories may have difficulties in estimation of uncertainty.

Alternative or additional methods to the GUM method [2] : are commonly used to estimate uncertainty. The article aims to present different methods which can be used to estimate uncertainty related to calibration function through an example. Different methods will include : method based on matrix calculations, Monte Carlo method (numerical simulation), method using the maximum permissible errors (EMA) of the method validation according to NF-T-90-210 standard.

Methods are explained and compared : principles and application limitations, difficulties,.... Goal will be to guide laboratories in their choice of an

appropriate methodology to estimate uncertainty related to the calibration function.

In conclusion, uncertainty of the calibration function including in measurement uncertainty will be discussed.

## 1- Introduction :

*Pourquoi utiliser une fonction d'étalonnage ?*

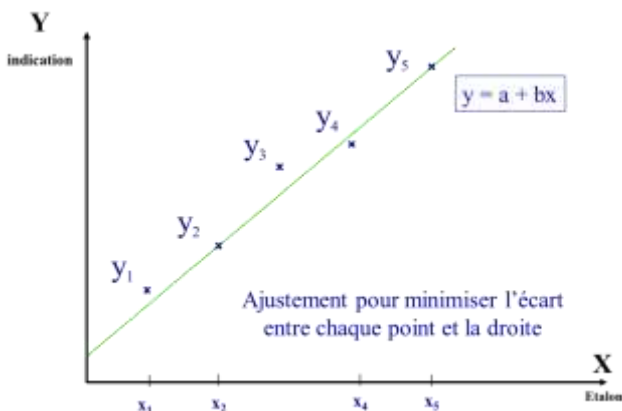
Conformément au VIM [1], l'étalonnage est « une opération qui, dans des conditions spécifiées, établit en une première étape une relation entre les valeurs et les incertitudes de mesure associées qui sont fournies par des étalons et les indications correspondantes avec les incertitudes associées, puis utilise en une seconde étape cette information pour établir une relation permettant d'obtenir un résultat de mesure à partir d'une indication ».

L'étalonnage est donc une comparaison par rapport à un étalon permettant de connaître les caractéristiques métrologiques de l'équipement et d'en assurer son raccordement.

Dans la plupart des cas, cette relation sera représentée par la fonction d'étalonnage.

L'ajustement de la fonction d'étalonnage permettra d'établir une relation entre la variable Y (qui correspond en général à l'indication donnée par l'instrument) et X (qui correspond à la valeur des étalons).

Figure 1 : Etablissement d'une fonction d'étalonnage



Suite à la détermination de la fonction d'étalonnage, le laboratoire peut utiliser en routine cette fonction de deux manières :

- En prédiction directe : L'utilisateur utilise la valeur de x<sub>i</sub> pour retrouver la valeur de y<sub>i</sub>.
- En prédiction inverse : L'utilisateur utilise la valeur de y<sub>i</sub> pour retrouver la valeur de x<sub>i</sub>.

Prenons le cas d'un spectrophotomètre. Suite à l'étalonnage, une fonction d'étalonnage est définie pour établir une relation entre l'absorbance et la concentration des solutions étalon.

L'utilisateur déterminera lors de l'analyse en routine son mesurande à partir de la fonction d'étalonnage.

Selon son besoin, il pourra déterminer la valeur de l'absorbance (prédiction directe) ou de la concentration (prédiction inverse)

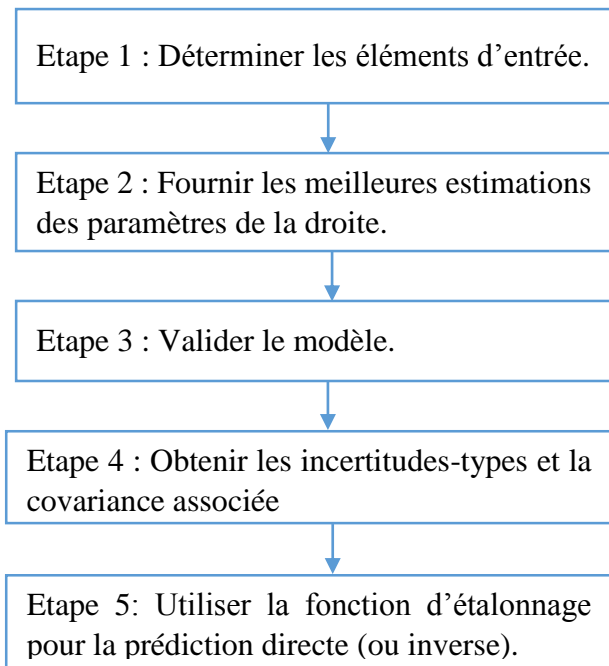
L'incertitude sur la fonction d'étalonnage permettra d'obtenir les incertitudes liées aux caractéristiques de la fonction d'étalonnage (pente, ordonnées,...). Ces incertitudes seront alors des composantes de l'incertitude de mesure.

## 2- Méthodologie pour l'estimation de la fonction d'étalonnage et de l'incertitude associée

La norme XP ISO/TS 28037 (Août 2013) [3] décrit les étapes pour établir une fonction d'étalonnage et pour l'estimation des incertitudes associées.

La méthodologie pour la détermination et l'utilisation d'une fonction d'étalonnage se décompose en cinq étapes présentées dans la figure ci-dessous.

Figure 2 : méthodologie d'estimation de la fonction d'étalonnage et de l'incertitude associée



La norme XP ISO/TS 28037 est applicable dans le cas de modèles linéaires. Nous tenterons, néanmoins, dans la suite de l'article de s'inspirer de cette méthodologie pour les autres types de modélisation.

### 3- Description des étapes de la modélisation

#### Etape 1 : Déterminer les éléments d'entrée.

Les éléments d'entrée sont composés :

- des données brutes,
- de l'estimation des incertitudes sur les variables X et Y
- des covariances.

Les méthodologies « classiques » d'estimation des incertitudes sont applicables (GUM, Monte-Carlo,...) pour estimer les incertitudes sur les variables X et Y.

#### Etape 2 : Fournir les meilleures estimations des paramètres de la droite.

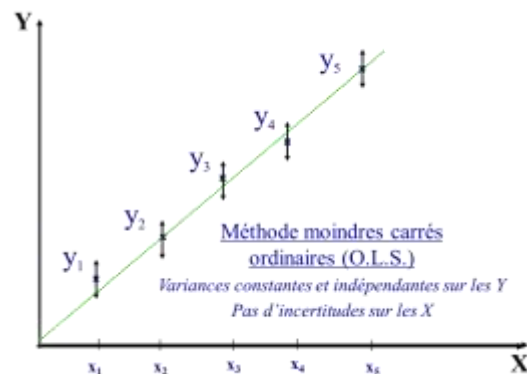
Les modèles choisis seront différents en fonction de la prise en compte des incertitudes sur les variables X et Y, des pondérations et des covariances.

Avant d'estimer le modèle, deux questions doivent se poser :

- Les incertitudes associées aux valeurs mesurées sur  $x_i$  sont-elles négligeables ?
- Les covariances associées aux paires de valeurs mesurées sont-elles négligeables ?

En fonction des réponses, 5 types de modélisation sont possibles :

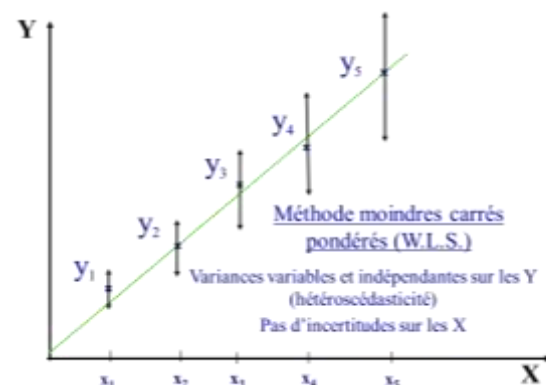
Figure 3 : Méthode des moindres carrés ordinaires (O.L.S.)



Dans cette modélisation, il est considéré que les variances sur le paramètre Y sont constantes et indépendantes.

L'incertitude sur la variable X est jugée négligeable.

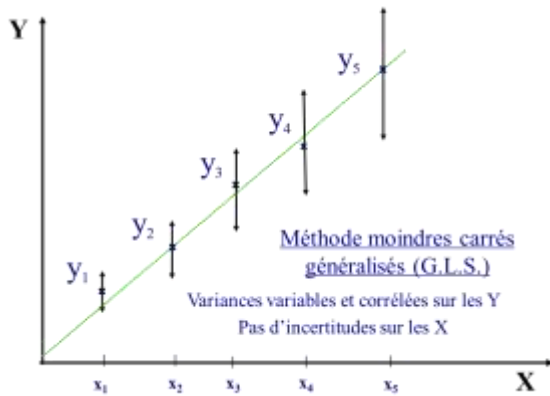
Figure 4 : Méthode des moindres carrés pondérés (W.L.S.)



Dans cette modélisation, il est considéré que les variances sur les Y sont variables et indépendantes.

L'incertitude sur la variable est jugée négligeable.

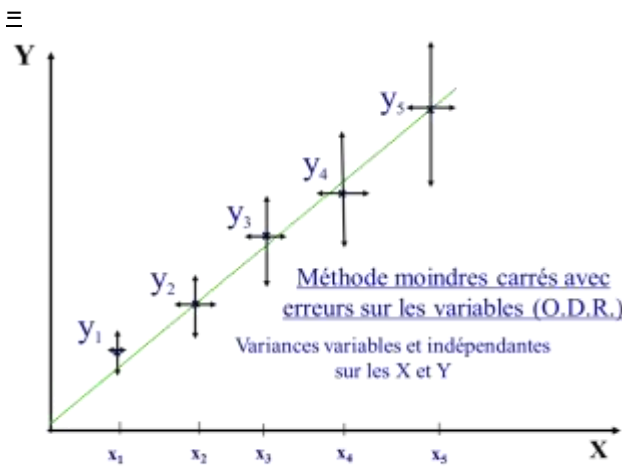
Figure 5 : Méthode des moindres carrés généralisés (G.L.S)



Dans cette modélisation, il est considéré que les variances sur les Y sont variables et corrélées. L'incertitude sur la variable X est jugée négligeable.

Par exemple, c'est le cas, lorsque la variabilité n'est pas seulement due au signal.

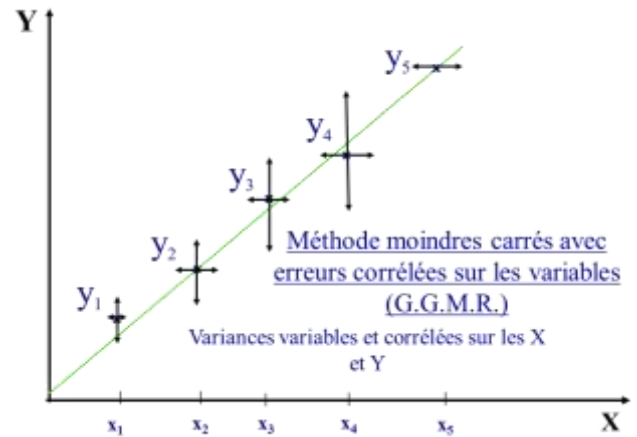
Figure 6 : Méthode des moindres carrés ordinaires (O.D.R)



Dans cette modélisation, il est considéré que les variances sur les Y sont variables et corrélées.

L'incertitude sur la variable X n'est pas jugée négligeable.

Figure 7 : Méthode des moindres carrés ordinaires (G.G.M.R)



Dans cette modélisation, il est considéré que les variances sur les Y sont variables et corrélées.

L'incertitude sur la variable X n'est pas jugée négligeable et les variances sont corrélées.

Ce dernier modèle constitue le cas le plus général.

Etape 3 : Valider le modèle

Par un test statistique, il est souvent recommandé de valider le modèle. Par exemple, pour un modèle de type O.L.S avec une fonction du type  $y=ax+b$ , il est possible de réaliser un test du Khideux pour s'assurer de l'adéquation du modèle.

Etape 4 : Obtenir les incertitudes-types et la covariance associée

Pour la détermination de l'incertitude sur la fonction d'étalonnage, plusieurs méthodes sont à disposition des laboratoires.

Voici des méthodes/outils à la disposition des laboratoires :

Utilisation de tableur (exemple Excel)

*Fonction Droite Reg*

La fonction DROITEREG renvoie une matrice qui contient les informations suivantes :

Figure 8 : Informations de « droite reg »

	A	B	C	D	E	F
1	m <sub>n</sub>	m <sub>n-1</sub>	...	m <sub>2</sub>	m <sub>1</sub>	b
2	se <sub>n</sub>	se <sub>n-1</sub>	...	se <sub>2</sub>	se <sub>1</sub>	se <sub>b</sub>
3	r <sub>2</sub>	se <sub>y</sub>				
4	F	d <sub>f</sub>				
5	ssreg	ssresid				

Cette formule est disponible sous Excel.

### Calculs matriciels

C'est un calcul matriciel qui peut être réalisé sous Excel à partir de la matrice (T) suivante :

$$T = \begin{vmatrix} 1 * w_1 & x_1 * w_1 & x_1^2 * w_1 \\ 1 * w_2 & x_2 * w_2 & x_2^2 * w_2 \\ \dots & \dots & \dots \\ 1 * w_n & x_n * w_n & x_n^2 * w_n \end{vmatrix}$$

Où, w<sub>i</sub> représente les pondérations applicables et x<sub>i</sub> représente les valeurs prises par la variable X.

L'estimation de la pente et l'ordonnée à l'origine sera donnée par la formule suivante :

$$B = \begin{bmatrix} b_0 \\ b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = (T' T)^{-1} T' Y$$

Où Y représente la matrice listant l'ensemble des valeurs prises par la variable Y.

L'estimation des incertitudes sur la pente et l'ordonnée à l'origine et les covariances seront données par la formule suivante :

$$\begin{vmatrix} u_{b_0}^2 & c_{b_0, b_1} & c_{b_0, b_2} \\ c_{b_1, b_0} & u_{b_1}^2 & c_{b_1, b_2} \\ c_{b_2, b_0} & c_{b_2, b_1} & u_{b_2}^2 \end{vmatrix} = s_{\text{Résidus}}^2 \times (T' T)^{-1}$$

Où s<sup>2</sup><sub>Résidus</sub> représente la variance résiduelle.

Ces calculs matriciels sont réalisables pour des polynômes d'ordre supérieur ou égal à 1.

Logiciels développés (Logiciel RegPoly, logiciel M-Care,...)

Le logiciel M-care (« Modélisation des résultats d'étalonnage ») est un logiciel spécialisé développé par le Collège Français de Métrologie dans le cadre de la mise en œuvre de la nouvelle définition VIM d'étalonnage.

Il est téléchargeable sur [www.cfmetrologie.com](http://www.cfmetrologie.com) et permet de traiter tous les modèles.

La notice d'utilisation et le logiciel sous Excel sont téléchargeables gratuitement après inscription sur le site du CFM.

Etape 5 : Utiliser la fonction d'étalonnage pour la prédiction directe (ou inverse).

En fonction de l'utilisation de la fonction d'étalonnage (prédiction directe ou inverse), l'incertitude de mesure pourra être obtenue grâce au logiciel/outils/méthodes cité précédemment.

### 4- De la théorie à la pratique.

Dans l'exemple suivant, nous traiterons un modèle simple de type y= a + bx en ne prenant pas en compte l'incertitude sur les x, les éventuelles pondérations et covariances.

xi	yi	u(yi)
1	3,3	0,5
2	5,6	0,5
3	7,1	0,5
4	9,3	0,5
5	10,7	0,5
6	12,1	0,5

Nous réaliserons un calcul matriciel en partant de la matrice T suivante :

Pondération	yi
1	3,3
1	5,6
1	7,1
1	9,3
1	10,7
1	12,1

Les résultats obtenus sont les suivants

a = ordonnée à l'origine = 1,87  
 b = pente = 1,76  
 $u^2(a) = 0,09$        $u^2(b) = 0,12$   
 $u^2(a,b) = -0.05$

En comparant avec les autres méthodes (fonction droite reg, M-Care), nous obtenons des résultats similaires pour les pentes, les ordonnées à l'origine mais également les variances résiduelles.

Les incertitudes obtenues sont du même ordre de grandeur.

Suite à la mise en œuvre des trois méthodes, des avantages et inconvénients apparaissent.

*Tableau 1 : Comparaison des méthodes*

Méthode « Outil Droitereg »	
Points positifs	- Calculs rapides - Utilisation d'un tableur Excel possible
Points sensibles	- Nécessité d'interpréter et de réutiliser les données obtenues - Difficultés à retrouver les informations en appliquant la formule droitereg. - Utilisation d'une matrice - Méthode pas suffisante pour des modèles plus complexes
Méthode « Outils Calculs matriciels »	
Points positifs	- Possibilité de détailler toutes les étapes du calcul (plus d'information) - Utilisation d'un tableur Excel possible
Points sensibles	- Calculs en plusieurs étapes - Réalisation de calculs matriciels sous Excel.
Méthode « M-care »	
Points positifs	- Calculs automatiques - De nombreux graphiques qui donnent des informations visuelles intéressantes.
Points sensibles	- Pas d'information sur les différentes étapes du calcul.

Au final, les trois méthodes décrites pourraient permettre de comparer les résultats obtenus afin de s'assurer de leur cohérence et de permettre à l'utilisateur d'avoir un regard critique.

## 5- Les outils pour des cas plus complexes

Pour des modèles plus complexes (polynôme d'ordre supérieur, autres modèles), il est nécessaire d'utiliser des techniques plus adaptées.

Premièrement, le tableur Excel (calculs matriciels mais aussi droite Reg ne permettra pas de prendre en compte tous les cas possibles. L'utilisation d'un tableur de type Matlab pourrait être recommandé.

Deuxièmement, on constate que plus les modèles sont complexes plus on constatera des différences entre les outils.

L'utilisateur devra alors être vigilant sur les méthodes et outils utilisés et avoir un regard critique sur les incertitudes obtenus.

## 6- Vers d'autres outils

D'autres outils plus généraux nous permettent également de calculer l'incertitude sur la fonction d'étalonnage :

La méthode Monte – Carlo est une méthode par simulation numérique. On utilisera Excel ou tout autre tableur capable de générer des nombres aléatoires.

L'utilisation d'Erreurs maximales Admissibles fixées lors de la validation de méthode. Cette méthode consiste à fixer des EMA. Néanmoins, l'incertitude obtenue sera plus élevée que précédemment.

## 7- Conclusions

En conclusion, les laboratoires disposent de nombreux outils pour estimer les incertitudes sur la fonction d'étalonnage.

Il peut être envisagé d'utiliser plusieurs méthodes pour pouvoir comparer les résultats obtenus et avoir un regard critique sur les incertitudes calculées au regard des besoins sur l'incertitude de mesure du laboratoire.

## **8- Références**

[1] : JCGM 200:2008: Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM) (JCGM 200:2008 avec corrections mineures)

[2] : JCGM 100:2008 : Guide to the expression of Uncertainty in Measurement (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure)

[3] : XP ISO/TS 28037 – Août 2013 : Détermination et utilisation des fonctions d'étalonnage linéaire