

Les Petits Déjeuners du



WEBINAR
Réunion n°23 du
Club des Laboratoires Accrédités

*Partage d'expériences, évolutions dans le domaine de
l'accréditation, audits croisés*

Comparaisons inter-laboratoires :
Exigences, interprétation et utilisation des résultats

- I. Comparaisons inter-laboratoires (CIL) : exigences, interprétation et utilisation des résultats**

- II. Questions, partage d'expériences**

- III. Audits croisés**

Le CT2M :

- ✓ Créé en 1993
- ✓ Laboratoire d'étalonnage de masses accrédité COFRAC selon l'ISO 17025 depuis 1994 (N° accréditation 2-1292, Portée disponible sur www.cofrac.fr)
- ✓ Statut SCOP depuis le 1^{er} avril 2016

Une équipe de 8 formateurs / consultants :

David BENHAMOU.....	dbenhamou@ct2m.fr
Laure DOMENECH.....	ldomenech@ct2m.fr
Boris GEYNET.....	bgeynet@ct2m.fr
Nicolas MOURARD.....	nmourard@ct2m.fr
Lise HEGRON.....	lhegron@ct2m.fr
Caroline QUIEVRYN.....	cquievryn@ct2m.fr
Mélanie VIDAL.....	mvidal@ct2m.fr
Nicolas GARTNER.....	ngartner@ct2m.fr



✉ Centre des Creusets
Route de Lançon
13250 SAINT CHAMAS

📞 04 90 50 90 14

💻 www.ct2m.fr



Formation / Conseil / Audit @

*« Accompagner les laboratoires dans leurs projets
Qualité et Métrologie »*

Contact : David BENHAMOU

dbenhamou@ct2m.fr

06.78.00.10.26



« Actions de formation »

Organisation de comparaisons interlaboratoires

*« Organiser, planifier et traiter des résultats conformément à
l'ISO 17043 et à l'ISO 13528 »*

Contact : Boris GEYNET

bgeynet@ct2m.fr

06.83.94.60.87

Étalonnage de masses et réalisation de vos étalonnages en interne

*« Étalonner et vérifier des masses de 1 mg à 5 tonnes
sous accréditation COFRAC »*

Contact : Anaïs LAMOUR

alamour@ct2m.fr

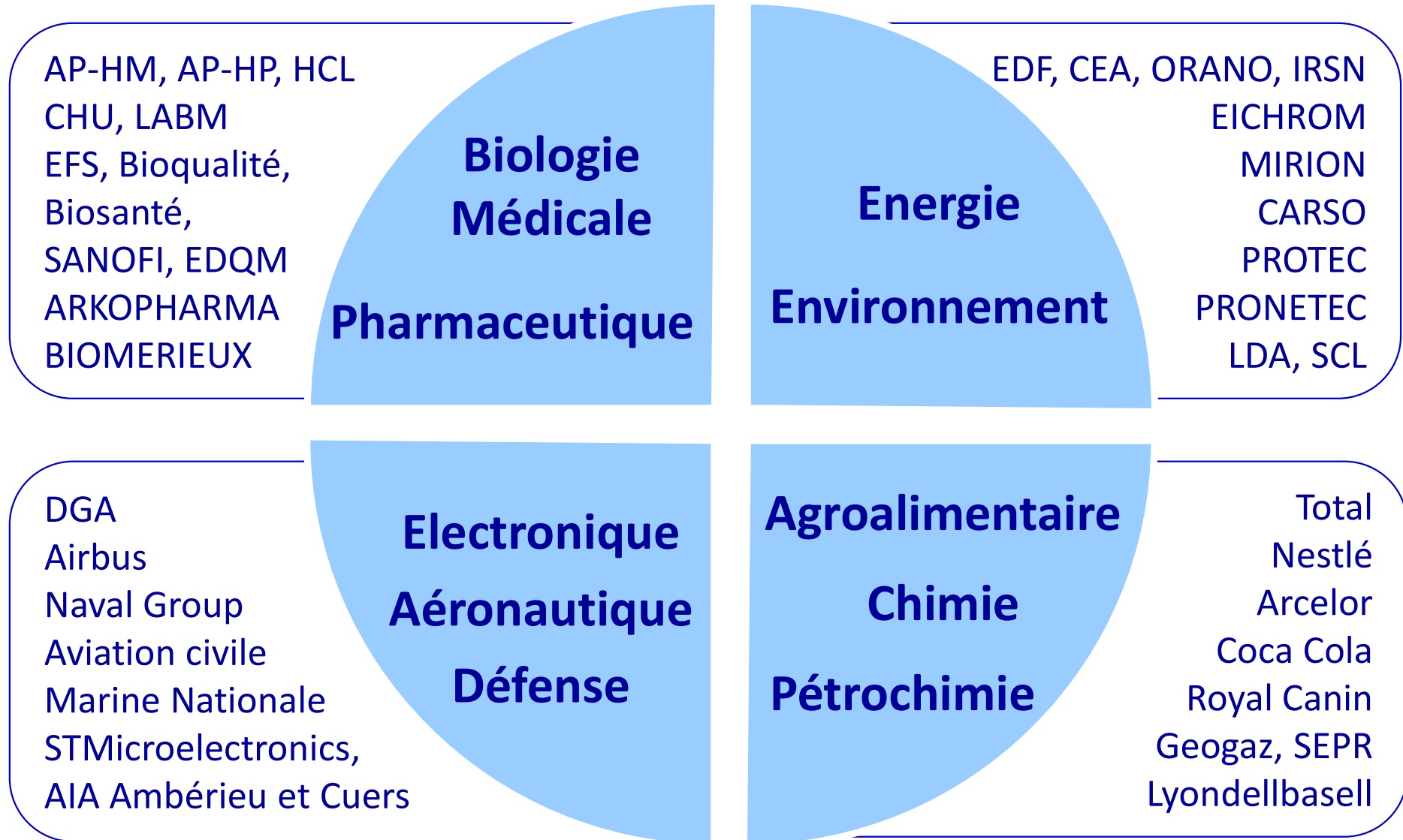
04.90.50.90.14



N° accréditation 2-1292

Portée disponible sur www.cofrac.fr

Ils nous font confiance...





LE PARTENAIRE À VOTRE MESURE

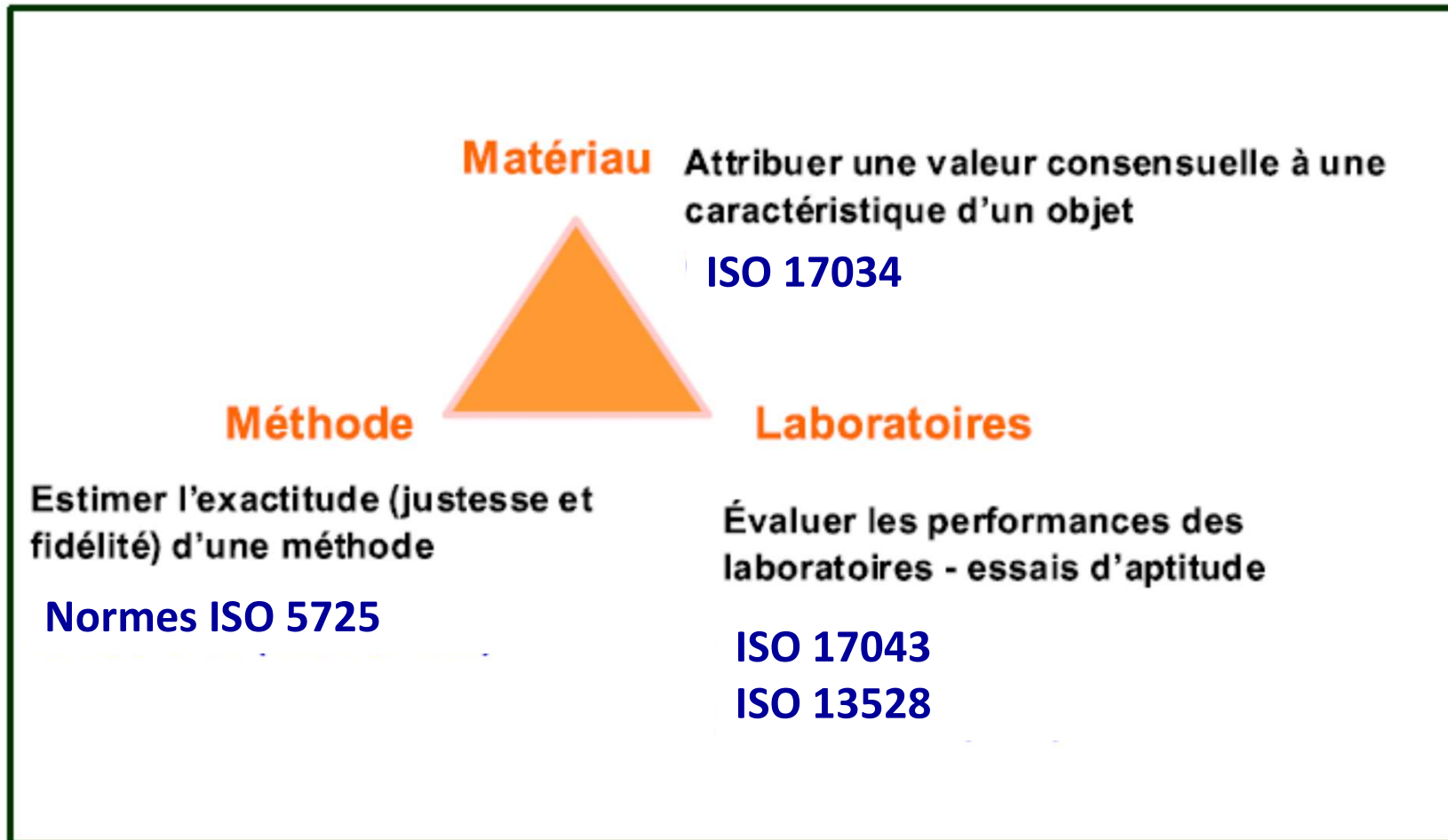
Comparaisons inter-laboratoires : exigences, interprétation et utilisation des résultats

Sommaire

- 1. Définitions, intérêts et exigences**
2. Les scores de performances et leurs interprétations
3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des comparaisons inter-laboratoires

1. Définitions, intérêts et exigences

CIL : organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou sur des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées.



□ **Essai d'aptitude :**

Evaluation de la performance d'un participant par rapport à des critères préétablis au moyen de comparaisons inter-laboratoires.

□ **Différents types d'essais d'aptitude :**

- ✓ Programmes quantitatifs / qualitatifs
- ✓ Programmes séquentiels / simultanés
- ✓ Programmes continus / exercice unique
- ✓ Echantillonnage / Interprétation de données
- ✓ Evaluation externe de la qualité (santé humaine)

Intérêts pour les participants :

- ✓ Assurer la validité des résultats
- ✓ Démontrer la compétence du laboratoire
- ✓ Améliorer les pratiques du laboratoire
- ✓ Satisfaire les exigences d'accréditation
- ✓ Valider une méthode d'essai/étalonnage
- ✓ Evaluer l'incertitude de mesure

□ Exigences de l'ISO 17025 (§7.7) :

§7.7.2 : « Le laboratoire doit **surveiller sa performance** en la **comparant avec les résultats d'autres laboratoires**, si cela existe et est approprié.

Cette surveillance doit **être planifiée et revue** et doit inclure, sans toutefois s'y limiter, l'une des deux participations suivantes :

a) Participation aux essais d'aptitudes

NOTE L'ISO/IEC 17043 contient des informations complémentaires sur les essais d'aptitude et les organisateurs d'essais d'aptitude. Les organisateurs d'essais d'aptitude qui répondent aux exigences de l'ISO/IEC 17043 sont considérés comme étant compétents.

b) Participation à des comparaisons inter-laboratoires autres que des essais d'aptitude. »

☐ Exigences de l'ISO 17025 (§7.7) :

§7.7.3 : « Les données provenant des activités de surveillance doivent être **analysées et utilisées** pour **maîtriser** et, le cas échéant, pour **améliorer** les activités de laboratoire »

➡ Analyse / interprétation des résultats et utilisation pour l'amélioration des activités

☐ Exigences du LAB REF 02 :

- ✓ Participer aux essais d'aptitude lorsqu'ils sont **appropriés et disponibles**.
- ✓ Etablir un **plan de participation** sur **l'ensemble des domaines d'activité** liés à sa portée d'accréditation.
- ✓ Définir **une fréquence de participation** suite à une **analyse des besoins**.
- ✓ **Revoir** le plan de participation **régulièrement** en fonction des changements influents (changements de méthodes, d'équipement, de personnel, etc.)

☐ Exigences du LAB REF 02 :

- ✓ Participer à **des comparaisons inter-laboratoires autres que des essais d'aptitude** dans les cas suivants :
 - il n'existe pas de programme d'essai d'aptitude dans un domaine spécifique,
 - la périodicité du programme est inappropriée,
 - les résultats de ce programme sont inexploitable.

- ✓ Mettre en place des **actions correctives efficaces** lorsque les résultats obtenus aux comparaisons inter-laboratoires remettent en cause la qualité des prestations accréditées (**suspension possible** dans l'attente de la résolution des défaillances).

Sommaire

1. Définitions, intérêts et exigences
- 2. Les scores de performances et leurs interprétations**
3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des comparaisons inter-laboratoires

Etapes préliminaires à l'évaluation des performances :

- Vérification de l'homogénéité et de la stabilité des entités
- Examen visuel des résultats des participants et identification des erreurs grossières (retranscription, calcul, etc...)
- Détermination des valeurs assignées et de leurs incertitudes associées (MRC, « moyenne » des résultats des participants, résultats d'un laboratoire de référence, etc..)
- Détermination de l'écart-type pour l'évaluation d'aptitude

Estimation des écarts :

- Différence entre le résultat (x_i) et la valeur assignée (X) :

$$D_i = (x_i - X)$$

*Cette **différence** est associée à l'**erreur de mesure** dans la mesure où la valeur assignée est considérée comme une valeur conventionnelle*

- Différence relative entre le résultat (x_i) et la valeur assignée (X) :

$$D_i(\%) = 100 \times \frac{(x_i - X)}{X}$$

- Interprétation :

- $\delta_E < D_i < \delta_E$ (δ_E : tolérance sur l'erreur de mesure)
- $P_{Ai} = (D_i/\delta_E) \times 100 < 100\%$ (pourcentage d'écart toléré)

Score z :

$$Z = \frac{(x - X)}{S}$$

Avec x = le résultat du participant
 X = la valeur assignée
 s = écart-type pour l'évaluation de l'aptitude

➤ **Le score z est une mesure normalisée de l'erreur de mesure**

Si $-2,0 \leq Z \leq 2,0 \rightarrow$ résultat acceptable

Si $-3,0 < Z < -2,0$ ou $2,0 < Z < 3,0 \rightarrow$ résultat discutable

Si $Z \leq -3,0$ ou $Z \geq 3,0 \rightarrow$ résultat inacceptable

Score z' :

$$z' = \frac{(x - X)}{\sqrt{s^2 + u_X^2}}$$

➤ le score z' est un score z avec **prise en compte de l'incertitude** sur la valeur assignée u_x ($k=1$) lorsque celle-ci n'est pas négligeable

➤ Les règles d'interprétation sont identiques au score z :

Si $-2,0 \leq z' \leq 2,0 \rightarrow$ résultat acceptable

Si $-3,0 < z' < -2,0$ ou $2,0 < z' < 3,0 \rightarrow$ résultat discutable

Si $z' \leq -3,0$ ou $z' \geq 3,0 \rightarrow$ résultat inacceptable

Score zêta :

$$\zeta = \frac{(x - X)}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_X^2}}$$

Avec :

- u_{lab} l'incertitude-type sur le résultat du laboratoire (k=1)

➤ Le score zêta permet de déterminer si la différence entre le résultat du participant et la valeur assignée est significative ou non.

➤ Son interprétation donne des informations sur l'erreur de mesure et l'incertitude du participant :

- **Biais et/ou sous-estimation** de l'incertitude si le score zêta $> 3,0$
- **Surestimation** de l'incertitude si score $|z\hat{e}ta| < 2,0$ et $|z| > 3,0$

Scores E_n :

$$E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_X^2}}$$

Avec U_{lab} = incertitude élargie (k=2) sur le résultat du laboratoire
 U_X = incertitude élargie (k=2) sur la valeur de référence

- Il s'agit d'un **score zêta avec des incertitudes élargies (k=2)**
- Il est utilisé essentiellement lorsque la valeur assignée est issue d'un MRC ou déterminée un laboratoire de référence
- La valeur critique utilisée est 1 :

Si $-1,0 < E_n < 1,0 \rightarrow$ résultat acceptable

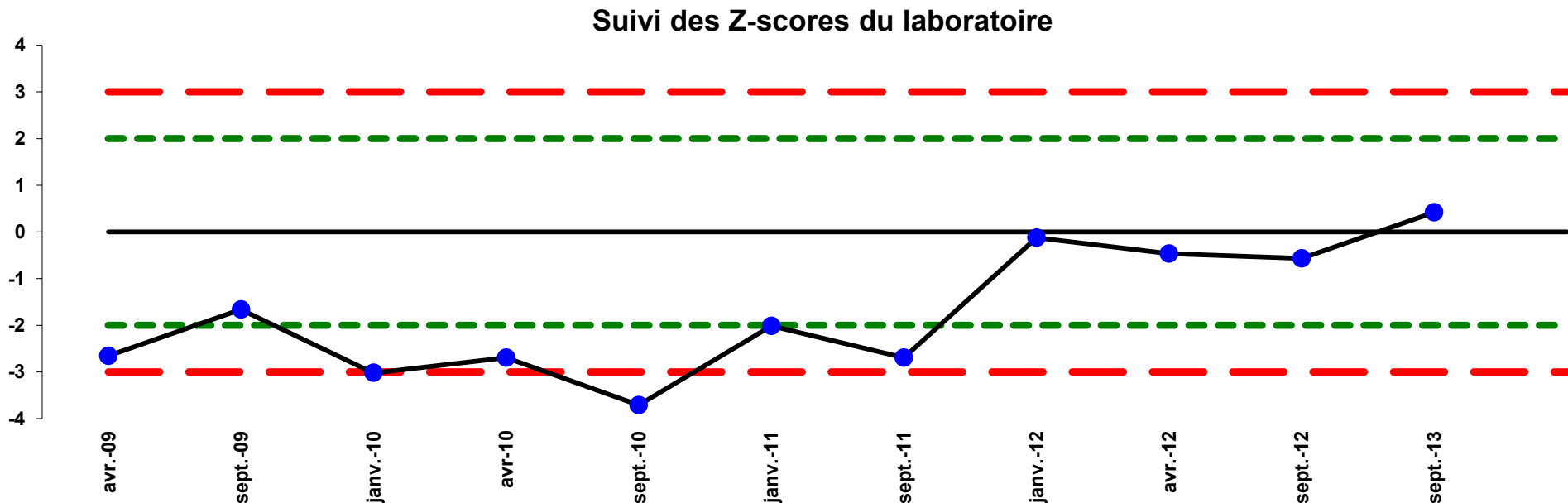
Si $E_n \leq -1,0$ ou $E_n \geq 1,0 \rightarrow$ résultat inacceptable

Suivi de la performance dans le temps :

Le suivi de la performance dans le temps permet de détecter des tendances qui ne sont pas visibles quand on observe chaque CIL séparément.

Carte de contrôle des scores de performance :

- Limites de surveillance et d'action à ± 2 et ± 3 pour z , z' et $z\grave{e}$ ta
- Chaque score est positionné sur le graphique



Sommaire

1. Définitions, intérêts et exigences
2. Les scores de performances et leurs interprétations
- 3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des comparaisons inter-laboratoires**

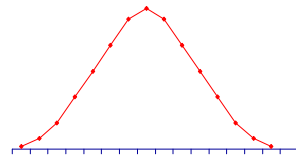
3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des CIL

- ❑ Les incertitudes de mesure peuvent être estimées en utilisant les résultats des comparaisons inter-laboratoires.

- ❑ Plusieurs méthodes ont été publiées :
 - Utilisation de **l'écart-type de reproductibilité S_R** (ISO 5725-2, ISO 21 748)
 - Combinaison des données **inter-laboratoires** et **intra-laboratoire** (**ISO 11 352, SH GTA 14, FD T90-465...**)

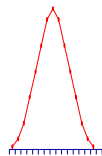
a) Méthode ISO 5725-2 / ISO 21748

Laboratoire 1



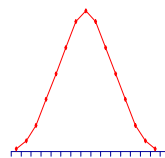
$m_1; \sigma_1$

Laboratoire 2



$m_2; \sigma_2$

Laboratoire 3



$m_3; \sigma_3$

Evaluation de l'écart-type
de reproductibilité S_R
par l'organisateur

3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des CIL

□ Si les conditions suivantes sont réunies :

- Les **performances de la méthode** sont acceptables pour le laboratoire (répétabilité, fidélité intermédiaire et justesse : dossier de validation ou confirmation des performances de la méthode),
- le **biais du laboratoire** n'est pas « significatif » lors des CIL (score z acceptable),
- les **facteurs d'influence** qui n'ont pas été couverts par la CIL et la détermination des performances de la méthode sont maîtrisés,

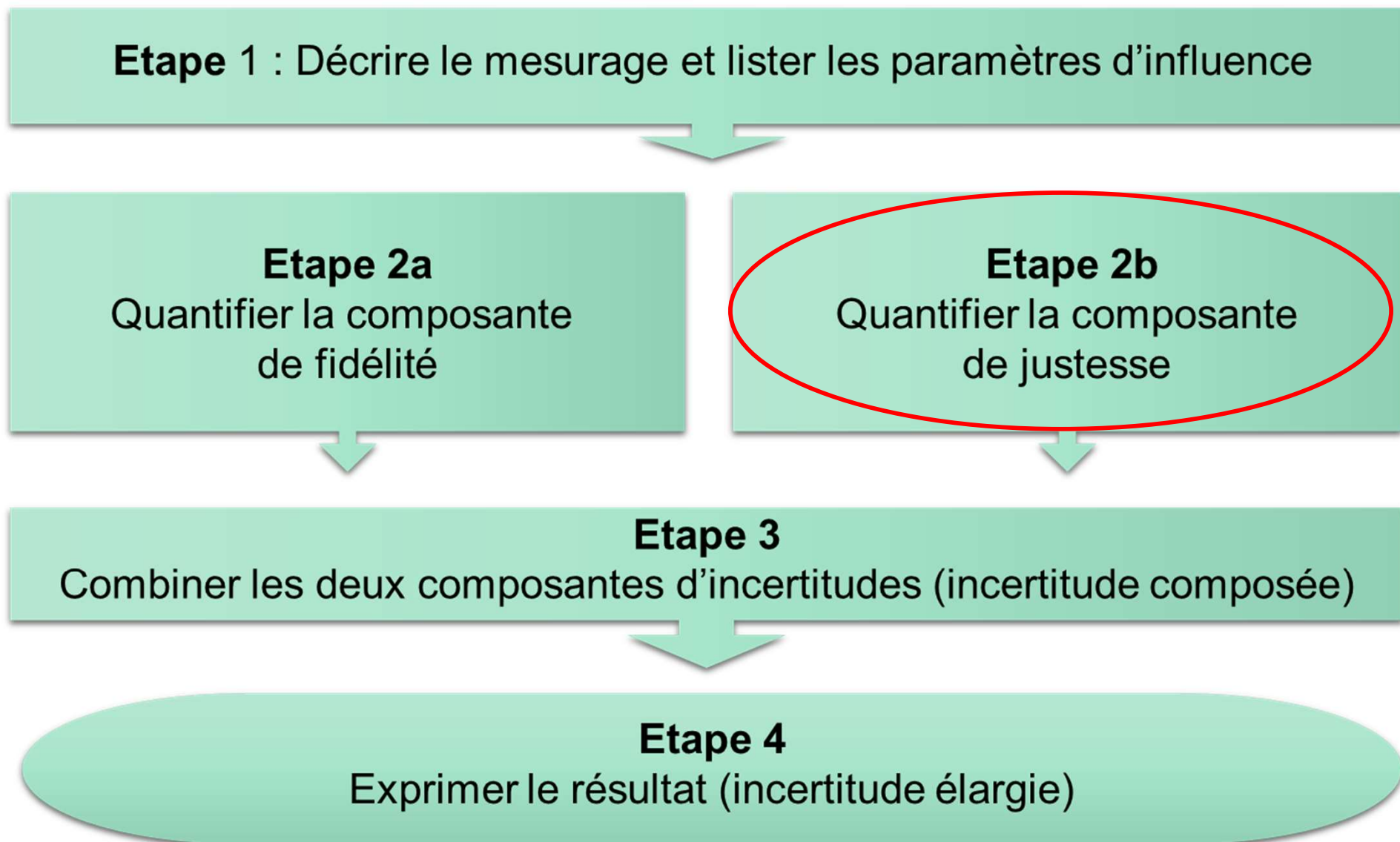
□ Alors :

$$U = k \times S_R$$

k = coefficient d'élargissement

k = 2

b) Méthode ISO 11352



□ Evaluation de la composante de justesse u_b :

- ✓ Exploiter au moins **6 échantillons différents** provenant d'une ou plusieurs campagnes CIL.
- ✓ L'incertitude-type de justesse sera évaluée de la manière suivante :

$$u_b = \sqrt{D^2 + \bar{u}_{Cref}^2}$$

**Moyenne quadratique
des « biais »**
**Incertitude moyenne
des valeurs de référence**

□ Calcul de D :

- ✓ Pour chaque CIL, calculer la différence D_i :

$$D_i = (X_{\text{labo}} - X_{\text{ass}})_i$$

X_{ass} : Valeur assignée de la CIL

- ✓ Calculer D la moyenne quadratique des D_i :

$$D = \sqrt{\frac{\sum D_i^2}{n_{EIL}}}$$

n_{EIL} : nombre d'échantillons analysés lors de l'EIL

3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des CIL

□ Calcul de \bar{u}_{Cref} :
$$\bar{u}_{Cref} = \frac{\sum u_{Cref,i}}{n_{EIL}}$$

Les incertitudes $u_{Cref,i}$ sont :

- ✓ Si la valeur de référence = moyenne robuste ou médiane :

$$u_{Cref,i} = \frac{1,25 \times S}{\sqrt{n_{labo,i}}}$$

- ✓ Si la valeur de référence = moyenne arithmétique :

$$u_{Cref,i} = \frac{S}{\sqrt{n_{labo,i}}}$$

- ✓ L'organisateur fournit directement l'incertitude (k=1)

S = L'écart type pour l'évaluation de l'aptitude de la CIL i

n_{labo} = le nombre de laboratoires participants à la CIL i

- Evaluation de l'incertitude composée (u_c) :

$$u_c = \sqrt{u_{Rw}^2 + u_b^2}$$

- Evaluation de l'incertitude élargie (U) :

$$U = 2 \times u_c$$

c) Méthode SH GTA 14

□ Cette méthode permet l'évaluation de l'incertitude-type de justesse, en exploitant les biais obtenus à différentes CIL :

- Pour chaque EIL, calculer le « biais » E_i :

$$E_i = (X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}})_i$$

- Calculer la moyenne des biais : \overline{E}

- Calculer l'écart-type des biais : S_{E_i}

- Déterminer l'incertitude de justesse :

$$u_{\text{justesse}} = \sqrt{\left(\frac{|\overline{E}|}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{E_i}^2}$$

3. Estimation des incertitudes à partir des résultats des CIL

- La composante de fidélité est évaluée en conditions de fidélité intermédiaire à partir des données d'un Contrôle Qualité ou d'un plan d'expérience spécifique :

$$u_{\text{fidélité}}$$

- Déterminer l'incertitude type composée :

$$u_c = \sqrt{u_{\text{justesse}}^2 + u_{\text{fidélité}}^2}$$

- Estimer l'incertitude élargie :

$$U = k \times u_c \quad k = 2 \text{ (coefficient d'élargissement)}$$



LE PARTENAIRE À VOTRE MESURE

Merci pour votre attention

Nos formations sur le sujet :

- ✓ MG8 – Exploitation des Essais Inter-Laboratoires
- ✓ MG4 – Estimation des incertitudes d'analyses selon l'ISO 11352
- ✓ Q14 – Comprendre et mettre en œuvre l'ISO 17043

Inscriptions : ct2m@ct2m.fr