

GT « METROLOGIE »

**Validation des méthodes d'étalonnage interne
(N°07)**

Remarque : Cette note a été émise après consensus des membres du GT « Métrologie » de EUROLAB France. Les travaux menés au sein du GT conduisent à l'établissement de notes techniques décrivant les positions communes ou des bonnes pratiques associées à la métrologie interne des laboratoires d'essais.

Note :

Révision	Date	Rédaction	Vérification	Diffusion
A	23/06/2026	Animateur du GT	Membres du GT	Site Web EUROLAB France, Membres du GT, Secrétariat et permanent EUROLAB France,

Historique des révisions

Révision	Objet de la révision /
A	Création de la note
B	
C	

Le groupe est chargé du réexamen de cette note, qui donne lieu à révision, si nécessaire. La fréquence minimale de réexamen de cette note technique est d'une fois par an.

Résumé et Mots clefs du document

Résumé :

La note technique présente l'approche des laboratoires concernant la validation des méthodes d'étalonnage interne lorsque les méthodes sont non normalisées.

Mots-clés :

Validation des méthodes d'étalonnage interne, Non normalisé, Vérification

Documents de référence/

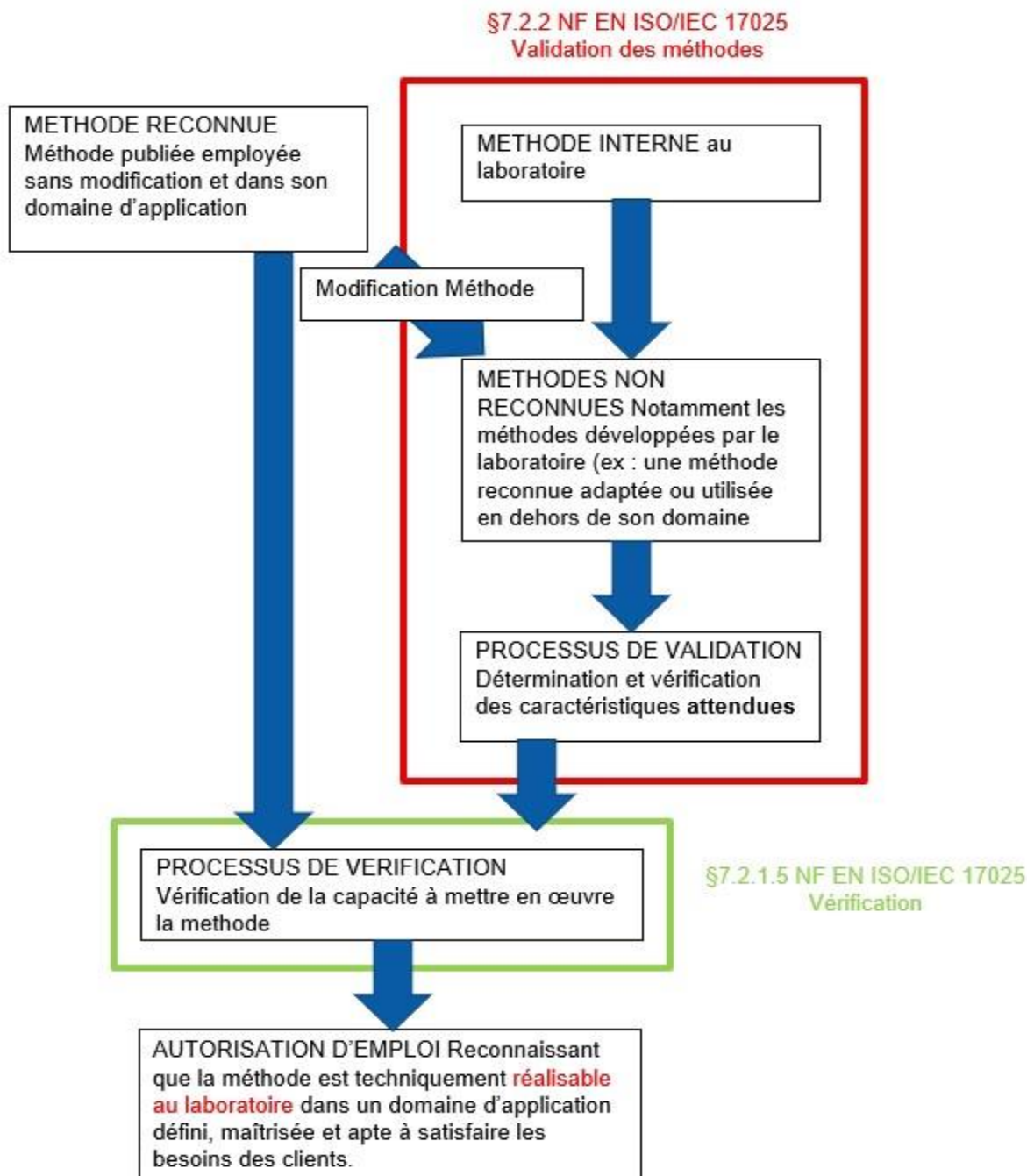
Référence du document	Titre du document
ISO/IEC 17025	Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais
LAB REF 08 du COFRAC	Expression et évaluation des portées d'accréditation
ILAC G18	Guide relatif à la description des portées d'accréditation
GEN REF 10 du COFRAC	Traçabilité des résultats de mesure – Politique du COFRAC et modalités d'évaluation
ILAC P10	Politique relative à la traçabilité métrologique des résultats de mesure Policy on Metrological Traceability of Measurement Results
ILAC P14	Politique de l'ILAC relative à l'incertitude de mesure en étalonnage "ILAC Policy for Measurement Uncertainty in Calibration"
ISO 15189	Laboratoires de biologie médicale - Exigences concernant la qualité et la compétence
Eurachem	The Fitness for Purpose of Analytical Methods
ISO GUIDE 99	Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)
JCGM 200	Vocabulaire international de métrologie
ISO 13528	Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires



Contenu de la Note technique

Sujet

L'ISO/IEC 17025 chapitre 7.2 et le Lab Ref 08 (COFRAC) définissent les exigences pour la sélection, la validation et la vérification des méthodes. Le processus associé peut être schématisé par le logigramme ci-dessous :



Synoptique d'une validation de méthode.

Pour réaliser les opérations de confirmation métrologique, les laboratoires utilisent des méthodes qui sont le plus souvent internes inspirées ou non sur des méthodes reconnues.

Dès lors que le laboratoire est en méthode interne, il doit procéder à la validation de sa méthode d'étalonnage qui consiste à déterminer et à vérifier les caractéristiques attendues. Dans de nombreux cas, la validation des méthodes d'étalonnage internes se traduit par la validation de la procédure décrivant la méthode, sans forcément devoir formaliser le processus de validation.

Il existe des méthodes reconnues dans les domaines dimensionnels, force, couple, CEM... Cependant, pour les autres domaines, des méthodes non normalisées sont régulièrement utilisées. Il y a aussi des normes d'essai qui spécifient la méthode de vérification métrologique des équipements utilisés, dans ce cas, la méthode de vérification est considérée comme une méthode reconnue.

Sauf cas particuliers, les Guides Techniques (Guide GTA, guide EURAMET...) ne sont pas considérés comme des méthodes reconnues même si ces derniers constituent une aide pour la rédaction et la validation des méthodes.

Cependant, des méthodes d'étalonnages non normalisés peuvent être dans certains cas assimilés à des méthodes reconnues lorsqu'elles font référence à des méthodes décrites dans la littérature technique et scientifique et leur utilisation confirmée par les laboratoires nationaux de métrologie (LNM). (LAB GTA 10 §6.6.1).

Nota : Un tableau des exemples des méthodes reconnues est présent en Annexe 01

Lorsque le laboratoire utilise une méthode non normalisée, les caractéristiques minimales attendues sont la Justesse et la Fidélité. Cependant, d'autres caractéristiques peuvent être prises en considération telle que la Reproductibilité, la Robustesse ...

Les 4 grandes étapes principales sont :

- La validation du principe de la méthode : Le but est de spécifier et de justifier le principe de mesure qui est utilisé par le laboratoire (recherche bibliographique, documentations, publication, guides GTA, guide EURAMET...), et sa mise en œuvre via la rédaction du mode opératoire de la méthode à valider.
- La détermination et la rédaction du plan d'expérience (ce qui va permettre de valider la méthode) : Le but est d'identifier les caractéristiques attendues (grandeurs et étendues) et les mesures à réaliser pour en déterminer leurs valeurs. C'est à cette étape que nous évaluons si toutes les ressources (matériel et personnel) sont disponibles et adaptées.
- L'évaluation de la performance : Le but est d'évaluer les paramètres influents liés à la méthode d'étalonnage. Ce processus conduit à la réalisation de l'estimation de l'incertitude et de la meilleure estimation du laboratoire (CMC – Calibration Measurement Capabilities). L'évaluation de la performance intègre généralement les études de répétabilité et reproductibilité. Elle peut intégrer également des données bibliographiques permettant de quantifier certaines influences (sensibilité...)
- La vérification externe de la performance (Justesse de la méthode) : L'objectif est de se comparer à un ou plusieurs laboratoires externes, ou de comparer les résultats obtenus à ceux issus d'une méthode reconnue.

Le processus se conclut par la déclaration de validité et d'aptitude de la méthode par un responsable habilité.

Nota : Un exemple de validation est décrit en Annexe 02

Commentaires/ Comments

Sans/ none

Liste des annexes

Annexe 01	Tableau d'exemples des méthodes reconnues
Annexe 02	Exemple de validation de méthode en température (Sonde à immersion)

ANNEXE 01

Tableau d'exemples des méthodes reconnues

Domaine	Objet	Référence
Dimensionnel	Pieds à coulisse	NF E 11-091 (08-2023) ISO 13385-1 (11-2002)
	Jauge de profondeur a coulisseau	NF E 11-096 (08-2023)
	Cales étalons	NF EN ISO 3650 (03-1999)
	Tamis	NF EN ISO 6789-1

Force	Clef dynamométrique	NF EN ISO 6789 (2003)
	Capteur de force	ISO 376 (2019)

CEM	Antenne	CISPR16-1-6 (2014)
	Sonde de champs électrique	IEEE1309 (2013)

Electricité Basse Fréquence	Circuit de mesure de courant de fuite	IEC60990 (2016) -Annexe L

Humidité / Température	Caractérisation d'enceinte climatique	NF EN 15-140

Choc	Marteau de choc	EN 60068-2-75 (2016) – Annexe B

Acoustique	Sonomètre	NF EN 61672-1

Essais mécaniques	Machine de traction	NF EN ISO 7500-1 (2018)
	Machine de dureté Rockwell	NF EN ISO 6508-2 (2015)
	Machine de dureté Vickers	NF EN ISO 6507-2 (2018)
	Essai Brinell	NF EN ISO 6506-2 (2018)
	Mouton Pendule	NF EN ISO 148-2 (2017)
...
Masse / Balance	Balance	EN 45501
	Balance	FDX 07-017-1/-2

ANNEXE 02

Exemple de validation de méthode en température (Sonde à immersion)

Dans le cas de l'étalonnage d'une sonde à immersion dans la gamme d'utilisation de -20°C à 200°C pour des mesures en milieu liquide.

Il existe une bibliographie importante sur les étalonnages en température (FDX 07-029 et LAB GTA 08). Mais ces documents actuellement ne sont pas suffisamment détaillés pour constituer une méthode reconnue.

De ce fait, il n'existe pas de méthode reconnue spécifiant l'étalonnage de ce type d'équipement. Une validation de méthode est donc nécessaire.

Les 4 grandes étapes principales sont :

- La validation du principe de la méthode : Le principe de la méthode peut être retenu sur la base des documents FDX 07-029 ainsi que le LAB GTA 08. La méthode retenue est une comparaison directe entre une référence étalon et la sonde à étalonner dans un dispositif de transfert connu.

La mise en œuvre du mode opératoire doit être établie avec :

- Le choix du dispositif de transfert se porte sur un bain d'étalonnage à huile qui nous garantit une bonne homogénéité et stabilité. De plus, l'usage de bain se rapproche de l'usage réel de l'équipement à vérifier.
- Le choix de l'étalon (Pt100, diamètre de la sonde, longueur...),
- Les profondeurs d'immersion,
- La position des sondes,
- Les temps de stabilisations,
- Le nombre de mesures faites (fréquence et temps d'acquisition),
- Le nombre de paliers
- Les dispositions pour le traitement des mesures (usage de corrections, réalisation de moyennes...)
- ...

- La détermination et rédaction du plan d'expérience : Le bain sera caractérisé selon le plan d'expérience établi à partir des extrêmes du bain utilisé (-50°C et 250°C) ainsi que les points intermédiaires (20°C, 50°C, 100°C et 150°C). Le thermomètre étalon est également raccordé dans la plage [-50°C -250°C]. La gamme d'utilisation de la sonde d'immersion est contenue dans la gamme d'utilisation du bain et de la sonde étalon.

- L'évaluation de la performance : Les facteurs d'influences identifiés par la méthode des 5M sont :

- Caractérisation du bain connue dans les conditions d'utilisation (stabilité, homogénéité axiale et radiale...)
- Répétabilité déterminée à chaque mesure par au moins X mesures
- Hystérésis (fidélité intermédiaire) négligé si le mode opératoire inclut la répétition d'un point avant ou après une montée/descente.
- Les résolutions des équipements (étalon, appareil étalonné)
- L'influence des conditions ambiantes (afficheur, milieu de génération...)
- L'utilisation de la sonde étalon (étalonnage, dérive, interpolation...)

Cela conduit à l'estimation de la meilleure incertitude élargie d'étalonnage qui devra être comparée aux objectifs de performance demandés.

- La confirmation externe de la performance par rapport à une référence (CIL, EIL, EdA ou essai bilatéral avec un laboratoire accrédité). L'usage d'un z score ($z \leq 2$), Zeta score ($z \leq 2$) ou d'un écart normalisé ($EN \leq 1$) basé sur les incertitudes déclaré de chaque laboratoire permet de valider cette étape. Une attention toute particulière doit être faite sur le choix du laboratoire de référence. Ce dernier doit posséder une incertitude plus faible que la nôtre lors de l'utilisation de l'écart normalisé.

Une fois l'estimation de la meilleure incertitude élargie d'étalonnage obtenue, ainsi qu'une confirmation de la performance, un document de synthèse est alors édité permettant de formaliser la validation de la méthode d'étalonnage interne par la personne habilitée.

Cela correspond à la fin du processus.