

Etat des pratiques de validation des méthodes d'étalonnage

ni | métrique consulting
services et solutions pour **votre** mesure



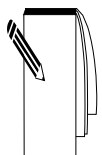
Journée technique du 12 octobre 2021







Présentation






TRP • 2



Plan


- Qu'est-ce que la validation ? 
- Pourquoi valider les méthodes ? 
- Quel sont les pratiques des laboratoires ? 
- Qu'en conclure ? 





TRP • 3  ASSOCIATION MESURE INDUSTRIELLE Journée technique du 12 octobre 2021 

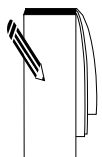



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ? Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



ISO/CEI 17025:2017	Guide ISO/IEC 99 JCGM 200 (VIM)	ISO 9000:2015
3.8 vérification fourniture de preuves tangibles qu'une entité donnée satisfait à des exigences spécifiées	2.44 vérification fourniture de preuves tangibles qu'une entité donnée satisfait à des exigences spécifiées	3.8.12 vérification confirmation par des preuves objectives (3.8.3) que les exigences (3.6.4) spécifiées ont été satisfaites
3.9 Validation vérification (3.8), où les exigences spécifiées sont adéquates pour un usage déterminé	2.45 validation vérification, où les exigences spécifiées sont adéquates pour un usage déterminé	3.8.13 validation confirmation par des preuves objectives (3.8.3) que les exigences (3.6.4) pour une utilisation spécifique ou une application prévues ont été satisfaites

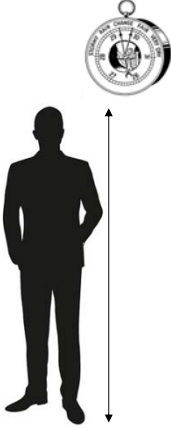
TRP • 4  ASSOCIATION MESURE INDUSTRIELLE Journée technique du 12 octobre 2021 





Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ? 

Illustration


Légende urbaine (?) du baromètre de Bohr



- Différentes méthodes de mesure à l'aide d'un baromètre :
 - mesure directe de longueurs
 - utilisation d'une corde et mesure de sa longueur ($h=L_{\text{corde}}$)
 - utilisation du baromètre comme étalon de longueur ($h=n \cdot l_{\text{baromètre}}$)
 - mesure indirecte de la longueur
 - mesure de la hauteur de l'ombre de l'individu comparée à celle du baromètre
 - mesure du temps
 - durée de chute libre du baromètre ($h=g \cdot t^2/2$)
 - période d'oscillation du baromètre utilisé comme pendule ($h=g \cdot T^2/(4\pi^2)$)
 - mesure de pressions en haut et en bas ($h = -(RT/g)\ln(P/P_0)$)
 - .../...
 - demander à l'intéressé



TRP • 5  ASSOCIATION MESURE INDUSTRIELLE Journée technique du 12 octobre 2021 

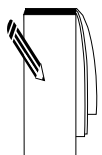


Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ? 

Illustration

Méthode	Résultat	Caractéristique problématique
$h = L_{\text{corde}}$	1,7 m	
$h = n \cdot l_{\text{baromètre}}$	1,78 m	
$h = h_{\text{baromètre}}^*$ ($h_{\text{ombre_bati}}/h_{\text{ombre_baro}}$)	1,8 m	robustesse, justesse, exactitude
$h = g \cdot t^2/2$	1,6 m	incertitude : court temps de chute, temps de réaction important
$h = g \cdot T^2/(4\pi^2)$	1,7 m	
$h = -(RT/g)\ln(P/P_0)$	0 m	résolution du baromètre
individu (valeur supposée vraie)	1,72 m	

TRP • 6  ASSOCIATION MESURE INDUSTRIELLE Journée technique du 12 octobre 2021 



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



ISO/CEI 17025

- **Les méthodes recommandées sont publiées (§ 7.2.1.4 de l'ISO/CEI 17025:2017):**
 - dans des normes internationales, régionales ou nationales,
 - par des organisations techniques de renom,
 - dans des textes ou revues scientifiques spécialisés,
 - par le fabricant d'équipement (par le fabricant de l'objet soumis à étalonnage)
- **Des méthodes peuvent également être (§ 7.2.1.4) :**
 - développées par le laboratoire,
 - modifiées par le laboratoire.
- **Le laboratoire doit vérifier qu'il peut correctement appliquer des méthodes avant de les mettre en œuvre en s'assurant qu'il peut atteindre la performance requise (§ 7.2.1.5)**

TRP • 7



Journée technique du 12 octobre 2021



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



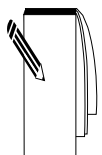
Pour le Cofrac (LAB REF 08)

- Est considérée comme **méthode reconnue** toute méthode **publiée** présentant les **moyens nécessaires à sa mise en œuvre** et issue des sources ci-après [diapo suivante]
- Une méthode **reconnue** est supposée validée par son émetteur et le laboratoire doit « simplement » vérifier la maîtrise de la mise en œuvre de la méthode.
- Une méthode **non reconnue** doit être validée par le laboratoire.
- (L'absence d'information quant aux caractéristiques validées et/ou aux performances de la méthode reste un obstacle à la mise en œuvre d'une méthode reconnue.)


TRP • 8



Journée technique du 12 octobre 2021




Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



Pour le Cofrac (LAB REF 08)


- Sont considérées répondre aux exigences précitées les méthodes reconnues suivantes :
 - une méthode publiée dans des normes internationales, européennes, ou nationales ou par des organismes techniques de renom,
 - une méthode publiée dans une publication scientifique,
 - une méthode décrite par un fabricant de kit d'analyse si elle a fait l'objet d'une reconnaissance tierce partie,
 - une méthode rendue d'application obligatoire, si elle est décrite, ou référencée dans un texte réglementaire,
 - une méthode imposée, si elle est référencée dans un référentiel de certification élaboré par un organisme de certification accrédité par le Cofrac,
 - un projet de norme dès lors que le projet est à son dernier stade de validation et est disponible.

TRP • 9




ASSOCIATION MESURE INDUSTRIELLE

Journée technique du 12 octobre 2021




Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



© Métrique Consulting 2019

1) méthode publiée présentant les moyens nécessaires à sa mise en œuvre **y compris** les caractéristiques de performance

2) méthode publiée présentant les moyens nécessaires à sa mise en œuvre **hors** caractéristiques de performance

3) Méthode NON publiée ou NE présentant PAS les moyens nécessaires à sa mise en œuvre


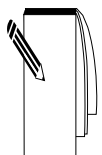
```

    graph TD
        Q1{?} -- oui --> C[Confirmation de méthode  
(§ 7.2.1.5 ISO/CEI 17025)]
        Q1 -- non --> Q2{?}
        Q2 -- oui --> V[Vérification de performances  
(§ 7.7.2)]
        Q2 -- non --> Q3{!}
        Q3 --> D[Détermination des caractéristiques utiles,  
vérification et validation (§ 7.2.2)]
    
```

TRP • 10

Méthodes reconnues

Méthodes non reconnues

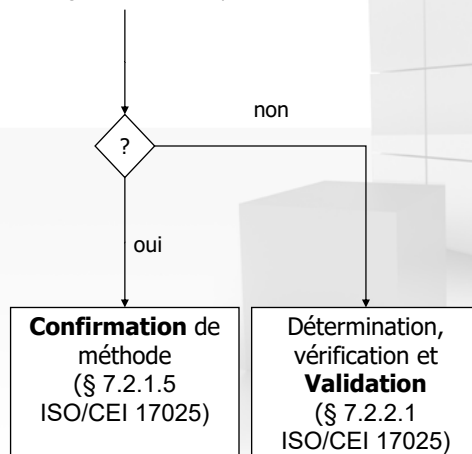



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



© Métrique Consulting
2019

Modification d'une méthode validée
sans incidence sur la validation
d'origine (§ 7.2.2.2)



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



▪ En préliminaire, vérifier l'existence/l'absence de textes qui pourraient imposer des caractéristiques et/ou une méthodologie de caractérisation :

- De **textes législatifs ou réglementaires** applicables .../...
- De **normes générales** .../... **recherche WEB sur ISO ou AFNOR**
 - (exemple) NF ISO 5725-1 à 6 « Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure »
- De **normes spécifiques** .../... **recherche WEB sur ISO ou AFNOR**
 - (exemple) NF T 90-210 (2009) Qualité de l'eau. Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire
- De documents para normatifs .../...
 - (exemple) *document Cofrac SH GTA 04 Guide technique d'accréditation de vérification (portée A) / Validation (portée B) des méthodes en biologie médicale*



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



L'enquête

- 165 contacts sollicités représentant 220 n° d'accréditation (sur 392 n° d'accréditation au 4/10/2021) dans 16 domaines techniques (Dimensionnel, Pression, etc.)
- 19 réponses (11,5 % de réponse)
- (pour les accrédités multi-domaines, choix d'un domaine de réponse)

TRP • 13



Journée technique du 12 octobre 2021



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?

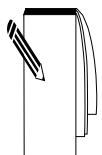


- Dans leur domaine, et dans le cadre de l'accréditation, les méthodes d'étalonnage que les labo mettent en œuvre sont majoritairement:
 - à **53,8 %**, des méthodes reconnues
 - à **81,8 %**, des méthodes publiées dans des normes
 - à **9,1 %**, des méthodes publiées dans des documents du Cofrac
 - à **9,1 %**, des méthodes publiées dans des publications scientifiques
 - à **0,0 %**, des méthodes publiées par des organismes techniques de renom
 - à **0,0 %**, des méthodes rendues d'application obligatoire
 - à **38,5 %**, des méthodes internes qui dérivent ou sont adaptées à partir de méthodes reconnues.
 - à **7,7 %**, des méthodes développées par votre laboratoire

TRP • 14



Journée technique du 12 octobre 2021



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



- Pour les laboratoires qui mettent majoritairement en œuvre des **méthodes reconnues**, les dispositions prises pour assurer la maîtrise de la mise en œuvre de ces méthodes (à **86 % réponses multiples**) :
 - à **40,0 %**, le laboratoire a participé à des comparaisons INTRA laboratoires (différents étalons, différents opérateurs, etc.)
 - à **30,0 %**, les méthodes mises en œuvre comprennent des informations sur les performances de ces méthodes (répétabilité, reproductibilité, etc.) ; le laboratoire a vérifié qu'il atteint ces performances.
 - à **20,0 %**, le laboratoire a participé à des comparaisons INTER laboratoires (bilatérales, multilatérales officielles (Cofrac, LNE) ou non)
 - à **10,0 %**, le laboratoire a évalué son incertitude d'accréditation et vérifié sa capacité par rapport aux instruments de mesure du marché.
 - à **0 %**, le laboratoire a réalisé une analyse de la bibliographie existante.
 - à **0 %**, les résultats obtenus par les méthodes internes sont comparés aux résultats obtenus par les méthodes reconnues.

TRP • 15



Journée technique du 12 octobre 2021



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?

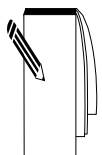


- Pour les laboratoires qui mettent majoritairement en œuvre des **méthodes internes** dérivées ou adaptées de méthodes reconnues, les dispositions prises pour assurer la maîtrise de la mise en œuvre de ces méthodes (à **60 % réponses multiples**) :
 - à **30,8 %**, le laboratoire a participé à des comparaisons INTER laboratoires (bilatérales, multilatérales officielles (Cofrac, LNE) ou non)
 - à **23,1 %**, le laboratoire a participé à des comparaisons INTRA laboratoires (différents étalons, différents opérateurs, etc.)
 - à **23,1 %**, le laboratoire a évalué son incertitude d'accréditation et vérifié sa capacité par rapport aux instruments de mesure du marché.
 - à **15,4 %**, les méthodes mises en œuvre comprennent des informations sur les performances de ces méthodes (répétabilité, reproductibilité, etc.) ; le laboratoire a vérifié qu'il atteint ces performances.
 - à **7,7 %** autre : répétabilité (en plus d'autres méthodes)
 - à **0 %**, le laboratoire a réalisé une analyse de la bibliographie existante.
 - à **0 %**, les résultats obtenus par les méthodes internes sont comparés aux résultats obtenus par les méthodes reconnues.

TRP • 16



Journée technique du 12 octobre 2021



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



- Pour les laboratoires qui mettent majoritairement en œuvre des **méthodes développées**, les dispositions prises pour assurer la maîtrise de la mise en œuvre de ces méthodes (**100 % de réponse unique**) :
 - à 100 %, le laboratoire a participé à des comparaisons INTRA laboratoires (différents étalons, différents opérateurs, etc.).
 - à 0 %, les méthodes mises en œuvre comprennent des informations sur les performances de ces méthodes (répétabilité, reproductibilité, etc.) ; le laboratoire a vérifié qu'il atteint ces performances.
 - à 0 %, le laboratoire a réalisé une analyse de la bibliographie existante.
 - à 0 %, le laboratoire a évalué son incertitude d'accréditation et vérifié sa capacité par rapport aux instruments de mesure du marché.
 - à 0 %, les résultats obtenus par les méthodes internes sont comparés aux résultats obtenus par les méthodes reconnues.
 - à 0 %, le laboratoire a participé à des comparaisons INTER laboratoires (bilatérales, multilatérales officielles (Cofrac, LNE) ou non)

TRP • 17



Journée technique du 12 octobre 2021

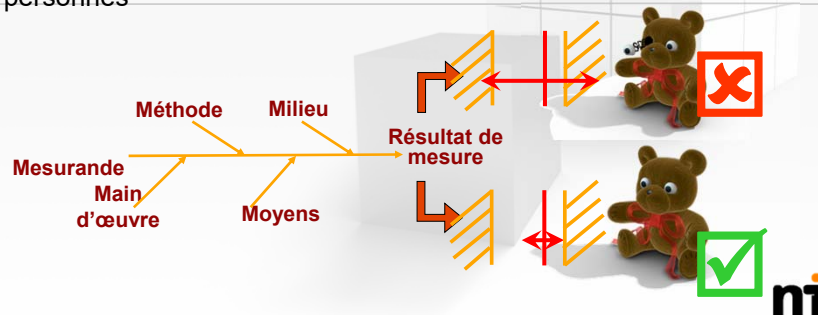


Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? Qu'en conclure ?



La validation des méthodes est nécessaire ...

- 1 pour en maîtriser les performances et le résultat correspondant
- 2 pour assurer que la méthode répond aux besoins des utilisateurs
- 3 dans certains cas, pour assurer la sécurité des biens et des personnes



TRP • 18



Qu'est-ce que la validation ? Pourquoi valider les méthodes ?
Quelles sont les pratiques ? **Qu'en conclure ?**



▪ **La validation des méthodes passe par ...**

- La confirmation ou l'évaluation des performances
 - La meilleure incertitude d'étalonnage est *a minima* l'une de ses performances
 - Les comparaisons INTRA et INTER laboratoires sont plébiscitées

▪ **La méthode validée, il convient d'assurer**

- la validité des résultats
- la performance des méthodes

TRP • 19



Journée technique du 12 octobre 2021



Références et bibliographie

▪ **Références**

- ISO/CEI 17025:2017
- Guide ISO/IEC 99 /JCGM 200 (VIM) :2008
- Guide ISO/IEC 98-3
- ISO/CEI Guide 98-3/Suppl 1
- ISO 9000:2015
- LAB REF 08 rev. 05

TRP • 20



Journée technique du 12 octobre 2021

