

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION
METROLOGIE DES PRESSIONS

LAB GTA 11

Révision 02

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

cofrac



Section LABORATOIRES

SOMMAIRE

AVANT PROPOS	3
1 OBJET DU DOCUMENT	4
2 REFERENCES	4
3 DOMAINE D'APPLICATION.....	5
4 MODALITE D'APPLICATION	5
5 SYNTHESE DES MODIFICATIONS	5
6 PORTEE D'ACCREDITATION	6
6.1 Présentation de la portée	6
6.2 Définitions des programmes d'étalonnage	9
6.2.1 Étalonnage des balances de pression utilisées en pression relative	9
6.2.2 Étalonnage des balances de pression utilisées en pression absolue	10
6.2.3 Étalonnage d'autres types d'appareils pour des pressions relatives, ou des pressions absolues supérieures à 1 000 Pa	10
6.2.4 Étalonnage d'autres types d'appareils pour des pressions absolues inférieures à 1 000 Pa	11
6.2.5 Cas des prestations de vérification	11
6.3 Dégradation des incertitudes accréditées.....	12
7 EVALUATION DES INCERTITUDES D'ETALONNAGE	12
7.1 Cas général	12
7.2 Particularités pour les balances de pression	14
8 PRESENTATION DU BILAN DES INCERTITUDES	15
9 CARACTERISATION DES MOYENS D'ETALONNAGE.....	15
9.1 Identification et informations relatives aux étalons	15
10 PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES.....	15
11 RECOMMANDATIONS POUR LES ETALONNAGES SUR SITE.....	16
11.1 Evaluation des incertitudes sur site.....	16
11.2 Le personnel	16
11.3 Traçabilité des étalonnages sur site.....	16
11.3.1 Paramètres d'influence	16
11.3.2 Etalons	16
11.4 Meilleures possibilités d'étalonnage sur site.....	17
12 PARTICULARITES SUR LA PRESENTATION DES RESULTATS.....	17
13 PRESENTATION DES DOCUMENTS TECHNIQUES EN VUE DE L'ACCREDITATION	17

AVANT PROPOS

Les familles d'instruments de mesure sur lesquelles le Cofrac établit l'accréditation en étalonnage et/ou vérification dans le domaine pression sont identifiées :

- balance manométrique, diviseur ou multiplicateur de pression,
- capteur¹ ou transmetteur² de pression,
- manomètre à lecture directe (chaîne de mesure de pression numérique ou à aiguille, vacuomètre, transmetteur intelligent),
- manomètre numérique à piston,
- manomètre à colonne de liquide,
- manomètre à vide,
- manomètre à viscosité,
- baromètre,
- fuite de référence,
- générateur de pression.

Cette liste indicative est non exhaustive.

Note : Les recommandations relatives à l'étalonnage d'un indicateur de pression par simulation électrique ne sont pas traitées dans ce guide, cependant le laboratoire est invité à consulter le guide technique d'accréditation en métrologie des grandeurs électriques, magnétiques et temporelles LAB GTA 10.

¹ Un capteur de pression transforme la pression en signal électrique « bas niveau » issu directement du corps d'épreuve

² Un transmetteur de pression est généralement de nature électronique ou numérique, il traite la mesure recueillie par le corps d'épreuve afin de le transformer en un signal électrique « haut niveau » de valeur conventionnelle (4-20 mA, 0-10 V, ...). Les transmetteurs « intelligents » délivrent également une information numérique en unité de pression. Ils sont considérés dans ce cas comme des manomètres numériques.

1 OBJET DU DOCUMENT

Ce document est à utiliser en complément du document Cofrac LAB REF 02. Il se réfère aux exigences figurant dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 explicitées dans l'optique propre à un laboratoire pratiquant de l'étalonnage en pression selon la correspondance suivante :

Chapitres du référentiel NF EN ISO/CEI 17025	Chapitres du présent guide LAB GTA 11
§5.4	§6.2
§5.4.6	§7, §8
§5.5	§9
§5.9	§10
§5.6	§11
§5.10	§12

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou normes applicables au sein du laboratoire. Le contenu de celui-ci a pour objectif de faire des recommandations à l'usage des organismes, et d'apporter des précisions sur des points techniques liés à la métrologie des pressions et aux prescriptions du document Cofrac LAB Ref 02.

2 REFERENCES

En complément des documents contractuels Cofrac, est fournie une liste non exhaustive des documents dont l'utilisation de certains peut s'avérer nécessaire. Les dernières versions de ces documents sont à appliquer, sauf obligation réglementaire. Le laboratoire, s'il le souhaite, peut utiliser d'autres méthodes dérivées ou d'autres références, ou appliquer ses propres méthodes dès lors qu'il justifie son choix et qu'il valide les méthodes et les performances métrologiques associées.

Ce guide prend en compte les exigences des documents suivants :

- JCGM 100, GUM « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure »,
- JCGM 200, VIM. « Vocabulaire International de Métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés »,
- LAB REF 02 « exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 »,
- LAB REF 08 « Expression et évaluation des portées d'accréditation »
- Document EA-4/02 « Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration »,
- Document EA-4/16 « Guidelines on the Expression of Uncertainty in Quantitative Testing »

Les documents suivants traitent également du sujet en objet :

- Guide du CFM Application du nouveau concept du VIM 3
- NF EN 837-1 Manomètres – Partie 1 : Manomètres à tube de Bourdon,
- NF EN 837-2 Manomètres – Partie 2 : Recommandations sur le choix et l'installation des manomètres,
- NF EN 837-3 Manomètres – Partie 3 : Manomètres à membrane et à manomètres à capsule,
- RMAéro 800 01 B « Définitions et calculs d'erreurs - Incertitude de mesure »,
- RMAéro 802 01 « Guide de choix des instruments de mesure de pression »,
- RMAéro 802 02 « Évaluation des incertitudes sur les mesures de pression »,
- RMAéro 802 10 « Manomètres à colonne de liquide »,

- RMAéro 802 10 A « Vérification et étalonnage des instruments de mesure – Mesures de pression – Manomètres à mercure (Pressions altimétriques, anémométriques, et applications similaires) »,
- RMAéro 802 11 « Procédures d'étalonnage et de vérification périodique sur site d'une chaîne de mesure des pressions »,
- RMAéro 802 12 « Étalonnage et utilisation des balances de pression à piston tournant à huile »,
- RMAéro 802 20 « Vérifications et étalonnage des instruments de mesure - Mesures de pression - Balances à piston (Pressions altimétriques, anémométriques, et applications similaires) »,
- RMAéro 802 21 « Étalonnage et utilisation des balances manométriques - Balance à application de masses »,
- RMAéro 802 30 « Vérification et étalonnage des instruments de mesure - Mesures de pression - Manomètres de précision à éléments déformables - (Gammes des pressions altimétriques, anémométriques et applications similaires) »,
- RMAéro 802 41 « Etalonnage et utilisation des manomètres électromécaniques »,
- RMAéro 802 42 « Générateurs et générateurs-mesureurs de pression »,
- EURAMET – cg 3 « Calibration of Pressure Balances »,
- EURAMET – cg 17 « Calibration of Electromechanical Manometers ».

3 DOMAINE D'APPLICATION

Ce document s'applique aux laboratoires candidats à l'accréditation dans le domaine de la métrologie des pressions.

Ce document s'adresse également aux :

- Évaluateurs du Cofrac amenés à intervenir dans ce secteur. Il constitue une base d'harmonisation à leur usage,
- Membres des instances du Cofrac : Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation Physique / Mécanique,
- Membres de la structure permanente du Cofrac,
- Clients des laboratoires,
- Instances officielles.

L'accréditation est délivrée pour une portée définie par le laboratoire correspondant à ses besoins et suivant les différentes options décrites dans le document LAB REF 08.

4 MODALITE D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du **15 Octobre 2017**.

5 SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Il s'agit de la seconde révision du document.

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document.

Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation, telles que définies dans le document LAB REF 08 révision 04. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

6 PORTEE D'ACCREDITATION

L'expression de la compétence d'un organisme est décrite dans sa portée d'accréditation, le mode retenu pour exprimer la portée d'accréditation des laboratoires permet de préciser, par domaine de compétence technique, le niveau de flexibilité de l'accréditation auquel le laboratoire concerné postule. Les éléments nécessaires pour l'expression des portées d'accréditation ainsi que les définitions des niveaux de flexibilité sont décrits dans les documents LAB REF 08.

6.1 Présentation de la portée

Il convient que les laboratoires accrédités en étalonnage, réalisant leur raccordement en interne, enregistrent également, pour un usage interne, leurs meilleures possibilités d'étalonnage suivant les modèles de portée présentés dans ce paragraphe.

Le laboratoire présentera sa portée selon l'un des deux modèles présentés dans les tableaux ci-après.

Le premier modèle sert à décrire la portée flexible.

Le second modèle décrit la portée fixe ou portée détaillée précisant les éléments suivants :

- grandeur physique mesurée ou mesurande ;
- méthode d'étalonnage ou référence à la méthode ;
- type d'objet soumis à l'étalonnage ;
- étendue de mesure exprimée en unité appropriée ;
- meilleure incertitude de mesure exprimée en unité appropriée en prenant en compte un instrument à étalonner idéal, dont la contribution est négligeable dans le bilan d'incertitude ;
- lieu de la prestation (en laboratoire fixe ou sur site).

EXEMPLE DE PORTEE FLEXIBLE FLEX 3

Matériaux, Produits, Type d'activité	Principe de mesure, propriété mesurée	Référence de la méthode d'étalonnage* (norme, méthode développée par le laboratoire, méthode publiée)
Etalonnage d'un instrument de mesure de pression dans le domaine de 0 à 1 GPa Fluide : gaz ou liquide (balances de pression, colonne de liquide, manomètres numériques, baromètres, capteurs de pression, transmetteurs de pression, manomètres métalliques, vacuomètres)	Etalonnage par comparaison directe avec un étalon de pression absolue, relative ou différentielle	Méthodes développées par le laboratoire
Etalonnage d'une balance de pression, d'un diviseur ou d'un multiplicateur de pression, d'un manomètre numérique à piston dans le domaine de 0 à 1 GPa Fluide : gaz ou liquide	Etalonnage par comparaison directe avec un étalon de pression absolue ou relative et détermination de la section effective ou du coefficient de sensibilité spécifique	Méthodes développées par le laboratoire

***PORTEE FLEXIBLE FLEX3 :** *Le laboratoire est reconnu compétent pour adopter toute méthode reconnue dans le domaine couvert par la portée générale, et pour développer ou mettre en œuvre toute autre méthode dont il aura assuré la validation.*

EXEMPLE DE PORTEE FIXE EN PRESSION ABSOLUE DE GAZ

Objet soumis à étalonnage	Caractéristique mesurée	Meilleure incertitude Elargie (<i>en Pa</i>)	Etendue de mesure	Principe de mesure / Référence de la méthode*	Moyens d'étalonnage (Equipements, étalons)	Prestation en laboratoire (L) et/ou sur site (S)
POSSIBILITES						
<ul style="list-style-type: none"> • Balance <i>de pression</i> • Diviseur multiplicateur de pression • Manomètre numérique à piston • Manomètre à colonne • Manomètre analogique/numérique • Capteur à sortie électrique • Baromètre holostérique • Fuite de référence 	Erreur d'indication Section effective d'un ensemble piston-cylindre	Exemple : 50 Pa +1.10 ⁻⁴ .P	Exemple : 0,1 à 50 MPa	<i>Etalonnage par comparaison selon le doc (interne ou EA ...) X-revY</i> <i>Etalonnage par détermination de la section effective X-revY</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Balance <i>de pression</i> • Diviseur ou multiplicateur de pression • Manomètre numérique à piston • Manomètre à colonne • Manomètre analogique/numérique • Capteur à sortie électrique • Baromètre holostérique 	Laboratoire Site
EXEMPLES						
<ul style="list-style-type: none"> • Manomètre analogique/numérique • Capteur à sortie électrique 	Erreur d'indication	50 Pa +1.10 ⁻⁴ .P	0,1 à 50 MPa	<i>Etalonnage par comparaison/ X-revY</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Balance <i>de pression</i> • Multimètre 	Laboratoire

Avec pour notation :
 P : Pression absolue
 P_r : Pression relative
 ΔP : Pression différentielle
 P_l : Pression en ligne

***Portée FIXE :** Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

Ou

Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes reconnues mentionnées dans la portée d'accréditation

6.2 Définitions des programmes d'étalonnage

Afin d'homogénéiser les pratiques des différents laboratoires et de garantir une cohérence entre les programmes d'étalonnage et l'incertitude d'étalonnage recherchée, les laboratoires postulant à une accréditation sont invités à observer et documenter les prestations minimales ci-dessous. Ces programmes d'étalonnage ont pour but d'acquérir les informations nécessaires à l'évaluation de l'incertitude d'étalonnage.

Dans les recommandations décrites ci-après, on entend par incertitude d'étalonnage, l'incertitude élargie recherchée correspondant à deux fois l'incertitude-type composée. Une méthode d'évaluation de cette dernière est précisée aux chapitres 7 et 8.

Des minima portant sur le nombre de cycles et le nombre de points de pression sont proposés.

Pour information, les incertitudes relatives de certains instruments sont généralement comprises dans les limites suivantes :

- balance manométrique : 1×10^{-5} à 5×10^{-4} ,
- manomètre numérique à piston tournant : 2×10^{-5} à 5×10^{-4} ,
- capteur à quartz : 5×10^{-5} à 1×10^{-3} ,
- capteur à jauge de contrainte : 5×10^{-4} à 1×10^{-2} ,
- manomètre métallique : 1×10^{-3} à 1×10^{-1} ,...

Ces recommandations s'appliquent dans le cas d'étalonnages d'instruments sur une plage correspondant à leur étendue de mesure. Si la plage d'étalonnage est plus restreinte que l'étendue de mesure dans une demande particulière d'un client (tracée dans la revue de contrat), le laboratoire peut ajuster sa procédure en fonction du domaine évalué. De la même manière, la procédure peut être ajustée selon la technologie du capteur (cas des manomètres numériques utilisés en pression relative et absolue, cas de manomètres multi gammes). Pour rappel le laboratoire justifie son choix et valide les méthodes et les performances métrologiques associées.

Si le laboratoire n'utilise pas ces recommandations, validées et largement répandues dans les laboratoires accrédités, il peut proposer ses propres méthodes sous réserve d'une validation de celles-ci.

6.2.1 Étalonnage des balances de pression utilisées en pression relative

Deux méthodes sont proposées, la méthode 1 n'est généralement pas employée quand la plus faible incertitude d'étalonnage est exigée par le client :

- *méthode 1* : réaliser au moins 3 séries, par pression croissante et/ou décroissante, comportant au moins 5 points de pression répartis régulièrement sur l'étendue de mesure. Pour les balances possédant une double étendue de mesure, réaliser au moins 5 points de pression sur chaque étendue de mesure ; le résultat de l'étalonnage est la pression équivalente à la masse appliquée ;
- *méthode 2* : réaliser de 3 à 5 séries, par pression croissante et/ou décroissante, comportant au moins 6 points de pression, le premier point étant la valeur minimale ou maximale de l'étendue de mesure et les autres points étant répartis sur la totalité de l'étendue ; le résultat de l'étalonnage est la section effective de l'ensemble piston-cylindre.

6.2.2 *Étalonnage des balances de pression utilisées en pression absolue*

Deux solutions sont envisageables :

- effectuer l'étalonnage en pression relative, puis réaliser, en pression absolue, 3 séries comportant 3 points de pression afin de déterminer la justesse et de confirmer la répétabilité obtenue en pression relative ;
- étalonner en pression absolue :
 - o incertitude d'étalonnage $\geq 5 \times 10^{-5} \times P$: réaliser au moins 3 séries, par pression croissante et/ou décroissante, comportant au moins 5 points de pression ;
 - o incertitude d'étalonnage $< 5 \times 10^{-5} \times P$: réaliser au moins 3 séries, par pression croissante et/ou décroissante, comportant au moins 8 points de pression.

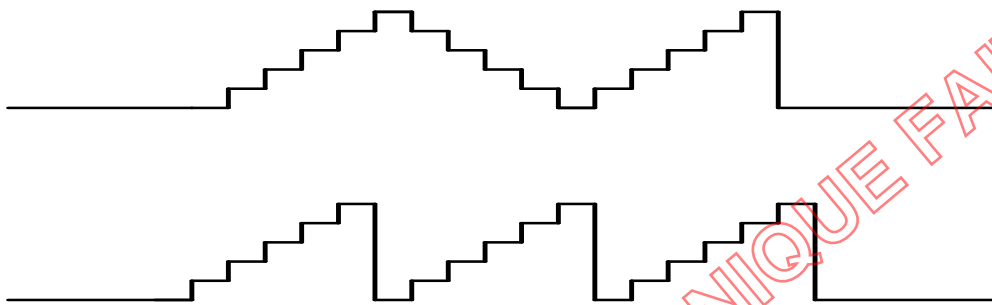


Figure 1 : Exemples d'étalonnage d'une balance manométrique en pression relative suivant une prestation de 3 séries de 5 points de pression.

6.2.3 *Étalonnage d'autres types d'appareils pour des pressions relatives, ou des pressions absolues supérieures à 1 000 Pa*

Cas des manomètres numériques, métalliques, capteurs avec chaîne de mesure associée, capteurs à sortie électrique, colonnes de liquide...

- incertitude d'étalonnage $\geq 0,2\%$ de l'étendue de mesure (EM) : réaliser au minimum 1 cycle montée-descente de 6 points de pression et évaluer la répétabilité sur 1 point de pression répété 3 fois ;

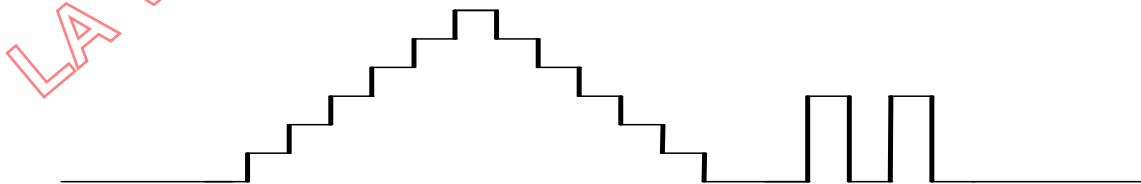


Figure 2 : Exemple d'étalonnage d'un manomètre métallique en pression absolue suivant une prestation d'un cycle montée-descente de 6 points de pression, suivi de deux mises à la pression au point considéré pour déterminer la répétabilité.

- $0,2\%$ de l'étendue de mesure (EM) $>$ incertitude d'étalonnage $\geq 0,05\% \cdot (EM)$: réaliser au minimum 1 cycle montée-descente de 11 points de pression et évaluer la répétabilité sur au moins 3 points de pression (par exemple à 20, 50 et 80 % de l'étendue de mesure (EM)) à la montée répétés 3 fois ;

- incertitude d'étalonnage $< 0,05 \%$ de l'étendue de mesure (EM) : réaliser au minimum 3 cycles montée-descente de 11 points de pression.

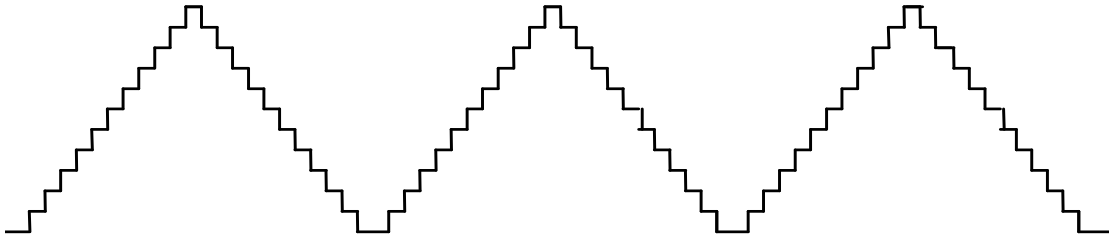


Figure 3 : Exemple d'étalonnage d'un manomètre numérique en pression absolue suivant une prestation de 3 cycles montée-descente de 11 points de pression.

Lorsque les informations concernant les qualités métrologiques de l'instrument de mesure sont incomplètes, le programme d'étalonnage est déterminé en fonction de l'incertitude d'étalonnage recherchée (correspondant à la demande du client). Conformément au chapitre 5.4.2 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le laboratoire propose la méthode appropriée à l'étalonnage du matériel du client.

En aucun cas, le laboratoire ne peut délivrer dans le certificat d'étalonnage une incertitude d'étalonnage inférieure à celle du programme mis en œuvre. Par exemple, dans le cas d'étalonnage d'un manomètre dont l'incertitude d'étalonnage recherchée est supérieure à $0,2 \%$ de l'étendue de mesure : L'application du programme d'étalonnage d'un cycle montée-descente de 6 points de pression peut révéler une incertitude d'étalonnage inférieure à $0,2 \%$ de l'étendue de mesure. Dans ce cas, l'incertitude d'étalonnage est dégradée à la valeur de l'incertitude recherchée, soit $0,2 \%$ de l'étendue de mesure. Par ailleurs, si le zéro est mesurable, ce point fait partie du programme d'étalonnage.

6.2.4 Étalonnage d'autres types d'appareils pour des pressions absolues inférieures à 1 000 Pa

Cas des manomètres numériques, métalliques, capteurs avec chaîne de mesure associée, capteurs à sortie électrique, colonnes de liquide...

L'indication du vide limite donné par l'étalon et atteint avant le début de l'étalonnage devra être mentionnée au certificat ainsi que la pression délivrée de l'instrument sous test.

L'instrument sera étalonné avec un minimum de trois points par décade avec un minimum de six points sur l'étendue de mesure du manomètre concerné.

La répétabilité des instruments sera évaluée à partir d'au moins deux points obtenus par pression croissante.

Dans le cas des capteurs capacitifs, si le capteur est utilisé en pressions décroissantes alors que l'étalonnage est réalisé en pressions croissantes, il est recommandé de caractériser l'hystérésis du capteur ou d'alerter le client, au niveau de la revue de la demande et dans le certificat, sur le mode d'étalonnage et le risque lié à un mode d'étalonnage différent du mode d'utilisation.

6.2.5 Cas des prestations de vérification

Avant toute prestation de vérification, l'instrument est étalonné, la prestation d'étalonnage étant conforme aux préconisations minimales prescrites précédemment, ou définies par le client. Les règles de déclaration de conformité sont précisées au chapitre 9.2.4 du LAB REF 02.

6.3 Dégradation des incertitudes accréditées

Lorsque les meilleures possibilités d'étalonnage ne peuvent pas être réalisées, le laboratoire « dégrade » les incertitudes (de la portée d'accréditation) sans que ceci soit considéré comme de l'adaptation de méthode.

La procédure utilisée, en interne, pour « dégrader » ces incertitudes, est intégrée à la documentation technique du laboratoire.

7 EVALUATION DES INCERTITUDES D'ETALONNAGE

L'incertitude d'étalonnage comprend des composantes liées à la pression délivrée par l'étalon, à l'opérateur, à l'environnement, à la méthode et à l'équipement à étalonner. La meilleure incertitude présentée dans la portée d'accréditation ne tient pas compte de cette dernière et dans la suite de ce chapitre ne seront détaillées que les composantes autres que celles liées à l'instrument à étalonner.

Cette aide à l'évaluation des incertitudes s'inspire du GUM, « guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » et de la démarche présentée dans le document EA-4/02 et ses compléments.

7.1 Cas général

Lors de la détermination des incertitudes élémentaires, il convient d'évaluer tous les paramètres pouvant avoir une influence sur les performances métrologiques. Les principales causes d'incertitude sont précisées ci-après (il est évident qu'en fonction des technologies mises en œuvre, d'autres causes peuvent apparaître : les perturbations électromagnétiques par exemple) :

- a) La répétabilité de l'étalon et des autres appareils utilisés dans le processus ;
 La répétabilité de la mesure est évaluée par la détermination de l'écart-type des écarts entre pression de référence et pression mesurée.
 La répétabilité est déterminée à l'aide de l'écart-type expérimental sur la moyenne suivant les lois statistiques appropriées (coefficient de Student).
- b) La composante d'incertitude liée au raccordement ;
 L'incertitude-type d'étalonnage est égale à l'incertitude élargie d'étalonnage divisée par le facteur d'élargissement k , généralement pris égal à 2 ;
- c) La composante d'incertitude relative à la constance des étalons ;
 L'incertitude liée à la constance est calculée à partir de l'écart maximal observé entre deux étalonnages successifs si l'on dispose d'un historique suffisant.
 Dans le cas général, l'incertitude-type est prise égale au plus grand écart divisé par $\sqrt{3}$.
 Si le paramètre suivi évolue de manière aléatoire (variation indifféremment positive ou négative si l'on dispose d'un nombre statistiquement suffisant de valeurs), l'incertitude-type est égale à l'écart type de l'ensemble des valeurs observées.
 En l'absence d'historique, toute autre méthode documentée, issue du retour d'expérience ou des données constructeur par exemple, pourra être utilisée.
 Dans le cas d'un matériel neuf en particulier, l'incertitude type de constance peut être estimée à partir des données fournies par le constructeur ou par toute autre méthode documentée.
- d) L'effet de la température ambiante du laboratoire où est réalisé l'étalonnage:
 La température d'utilisation pouvant, d'une part, être différente de celle de l'étalonnage, et d'autre part fluctuer différemment de celle d'étalonnage, il convient d'en tenir compte

et de la caractériser (ceci peut être réalisé au moyen d'un modèle linéaire en déterminant un coefficient de température) ;

- e) La composante d'incertitude liée à la hauteur de colonne de fluide correspondant à la différence de hauteur entre les niveaux de référence de l'étalon et de l'équipement de mesure à étalonner ;
- f) (ne concerne pas les balances qui sont raccordées en section et en masse) En l'absence de modélisation ou d'absence de correction, l'erreur de justesse de l'étalon sera traité comme une Correction Non Appliquée ;
- g) (ne concerne pas les balances qui sont raccordées en section et en masse)

En cas de modélisation de la réponse de l'étalon, la pratique la plus simple et la plus courante dans les laboratoires d'étalonnage pour déterminer l'équation de la relation d'étalonnage est d'utiliser la méthode des moindres carrés, programmée dans de nombreux logiciels. Cette dernière repose sur l'hypothèse que les incertitudes d'étalonnage sont comparables en tous les points du domaine d'étalonnage (hypothèse d'homoscédasticité).

Si ce n'est pas le cas, d'autres méthodes plus complexes peuvent être mises en œuvre, telles que les moindres carrés pondérés

Quelle que soit la méthode (moindres carrés, pondérés ou non, interpolation polynomiale, approximation par segment ...), l'observation des résidus est une étape indispensable pour juger de l'adéquation du modèle. Les résidus étant calculés, une méthode simple et robuste pour déterminer l'incertitude-type de modélisation est de quantifier la dispersion de ces résidus, soit par une méthode de type A (si le nombre de résidus le permet), soit par une méthode de type B, en associant une loi de distribution uniforme au résidu le plus grand (en valeur absolue).

Les composantes h) i) j) k) l) m) ne concernent pas les balances raccordées en section et en masse.

- h) Dans le cas d'appareils à sortie électrique, la composante d'incertitude liée à l'utilisation de la chaîne de mesure électrique (cf. LAB GTA 10, Guide d'accréditation en métrologie des grandeurs électriques, magnétiques et temporelles)
- i) Dans le cas de la prise en compte de la valeur de la pression atmosphérique, la composante d'incertitude liée à la mesure de la pression atmosphérique durant l'étalonnage (cela peut concerner une balance de pression étalonnée en pression relative et utilisée pour réaliser un étalonnage en pression absolue)
- j) Pour les manomètres numériques, les composantes d'incertitude liées à la remise à zéro et/ou au calibrage,
- k) La composante d'incertitude liée à la quantification (ou lecture du signal),
- l) La composante d'incertitude liée à l'hystérésis de l'étalon, s'il n'est pas déjà pris en compte lors de la modélisation, correspondant à la différence de pression appliquée pour un même point d'indication ou à la différence d'indication de pression pour la même pression appliquée, à pression montante et à pression descendante,
- m) Enfin, la composante d'incertitude liée à la stabilité de la pression générée.

7.2 Particularités pour les balances de pression

Parmi les composantes d'incertitude à évaluer, il y a celles liées :

a) aux masses divisionnaires,

L'influence des masses divisionnaires sur la pression équilibrée est faible, et leur étalonnage individuel n'aurait pas de justification métrologique. Le risque réside dans une interversion des masses. Il convient donc de vérifier la masse totale des masses divisionnaires à chaque étalonnage des masses. Le critère de vérification devra être cohérent avec une incertitude correspondante donnée dans les documents techniques en vue de l'accréditation.

b) à l'accélération de la pesanteur,

La détermination de l'accélération de la pesanteur et de l'incertitude associée peut s'effectuer par mesure ou à défaut par calcul mais doit être documentée.

c) à la température des ensembles piston - cylindre

Dans le cas où la rotation de la partie mobile serait assurée par un moteur interne et où il n'y a pas de sonde de température, il est nécessaire d'évaluer et de prendre en compte l'échauffement dû au fonctionnement de ce moteur.

Lorsque la balance est munie d'une sonde de température, le raccordement de cette grandeur pourra être envisagé de l'une des manières suivantes :

- le client (c'est-à-dire l'utilisateur de la balance à raccorder) réalise un étalonnage séparé de la sonde de température ; il fournit le certificat d'étalonnage au laboratoire de raccordement qui reportera dans le certificat d'étalonnage de la balance la méthode de calcul de la température ;
- l'opération d'étalonnage de la sonde étant risquée, la valeur de la sonde de température fournie par le constructeur peut être utilisée ; une éventuelle dérive de la sonde se traduira par une dérive de la section effective, mais sera prise en compte ;
 - o dans ces deux premiers cas, le client (c'est-à-dire l'utilisateur de la balance à raccorder) et le laboratoire de raccordement raccordent l'indicateur de température ;
- le client (c'est-à-dire l'utilisateur de la balance à raccorder) fournit au laboratoire de raccordement la chaîne complète de mesure de la température, ainsi que la correction éventuelle qu'il applique.

Le client (c'est-à-dire l'utilisateur de la balance à raccorder) **doit impérativement avoir fixé ce point** avec le laboratoire de raccordement, afin principalement de savoir si les données d'étalonnage sont ou non corrigées de la température et de quelle manière.

d) à la poussée de l'air

e) à la verticalité du piston

f) le cas échéant, aux erreurs résiduelles inhérentes à la modélisation retenue,

g) le cas échéant, à la tension superficielle du fluide de lubrification.

8 PRESENTATION DU BILAN DES INCERTITUDES

Il convient que le laboratoire fasse apparaître dans sa documentation technique, pour chaque programme d'étalonnage:

- les incertitudes identifiées et la méthode retenue pour quantifier l'incertitude type associée (avec loi de distribution choisie le cas échéant), ce pour la pression générée à l'entrée de l'instrument de mesure étalonné,
- l'incertitude d'étalonnage par famille d'instruments de mesure,
- la méthode de combinaison retenue pour l'expression de l'incertitude finale :
 - o dans le cas de variables indépendantes, l'incertitude-type composée s'obtient en effectuant la somme quadratique des incertitudes-types (voir JCGM 100) ou en utilisant la méthode de la corde (Annexe 5 – RMAéro 800 01B)
 - o dans le cas de variables corrélées, la détermination de l'incertitude-type composée prend en compte les covariances entre chaque grandeur (voir JCGM 100).

Un modèle de tableau récapitulatif est présenté dans le document EA-4/02.

9 CARACTERISATION DES MOYENS D'ETALONNAGE

9.1 Identification et informations relatives aux étalons

Le laboratoire distingue, le cas échéant, les **étalons de référence** des **étalons de travail**, les étalons susceptibles d'être employés à l'extérieur du laboratoire, les étalons susceptibles d'être utilisés hors du cadre de l'accréditation.

Les informations suivantes relatives aux étalons sont documentées :

- Identification
- Principe physique et principe de la mesure (notamment électrique)
- Suivi des caractéristiques physiques et métrologiques issues des résultats d'étalonnage et des comparaisons internes / externes
- Conditions de conservation et d'utilisation (moyen de contrôle de la température).

10 PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

Conformément aux préconisations du paragraphe 5.9 de la NF EN ISO/CEI 17025, au document LAB Ref 02 et pour vérifier la stabilité de ses performances métrologiques, le laboratoire organise ou participe à des comparaisons interlaboratoires pertinentes et en exploite et analyse les résultats.

En parallèle de cette démarche, le laboratoire exploite les possibilités de redondance interne qui sont à sa disposition.

11 RECOMMANDATIONS POUR LES ETALONNAGES SUR SITE

Dans le cadre de l'accréditation sur site, il convient que le laboratoire connaisse bien les conditions environnementales avant de procéder à un étalonnage. Ces points devront être définis dans la revue de contrat.

11.1 Evaluation des incertitudes sur site

La procédure d'évaluation des incertitudes sur site et de la dégradation en fonction de l'environnement est rédigée et fournie dans la documentation technique. Cette procédure est complétée avec des exemples d'étalonnage-type représentatifs de l'activité du laboratoire que celui-ci souhaite inclure dans ses possibilités d'étalonnage sur site.

11.2 Le personnel

Le personnel intervenant sur site fait l'objet d'une procédure de qualification détaillée avec des critères de validation. Les tâches spécifiques aux prestations sur site sont explicitement détaillées.

Il convient que les opérateurs sur site aient la compétence technique nécessaire pour la prise en compte des conditions environnementales ou de tout autre paramètre ayant ou pouvant avoir une influence sur le résultat de l'étalonnage et son incertitude associée.

Il est impératif que les enregistrements relatifs à la qualification correspondent à des prestations représentatives de l'activité habituelle du laboratoire.

Une personne compétente techniquement assure et valide la qualification du personnel susceptible d'intervenir sur site dans le cadre de l'accréditation.

Compte tenu de la spécificité des activités sur site, le laboratoire met en place un processus interne (de surveillance technique (personnel, moyen, procédure, etc.)) effectué sur site.

11.3 Traçabilité des étalonnages sur site

11.3.1 *Paramètres d'influence*

Le laboratoire propose le domaine des conditions ambiantes dans lequel il intervient. Il fait la preuve qu'il a les possibilités de mesurer ces conditions ambiantes et qu'il a caractérisé son instrumentation sur l'étendue des conditions d'ambiance revendiquée.

L'influence des paramètres influant sur le comportement des étalons est prise en compte dans l'incertitude d'étalonnage.

11.3.2 *Etalons*

Les instruments utilisés dans le cadre d'un étalonnage sur site font l'objet d'une confirmation métrologique (étalonnage périodique et/ou étalonnage avant et après une campagne sur site).

Les périodicités de raccordement des étalons susceptibles d'être employés à l'extérieur du laboratoire sont adaptées en fonction du type et de la technologie de l'étalon, du volume d'instruments à étalonner et des incertitudes de raccordement et d'étalonnage recherchées. Une fiche suiveuse (ou fiche de vie,...) de ces étalons fera état des dates et fréquences d'utilisation sur site entre deux raccordements.

Lors d'un étalonnage sur site, la sensibilité d'un étalon à la température devient souvent une cause d'incertitude prépondérante. C'est pourquoi, il est recommandé que chaque étalon

utilisé pour des étalonnages sur site soit caractérisé en température individuellement dans la gamme de température d'utilisation sur site.

Les conditions particulières de transport sont décrites.

11.4 Meilleures possibilités d'étalonnage sur site

Le tableau des meilleures possibilités d'étalonnage sur site est présenté de manière similaire aux autres tableaux avec un titre précisant bien que ce tableau concerne l'étalonnage sur site (cf. modèle 2 – §6).

12 PARTICULARITES SUR LA PRESENTATION DES RESULTATS

Le constat de vérification et le certificat d'étalonnage peuvent être édités sur un même document ou de manière disjointe.

Lorsque la présentation des résultats d'étalonnage fait clairement apparaître les valeurs de pression croissante et décroissante, l'incertitude d'étalonnage ne tient pas compte de la composante associée à l'hystérésis et cela est indiqué clairement dans le certificat.

Afin de faciliter la compréhension et l'exploitation du certificat d'étalonnage par le client, il est recommandé que soient indiquées dans le rapport d'étalonnage :

- la liste des composantes prises en compte dans l'incertitude d'étalonnage
- la composante d'incertitude liée à la répétabilité par une mention claire et précise de ce qui est mesuré,
- la composante d'incertitude liée à l'étalon afin d'identifier quel est le poids de l'étalon dans la prestation,
- l'écart de modélisation le cas échéant,
- l'incertitude sur la modélisation le cas échéant.

Le certificat stipule que l'incertitude présentée prend en compte la contribution de l'instrument soumis à étalonnage.

Dans le cas d'établissement de constats de vérification, le laboratoire met en place une procédure relative à la délivrance des constats de vérification assurant la traçabilité aux éléments suivants :

- la liste des normes et textes de référence,
- la liste des étalons et moyens d'étalonnage utilisés,
- la procédure d'étalonnage, faisant clairement apparaître que l'opération d'étalonnage est effectuée préalablement à l'opération de vérification.

13 PRESENTATION DES DOCUMENTS TECHNIQUES EN VUE DE L'ACCREDITATION

En préalable à l'accréditation, il est recommandé au laboratoire de fournir parmi les documents techniques (plan qualité, procédures) :

- Une présentation de la qualification (formation, expérience) du personnel pour les positions-clés,
- Une description des conditions limites d'environnement prises en compte pour le calcul d'incertitude
- Un enregistrement des conditions environnementales des locaux en été et en hiver,
- Pour chaque famille d'instruments susceptibles d'être étalonnés sans distinction :
 - o l'extrait de la procédure d'utilisation,

- la méthode de génération de la pression de référence,
- le calcul de la pression de référence se rapportant à la méthode,
- la présentation et la justification des incertitudes-types composant l'incertitude de la portée d'accréditation et leur mode de combinaison,
- Le calcul de l'incertitude due à l'utilisation de moyens de mesure et de génération de grandeurs électriques pour chacun de ces moyens,
- La méthode de détermination du g, si nécessaire,
- La liste des familles d'instruments susceptibles d'être étalonnés dans le cadre de l'accréditation parmi la liste suivante : balance manométrique, diviseur ou multiplicateur de pression, capteur ou d'un transmetteur de pression, manomètre à lecture directe (chaîne de mesure de pression numérique ou à aiguille, d'un vacuomètre), manomètre numérique à piston, manomètre à colonne de liquide, manomètre à vide, manomètre à viscosité, baromètre, fuite de référence, générateur de pression, indicateurs de pression par simulation électrique
- Pour chaque famille d'instruments susceptibles d'être étalonnés (y compris les étalons de travail et les étalons destinés à être employés à l'extérieur du laboratoire) :
 - les modes opératoires, incluant la méthode de génération de la pression de référence;
 - les procédures d'estimations des incertitudes, avec les résultats des calculs, la manière de les dégrader le cas échéant et les informations permettant d'identifier l'origine des valeurs obtenues.
- un exemple de certificat d'étalonnage de chaque famille d'appareil que le laboratoire est susceptible d'étalonner,
- dans l'hypothèse où le laboratoire souhaite émettre des constats de vérification, un exemple de constat de vérification de chaque famille d'appareil que le laboratoire est susceptible de vérifier, les constats étant associés aux certificats mentionnés ci-dessus.