

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11095

Première édition
1996-02-01

**Étalonnage linéaire utilisant des matériaux
de référence**

iTeh *STANDARD PREVIEW*
Linear calibration using reference materials
(standards.iteh.ai)

[ISO 11095:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>



Numéro de référence
ISO 11095:1996(F)

Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Définitions	2
4	Principes généraux	2
5	Méthode de base	2
6	Étapes de la méthode de base	4
7	Méthode de contrôle	10
8	Deux variantes de la méthode de base	13
9	Exemple	16

Annexes

A	Liste des symboles et abréviations	26
B	Méthode de base lorsque le nombre de répliques n'est pas constant	28
C	Bibliographie	30

It'eh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11095:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11095 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

L'étalonnage est un élément essentiel de la plupart des méthodes de mesure. Il s'agit d'un ensemble d'opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre des valeurs données par un système de mesure et les valeurs correspondantes acceptées de certains «étalons». Dans la présente Norme internationale, les étalons sont des matériaux de référence.

Un matériau de référence (MR) est une substance ou un artefact pour lequel une ou plusieurs caractéristiques sont suffisamment bien établies pour valider un système de mesure. Il existe divers types de MR:

- a) un matériau de référence interne est un MR mis au point par un utilisateur pour ses propres besoins internes;
- b) un matériau de référence externe est un MR fourni par quelqu'un d'autre que l'utilisateur;
- c) un matériau de référence certifié est un MR diffusé et certifié par une organisation reconnue compétente.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11095:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

Étalonnage linéaire utilisant des matériaux de référence

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale a pour objet:

- a) d'exposer les grandes lignes des principes généraux d'étalonnage d'un système de mesurage et de maintien de ce système de mesurage «étalonné» en état de maîtrise statistique;
- b) de fournir une méthode de base
 - pour estimer une fonction d'étalonnage linéaire selon l'une des deux hypothèses relatives à la variabilité des mesurages,
 - pour contrôler l'hypothèse de linéarité de la fonction d'étalonnage et les hypothèses touchant la variabilité des mesurages, et
 - pour estimer la valeur d'une nouvelle grandeur inconnue en modifiant les valeurs mesurées obtenues sur cette grandeur par la fonction d'étalonnage;
- c) de fournir une méthode de contrôle pour un usage élargi d'une fonction d'étalonnage
 - pour déceler si la fonction d'étalonnage a besoin d'être mise à jour, et
 - pour évaluer l'incertitude des valeurs mesurées après modification par la fonction d'étalonnage;
- d) de fournir deux variantes de la méthode de base, dans des conditions particulières;
- e) d'illustrer par un exemple la méthode de base et la méthode de contrôle.

La présente Norme internationale s'applique aux systèmes de mesurage pour lesquels on dispose de matériaux de référence.

La présente Norme internationale s'applique aux systèmes de mesurage ayant une fonction d'étalonnage supposée linéaire. Elle propose une méthode d'examen de l'hypothèse de linéarité. Si l'on sait que la fonction d'étalonnage est non linéaire, la présente Norme internationale ne s'applique pas sauf en utilisant la «technique de l'encadrement» décrite en 8.3.

La présente Norme internationale ne fait pas de distinction entre les divers types de MR et considère que les valeurs acceptées des MR choisis pour l'étalonnage du système de mesurage sont justes.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3534-1:1993, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux.*

ISO 3534-2:1993, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 2: Maîtrise statistique de la qualité.*

ISO Guide 30:1992, *Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 3534-1 et l'ISO 3534-2 et la définition suivante s'appliquent.

3.1 matériau de référence: Substance ou artefact pour lequel une ou plusieurs caractéristiques sont suffisamment bien établies pour être utilisées dans la validation d'un système de mesurage.

4 Principes généraux

L'étalonnage est une méthode qui détermine la différence systématique qui peut exister entre un système de mesurage et un système de «référence» représenté par les matériaux de référence et leurs valeurs acceptées. Dans la présente Norme internationale, le terme «système» (système de mesurage ou système de référence) n'est pas utilisé pour représenter seulement un instrument de mesurage mais également l'ensemble des méthodes, des opérateurs et des conditions associés à cet instrument.

Le résultat d'une méthode d'étalonnage est une fonction d'étalonnage utilisée pour modifier les résultats des mesurages ultérieurs. Dans la présente Norme internationale, le terme «modification» signifie

- soit une correction des mesurages ultérieurs si les valeurs acceptées des matériaux de référence (MR) et les valeurs observées ont les mêmes unités,
- soit une conversion des unités des mesurages observés dans les unités des MR.

La validité de la fonction d'étalonnage dépend de deux conditions, à savoir:

- a) les mesurages servant à calculer la fonction d'étalonnage sont représentatifs des conditions normales dans lesquelles fonctionne le système de mesurage; et
- b) le système de mesurage est en état de maîtrise statistique.

L'expérience d'étalonnage doit être conçue pour garantir le respect du point a). La méthode du contrôle détermine, dès que possible, le moment où le système doit être considéré hors contrôle.

La méthode de la présente Norme internationale ne s'applique qu'aux systèmes de mesurage en relation

linéaire avec leurs systèmes de référence. Il faut utiliser plus de deux MR au cours de l'expérience d'étalonnage afin de contrôler si l'hypothèse de linéarité est valide, ce qu'illustre la méthode de base.

En utilisant plusieurs MR, la méthode de base fournit une stratégie et des techniques pour analyser les données collectées au cours de l'expérience d'étalonnage. Si la linéarité ne fait aucun doute, on peut utiliser une autre méthode plus simple que la méthode de base pour évaluer une fonction d'étalonnage reposant sur un point. Cette méthode «d'étalonnage en un point» (suivant une transformation du niveau zéro) ne permet pas de test d'hypothèse mais constitue une méthode facile et rapide pour «réétalonner» un système étudié de manière plus approfondie au cours d'expériences antérieures. Si la linéarité est problématique, on peut faire appel à une seconde solution appelée «encadrement».

La méthode de base et la méthode en un point reposent sur l'hypothèse que le travail consacré à l'étalonnage restera valide sur une certaine période de stabilité du processus. Une méthode de contrôle doit être en place afin d'étudier la période au cours de laquelle l'étalonnage est valide. La méthode de contrôle est conçue pour détecter si des changements se sont produits dans le système, justifiant une recherche et/ou un réétalonnage. La méthode de contrôle fournit également un moyen simple de déterminer la fidélité des valeurs transformées par une fonction d'étalonnage donnée.

La méthode de l'encadrement nécessite un travail important mais peut assurer une plus grande exactitude dans la détermination des valeurs de quantités inconnues. La méthode consiste à entourer chaque quantité inconnue d'aussi près que possible (encadrer) de deux MR et à extraire une valeur transformée de l'inconnue à partir de mesurages de cette inconnue et des valeurs des deux MR. On suppose seulement une stabilité à court terme du processus de mesurage (stabilité au cours du mesurage de l'inconnue et des deux MR). La linéarité n'est supposée que dans l'intervalle entre les valeurs des deux MR.

5 Méthode de base

5.1 Généralités

Le présent article décrit la manière d'évaluer et d'utiliser une fonction d'étalonnage linéaire lorsque plusieurs (plus de deux) MR sont disponibles. Disposer de plusieurs MR permet de contrôler la linéarité de la fonction d'étalonnage.

5.2 Hypothèses

5.2.1 Il est supposé qu'il n'y a aucune erreur dans les valeurs acceptées des MR (cette hypothèse n'est pas vérifiée dans la présente Norme internationale). En pratique, les valeurs acceptées des MR sont données avec leurs incertitudes. L'hypothèse de l'absence d'erreur dans les valeurs acceptées des MR peut être jugée valide si les incertitudes sont faibles par rapport à l'importance des erreurs dans les valeurs mesurées de ces MR (voir réf. [1]).

NOTE 1 Dans les situations où les MR ont été traités chimiquement ou dans certains cas, physiquement, avant de relever les données lues sur l'instrument, la présente Norme internationale peut sous-estimer l'incertitude associée à la modification d'un nouveau résultat de mesurage.

5.2.2 La fonction d'étalonnage est supposée linéaire (l'hypothèse sera examinée).

5.2.3 Les mesurages répétés d'un MR donné sont supposés indépendants et normalement distribués avec une variance dite «variance résiduelle» (les hypothèses d'indépendance et de normalité ne seront pas vérifiées dans la présente Norme internationale). La racine carrée de la variance résiduelle est appelée écart-type résiduel.

5.2.4 L'écart-type résiduel est supposé soit constant soit proportionnel à la valeur acceptée du MR (l'hypothèse sera examinée).

5.3 Expérience d'étalonnage

5.3.1 Conditions expérimentales

Il convient que les conditions expérimentales soient les mêmes que les conditions normales de fonctionnement du système de mesurage, c'est-à-dire qu'il y a lieu par exemple d'impliquer plusieurs opérateurs dans l'expérience d'étalonnage s'ils sont plusieurs à utiliser le matériel de mesurage.

5.3.2 Choix des MR

Il convient que l'étendue des valeurs couverte par les MR sélectionnés recouvre (dans la mesure du possible) celle rencontrée dans les conditions normales de fonctionnement du système de mesurage.

Il convient que la composition des MR sélectionnés soit aussi proche que possible de la composition du matériau dont on envisage la mesure.

Il convient que les valeurs des MR soient à peu près équidistantes sur l'étendue des valeurs rencontrées dans les conditions normales de fonctionnement du système de mesurage.

5.3.3 Nombre de MR, N

Il convient que 3 MR au moins soient utilisés pour évaluer la fonction d'étalonnage.

On recommande un nombre supérieur à 3 pour l'évaluation initiale de la fonction d'étalonnage (3 au moins dans tout intervalle partiel où il y a un doute sur la linéarité de la fonction d'étalonnage).

5.3.4 Nombre de répliques, K

Il convient de mesurer chaque MR au moins deux fois (autant de répliques qu'il est possible dans la pratique sont recommandées).

Il convient que le nombre de répliques soit le même pour tous les MR.

Il convient que les moments et les conditions de prise des répliques soient étalés de façon à garantir que toutes les conditions de fonctionnement sont représentées.

5.4 Stratégie d'analyse des données

5.4.1 Tracer le graphique des données pour vérifier

- la tenue en état de maîtrise du système de mesurage au cours de l'expérience d'étalonnage,
- l'hypothèse de linéarité, et
- la variabilité des mesurages en fonction des valeurs acceptées des MR.

5.4.2 Évaluer la fonction d'étalonnage linéaire en partant de l'hypothèse d'écart-type résiduel constant.

5.4.3 Tracer le graphique de la fonction d'étalonnage et des résidus. Le graphique des résidus est un puissant indicateur de l'écart par rapport à l'hypothèse de linéarité ou d'écart-type résiduel constant. Si l'hypothèse d'écart-type résiduel constant tient, sauter l'étape 5.4.4 et passer à l'étape 5.4.5. Sinon, effectuer l'étape 5.4.4.

5.4.4 Estimer la fonction d'étalonnage linéaire dans l'hypothèse d'écart-type résiduel proportionnel et tracer le graphique de la fonction d'étalonnage et des résidus.

5.4.5 Évaluer le défaut d'ajustement de la fonction d'étalonnage. Si la variabilité due au défaut d'ajustement est importante par rapport à la variabilité due à la réplique des mesurages, revoir les méthodes suivies au cours de l'expérience d'étalonnage et ré-examiner l'hypothèse de linéarité de la fonction d'étalonnage. Si l'hypothèse de linéarité ne tient pas, une autre solution est alors d'utiliser la technique de l'encadrement décrite en 8.3.

NOTE 2 Il existe d'autres techniques qui n'entrent pas dans le domaine d'application de la présente Norme internationale et permettent l'adaptation aux données d'une courbe du second degré ou polynomiale (voir réf. [2] et [3]).

5.4.6 Modifier les valeurs ultérieurement mesurées par la fonction d'étalonnage.

L'article 6 décrit les six étapes de cette stratégie. L'article 9 illustre la méthode de base à l'aide d'un exemple.

La figure 1 représente un graphique des valeurs mesurées en fonction des valeurs acceptées correspondantes des MR. De même que les figures 2 à 5, la figure 1 est obtenue à partir d'une simulation de données. Ces cinq graphiques ont pour but d'illustrer le type d'information que l'on peut en retirer. L'article 9 traite d'un exemple complet avec données, graphiques et analyse.

Le graphique montré à la figure 1 a pour objectif principal de détecter visuellement un comportement inhabituel du système de mesurage au cours de l'expérience d'étalonnage et d'identifier les éventuelles valeurs aberrantes. Le cas échéant, marquer l'ordre des points de données et rechercher les tendances manifestes dans le temps. Si l'on juge certaines données suspectes ou si une tendance dans le temps est manifeste, il faut alors faire une recherche pour trouver les causes des anomalies. Dès que l'on a éliminé ces causes, il convient de renouveler l'expérience d'étalonnage et de recueillir de nouvelles données afin d'établir la fonction d'étalonnage.

Si l'on trouve les causes d'une seule ou d'un très petit nombre de valeurs aberrantes et si ces causes n'affectent pas le reste des mesurages, les valeurs aberrantes peuvent être éliminées. L'expérience d'étalonnage est alors déséquilibrée c'est-à-dire qu'il y a un nombre inégal de mesurages K_n au lieu de K pour chaque MR. L'estimation de la fonction d'éta-

6 Étapes de la méthode de base

6.1 Tracé du graphique des données collectées au cours de l'expérience d'étalonnage

iTech STANDARD REVIEW
(standard.iTech.ai)
ISO 11095:1996
<https://standards.iTech.ai/catalog/standards/sist/14a7fd3f-decf-44ab-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

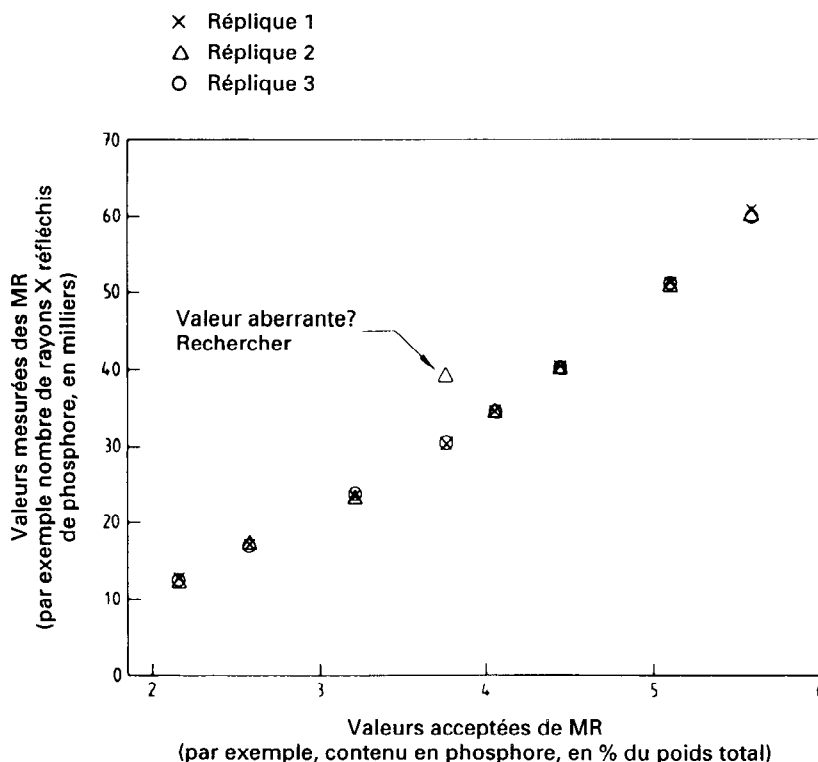


Figure 1 — Représentation schématique des données collectées au cours de l'expérience d'étalonnage

lonnage peut alors se poursuivre en remplaçant les formules données en 6.2, 6.4 et 6.5 par celles de l'annexe B.

La figure 1 permet également une première vérification de l'hypothèse de linéarité de la fonction d'étalonnage ainsi qu'un premier examen de l'hypothèse d'écart-type résiduel constant. On peut contrôler visuellement la linéarité de la fonction d'étalonnage en imaginant une ligne droite passant par les données de la figure 1 (il semble y avoir une certaine courbure de ces données). L'hypothèse d'écart-type résiduel constant peut être vérifiée en examinant l'écartement des points sur la figure 1, pour un MR donné. S'il s'avère que cet écartement augmente en même temps que les valeurs acceptées des MR, l'hypothèse d'écart-type résiduel constant n'est probablement pas correcte (il ne semble pas que ce soit le cas à la figure 1). Un graphique plus complexe pour vérifier les hypothèses de linéarité et d'écart-type résiduel constant est présenté en 6.3.

6.2 Estimation de la fonction d'étalonnage linéaire dans l'hypothèse d'écart-type résiduel constant

6.2.1 Modèle

Les hypothèses de linéarité de la fonction d'étalonnage et d'écart-type résiduel constant sont rendues par le modèle

$$y_{nk} = \beta_0 + \beta_1 x_n + \varepsilon_{nk}$$

où

x_n est la valeur acceptée du $n^{\text{ième}}$ MR ($n = 1, \dots, N$);

y_{nk} est le $k^{\text{ième}}$ mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR ($k = 1, \dots, K$);

$\beta_0 + \beta_1 x_n$ représente l'espérance de la valeur du mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR;

ε_{nk} est l'écart entre y_{nk} et l'espérance de la valeur du mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR (ces écarts sont supposés indépendants et normalement distribués avec une moyenne 0 et une variance σ^2);

β_0, β_1 et σ^2 sont trois paramètres à estimer à partir des données collectées au cours de l'étalonnage:

β_0 est l'ordonnée à l'origine de la fonction d'étalonnage,

β_1 est sa pente,

σ^2 est une mesure de la fidélité du système de mesurage.

6.2.2 Estimations des paramètres

Les estimations des paramètres β_0, β_1 et σ^2 peuvent être obtenues en utilisant les formules ci-dessous ou en utilisant un logiciel de régression linéaire à deux colonnes d'égale longueur, une pour les y et une pour les x .

NOTE 3 Les estimations des paramètres ont un symbole $\hat{}$ dans la présente Norme internationale pour les distinguer des paramètres eux-mêmes qui sont inconnus.

$$\hat{\beta}_1 = \frac{\sum_{n=1}^N (x_n - \bar{x})(y_n - \bar{y})}{\sum_{n=1}^N (x_n - \bar{x})^2}$$

$$\hat{\beta}_0 = \bar{y} - \hat{\beta}_1 \bar{x}$$

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{SSE}{(NK - 2)}$$

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N x_n$$

$$y_n = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K y_{nk}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N y_n$$

$$NK = N \times K$$

$$\hat{y}_n = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 x_n$$

$$e_{nk} = y_{nk} - \hat{y}_n$$

$$SSE = \sum_{n=1}^N \sum_{k=1}^K (e_{nk})^2$$

6.3 Tracés du graphique de la fonction d'étalonnage et des valeurs résiduelles

On recommande les graphiques montrés aux figures 2 et 3 pour tester les écarts par rapport aux hypothèses du modèle de 6.2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11095:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

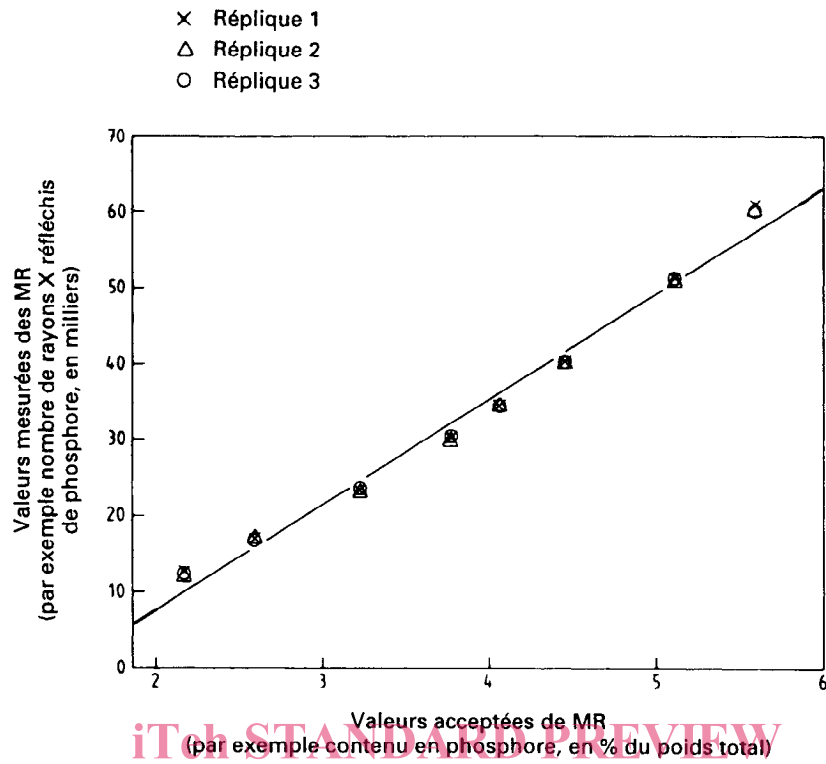


Figure 2 — Représentation schématique d'une courbe d'étalonnage

ISO 11095:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

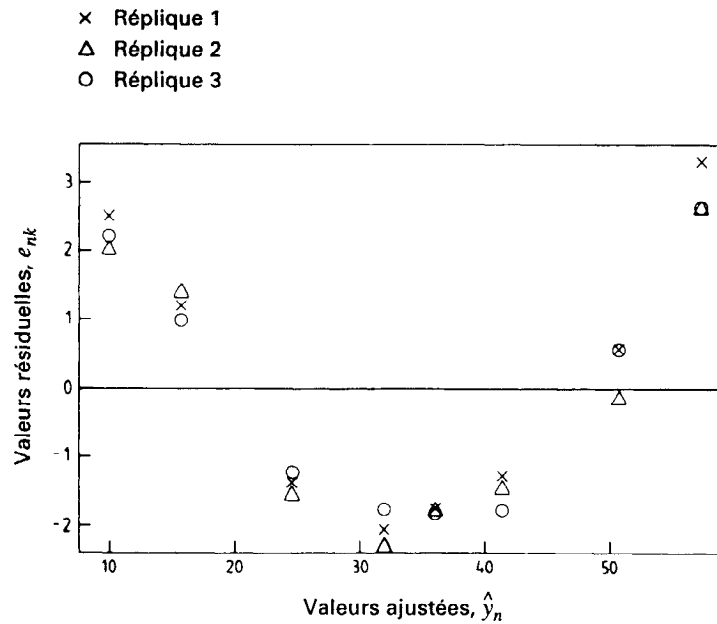


Figure 3 — Représentation schématique d'un graphique de valeurs résiduelles par rapport aux valeurs ajustées

6.3.1 Tracé du graphique de la fonction d'étalonnage

La figure 2 est obtenue en ajoutant la fonction d'étalonnage estimée à la figure 1.

Le graphique montré à la figure 2 permet tout d'abord de vérifier les calculs donnés en 6.2.2. Il assure également un contrôle visuel de l'hypothèse de linéarité de la fonction d'étalonnage.

6.3.2 Tracé du graphique des valeurs résiduelles par rapport aux valeurs ajustées

Le graphique des valeurs résiduelles e_{nk} par rapport aux valeurs ajustées \hat{y}_n (figure 3) est un outil précieux pour détecter un écart par rapport aux deux hypothèses de linéarité et d'écart-type résiduel constant. Si ces deux hypothèses tiennent, la figure 3 doit représenter un graphique de points répartis de manière aléatoire et centrés autour de 0. Une configuration systématique entre les valeurs résiduelles et ajustées indique un écart par rapport à l'hypothèse de linéarité (c'est le cas à la figure 3). L'augmentation (ou la diminution) de la dispersion des données en même temps que celle des valeurs ajustées indique un écart par rapport à l'hypothèse d'écart-type résiduel constant. À la figure 3, la dispersion des résidus pour chaque valeur ajustée est presque toujours constante. L'hypothèse d'écart-type résiduel constant est donc défendable dans le cas présent.

NOTE 4 La figure 8 illustre le cas où l'hypothèse d'écart-type résiduel constant n'est pas défendable.

Si l'hypothèse d'écart-type résiduel constant ne tient pas, les données collectées au cours de l'expérience d'étalonnage doivent être de nouveau analysées. Un graphique de l'écart-type des mesurages répétés d'un MR en fonction de la valeur acceptée de ce MR indiquera si l'hypothèse d'écart-type résiduel proportionnel se défend. Voir figure 9 pour un tel graphique.

- Si l'hypothèse d'écart-type résiduel proportionnel semble tenir, les données peuvent alors être de nouveau analysées conformément à l'étape de 6.4.
- Si l'hypothèse d'écart-type résiduel proportionnel ne tient pas mais qu'il existe un modèle reliant l'écart-type résiduel aux valeurs acceptées des MR (par exemple, proportionnalité inverse), l'approche peut alors être semblable à celle présentée à l'étape 6.4.

Si l'hypothèse de linéarité ne tient pas, une autre solution est alors la technique de l'encadrement décrite en 8.3.

NOTE 5 Il existe d'autres techniques qui sortent du domaine d'application de la présente Norme internationale mais permettent d'adapter une courbe du second degré ou polynomiale à ces données (voir réf. [2] et [3]).

Enfin, les essais des hypothèses d'indépendance et de normalité des e_{nk} n'entrent pas dans le domaine d'application de la présente Norme internationale. Ces deux hypothèses sont essentielles pour la validité de l'étape 6.5 et peuvent être vérifiées en étudiant les valeurs résiduelles. Par exemple, un graphique en probabilité normale des valeurs résiduelles permet un contrôle de l'hypothèse de normalité et un graphique des résidus par rapport au temps permet un contrôle de l'hypothèse d'indépendance des mesurages. Il est possible de trouver de plus amples informations dans réf. [3].

6.4 Estimation de la fonction d'étalonnage dans l'hypothèse d'écart-type résiduel proportionnel et tracé du graphique de la fonction d'étalonnage et des résidus

6.4.1 Modèle

Une variante du modèle donné à l'étape 6.2.1 est celle où la fonction d'étalonnage est linéaire mais l'écart-type résiduel augmente avec les valeurs acceptées des MR, ce que rend le modèle:

$$y_{nk} = \gamma_0 + \gamma_1 x_n + \eta_{nk}$$

où

- x_n est la valeur acceptée du $n^{\text{ième}}$ MR ($n = 1, \dots, N$);
- y_{nk} est le $k^{\text{ième}}$ mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR ($k = 1, \dots, K$);
- $\gamma_0 + \gamma_1 x_n$ représente l'espérance de la valeur du mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR;
- η_{nk} est l'écart entre y_{nk} et l'espérance de la valeur du mesurage du $n^{\text{ième}}$ MR (ces écarts sont supposés indépendants et normalement distribués avec la moyenne 0 et une variance proportionnelle à x_n^2); en d'autres termes,

$$\text{var}(\eta_{nk}) = \text{var}(y_{nk}) = x_n^2 \tau^2$$

γ_0 , γ_1 et τ^2 sont trois paramètres à estimer à partir des données collectées au cours de l'étalonnage:

γ_0 et γ_1 sont respectivement l'ordonnée à l'origine et la pente de la fonction d'étalonnage,

τ^2 est une mesure de la fidélité relative du système de mesurage.

Ce modèle peut être modifié en un modèle équivalent à celui donné en 6.2.1, c'est-à-dire avec des erreurs à variance constante. La modification consiste à diviser par x_n les deux éléments de l'équation

$$y_{nk} = \gamma_0 + \gamma_1 x_n + \eta_{nk}$$

ce qui donne:

$$\frac{y_{nk}}{x_n} = \frac{\gamma_0}{x_n} + \gamma_1 + \frac{\eta_{nk}}{x_n}$$

ou de façon équivalente:

$$z_{nk} = \gamma_1 + \gamma_0 w_n + \varepsilon_{nk}$$

où

$$z_{nk} = y_{nk}/x_n$$

$$w_n = 1/x_n$$

$$\varepsilon_{nk} = \eta_{nk}/x_n$$

Le nouveau modèle peut être analysé comme à l'étape 6.2, après avoir effectué les changements corrects de termes.

6.4.2 Estimations des paramètres

Les estimations des paramètres γ_0 , γ_1 et τ^2 peuvent être obtenues en utilisant les formules ci-dessous ou en utilisant un logiciel de régression linéaire pondérée sur trois colonnes de longueur égale, l'une pour les y , une autre pour les x et encore une autre pour les poids ($= 1/x^2$). Les mêmes résultats peuvent également être obtenus en utilisant un logiciel de régression linéaire sans poids mais dont les deux colonnes d'entrée sont les z et les w .

$$\hat{\gamma}_0 = \frac{\sum_{n=1}^N (w_n - \bar{w}) (z_n - \bar{z})}{\sum_{n=1}^N (w_n - \bar{w})^2}$$

$$\hat{\gamma}_1 = \bar{z} - \hat{\gamma}_0 \bar{w}$$

$$\hat{\tau}^2 = \frac{WSSE}{(NK - 2)}$$

où

$$NK = N \times K$$

$$z_{nk} = \frac{y_{nk}}{x_n}$$

$$w_n = \frac{1}{x_n}$$

$$\bar{w} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N w_n$$

$$z_n = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K z_{nk}$$

$$\bar{z} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N z_n$$

$$\hat{z}_n = \hat{\gamma}_1 + \hat{\gamma}_0 w_n$$

$$u_{nk} = z_{nk} - \hat{z}_n$$

$$WSSE = \sum_{n=1}^N \sum_{k=1}^K (u_{nk})^2$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11095:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14a71d5f-decf-44a6-a79d-453d95d3542a/iso-11095-1996>

6.4.3 Tracé du graphique de la fonction d'étalonnage et des valeurs résiduelles

On recommande deux graphiques, comme en 6.3:

- un graphique de la fonction d'étalonnage estimée $\hat{y} = \hat{\gamma}_0 + \hat{\gamma}_1 x$ avec les données de la figure 1;
- un graphique des valeurs résiduelles pondérées u_{nk} en fonction des valeurs ajustées pondérées \hat{z}_n .

L'interprétation de ces graphiques est la même que celle des graphiques des figures 2 et 3.

6.5 Évaluation du défaut d'ajustement de la fonction d'étalonnage

6.5.1 Généralités

Après avoir établi un tableau d'analyse de variance, on compare

- la variabilité due au défaut d'ajustement du modèle choisi à l'étape 6.2 ou à l'étape 6.4 et