

# Norme internationale



# 5725

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires

*Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility by inter-laboratory tests*

Première édition — 1981-04-01

**ITeCh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 5725:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-2ef3645b8bbf/iso-5725-1981>

CDU 519.2 : 620.1

Réf. n° : ISO 5725-1981 (F)

Descripteurs : essai, reproductibilité, analyse statistique.

Prix basé sur 42 pages

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5725 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5725:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-2ef364f188fe/iso-5725-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Kenya	Turquie
Canada	Mexique	URSS
Danemark	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

## Sommaire

	Page
0 Introduction .....	1
1 Objet .....	1
2 Domaine d'application .....	1
<b>Section un : Principes généraux</b>	
3 Définitions quantitatives de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée .....	2
4 Implications pratiques contenues dans les définitions .....	3
5 Modèle statistique .....	4
6 Organisation d'un essai pour la détermination de la fidélité .....	5
7 Analyse des résultats .....	6
<b>Section deux : Organisation d'un essai interlaboratoire pour la détermination de la fidélité</b>	
8 Besoins en personnel .....	7
9 Tâches et problèmes .....	7
10 Remarques sur les chapitres 8 et 9 .....	8
<b>Section trois : Analyse statistique des résultats d'un essai interlaboratoire</b>	
11 Considérations préliminaires .....	12
12 Test de la variance maximale de Cochran .....	16
13 Test de Dixon pour les valeurs aberrantes .....	19
14 Calcul du niveau moyen $m$ , de la répétabilité $r$ , et de la reproductibilité $R$ .....	20
15 Recherche d'une relation fonctionnelle entre $r$ (ou $R$ ) et $m$ .....	25
16 Analyse statistique décrite en termes d'opérations successives .....	27
17 Rapport à présenter à la commission et décisions à prendre par celle-ci .....	32

**Section quatre : Utilisation des données relatives à la fidélité**

18	Formulation de la répétabilité et de la reproductibilité .....	33
19	Autres différences critiques pouvant être déduites de $r$ et de $R$ .....	33
20	Applications pratiques .....	34

**Section cinq : Exemples**

21	Introduction .....	35
22	Détermination du point de ramollissement d'un goudron .....	35
23	Titration chimique par voie thermométrique (résultats exprimés en pourcentage en masse) .....	37
24	Détermination de la teneur en soufre du charbon (résultats exprimés en pourcentage en masse) .....	39
25	Essai à un seul niveau, comportant des sous-niveaux .....	43
<b>Bibliographie</b> .....		44

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 5725:1981  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-7c3645b8bbf/iso-5725-1981>

# Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires

## 0 Introduction

**0.1** Les essais effectués sur des matériaux présumés identiques (voir 4.2), dans des circonstances également présumées identiques, ne conduisent généralement pas à des résultats identiques. Cela est dû à l'existence d'erreurs à caractère aléatoire, inhérentes à toute méthode d'essai; les facteurs susceptibles d'influencer le résultat d'un essai ne peuvent, en effet, pas tous être contrôlés. Dans l'interprétation pratique des résultats d'un essai, il est nécessaire de tenir compte de cette variabilité. Par exemple, la différence entre un résultat d'essai et une valeur spécifiée par contrat peut être due à des erreurs fortuites inévitables; dans ce cas, il n'est pas établi qu'il y a un écart réel par rapport à la spécification. De même, la comparaison des résultats d'essai de deux lots de matériaux n'indiquera pas une différence réelle de qualité si la différence entre ces résultats peut être attribuée à une variation inhérente à la méthode d'essai.

**0.2** De nombreux facteurs (en dehors de l'erreur liée à une mauvaise homogénéité des échantillons) peuvent contribuer à la variabilité d'une méthode d'essai, par exemple

- a) l'opérateur;
- b) les instruments et l'appareillage employés;
- c) l'étalonnage des appareils;
- d) l'environnement (température, humidité, pollution de l'air, etc.).

Cette variabilité est plus grande lorsque les essais à comparer ont été effectués par des opérateurs différents et/ou avec des instruments différents, que lorsqu'ils ont été obtenus par le même opérateur utilisant les mêmes instruments. Aussi peut-on concevoir maintes mesures différentes de la variabilité selon les conditions dans lesquelles les essais sont effectués.

**0.3** Cependant, il a été constaté que deux mesures extrêmes de la variabilité, désignées par répétabilité et reproductibilité, sont suffisantes pour convenir à la plupart des cas courants.

La répétabilité s'applique à des essais effectués à de courts intervalles de temps (voir 4.3) dans un même laboratoire par un même opérateur employant le même appareillage, tandis que la reproductibilité a trait à des essais effectués dans différents laboratoires, ce qui implique des opérateurs différents et un appareillage différent. Lorsqu'on est dans les conditions de répétabilité, les facteurs a) à d) énumérés en 0.2 sont considérés comme constants et ne contribuent pas à la variabilité, tandis que, dans les conditions de reproductibilité, ces facteurs varient et contribuent à la variabilité des résultats.

## 1 Objet

La présente Norme internationale donne les définitions numériques pratiques de la répétabilité  $r$  et de la reproductibilité  $R$  des résultats d'une méthode d'essai normalisée.

Elle discute les implications de ces définitions et présente des règles pratiques pour l'interprétation de  $r$  et de  $R$ .

Elle décrit, en outre, l'organisation et l'analyse des essais interlaboratoires en vue de la détermination numérique de  $r$  et de  $R$ .

## 2 Domaine d'application

La présente Norme internationale ne s'applique qu'aux méthodes d'essai dont les résultats s'expriment quantitativement.

Elle s'applique essentiellement aux méthodes d'essai préalablement normalisées et utilisées dans différents laboratoires.

Elle peut également s'appliquer, avec quelques légères modifications aux méthodes d'essai pratiquées dans un laboratoire unique (voir 3.1.5), mais ce cas n'a pas été traité dans le présent document.

Seuls les types d'essais les plus simples destinés à estimer  $r$  et  $R$  sont décrits. Ils consistent en essais effectués sur des échantillons de matière identique, envoyés à un certain nombre de laboratoires. La présente Norme internationale ne traite pas des erreurs affectant les estimations de  $r$  et de  $R$  (voir 3.5).

## Section un : Principes généraux

### 3 Définitions quantitatives de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée

**3.1** Pour les besoins de la pratique, il est nécessaire de disposer de définitions quantitatives; celles qui sont données ci-après sont conformes à l'ISO 3534.<sup>[1]</sup>

**répétabilité,  $r$**  : Valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareil, même laboratoire et court intervalle de temps).

En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

**reproductibilité,  $R$**  : Valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans des conditions différentes (opérateurs différents, appareils différents, laboratoires différents et/ou époques différentes).

En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

Le terme «résultat individuel», employé ci-dessus et dans l'ensemble de la présente Norme internationale, est la valeur obtenue lorsqu'on applique une fois et complètement la méthode d'essai normalisée sur un seul échantillon; cette valeur peut être la moyenne de deux observations ou plus, ou le résultat d'un calcul à partir d'un ensemble d'observations, conformément à ce qui est spécifié dans la méthode.

**3.1.1** Les définitions s'appliquent à des caractères continus. Lorsque le résultat d'essai est discret ou est arrondi,  $r$  et  $R$  sont, l'une et l'autre, la valeur minimale égale à ou au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée (95 % en l'absence d'indication), la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels.

**3.1.2** Les symboles  $r$  et  $R$  pour la répétabilité et la reproductibilité sont déjà d'un usage courant. Dans l'ISO 3534,  $r$  est recommandé pour désigner le coefficient de corrélation et  $R$  (ou  $w$ ) pour l'étendue d'une série d'observations. Cependant, cela ne devrait pas entraîner de confusion, les termes complets répétabilité  $r$  et reproductibilité  $R$  devant être employés lorsqu'ils sont cités dans une méthode normalisée.

**3.1.3** L'analyse statistique de la section trois a pour objet de déterminer  $r$  et  $R$  pour une probabilité de 95 %. Des valeurs correspondant à d'autres niveaux de probabilité peuvent être déduites de celles-ci comme cela est expliqué dans la section quatre. Si nécessaire, le niveau de probabilité adopté peut être inscrit en indice, par exemple  $r_{95}$ ,  $R_{95}$ , ou  $r_{99}$ ,  $R_{99}$ .

**3.1.4** La définition de la répétabilité donnée en 3.1 s'applique à toute méthode d'essai utilisée dans un laboratoire quelconque. Lorsqu'une méthode d'essai a été normalisée, on peut s'attendre à ce que la répétabilité soit, au moins approximativement, la même dans tous les laboratoires utilisant cette méthode; le but principal de la présente Norme internationale est d'établir une méthode expérimentale normalisée pour déterminer la répétabilité d'une méthode d'essai, elle-même normalisée.

Cependant, moyennant quelques légères modifications, le même type de méthode expérimentale peut également être utilisé pour déterminer la répétabilité d'une méthode d'essai en usage dans un seul laboratoire. Dans ce cas, il doit toujours être clairement indiqué que la valeur obtenue pour la répétabilité n'est valable que pour le laboratoire en question.

**3.1.5** Les termes reproductibilité et répétabilité définis en 3.1 couvrent respectivement les conditions de variation maximale et minimale. D'autres mesures intermédiaires peuvent être envisagées, par exemple la variabilité des résultats à l'intérieur d'un laboratoire au cours d'un long intervalle de temps quand un réétalonnage peut avoir été effectué. De telles mesures n'ont pas été traitées dans le présent document.

**3.2** Les termes répétabilité et reproductibilité sont utilisés de façon courante depuis plusieurs années, mais, selon la terminologie statistique,  $r$  et  $R$  sont des différences critiques au niveau de signification 95 %, valables pour deux résultats d'essai obtenus dans les conditions de répétabilité ou de reproductibilité. Parfois cependant, il est d'usage d'effectuer deux essais ou plus, et l'on estime préférable d'utiliser la différence critique entre les moyennes de tels essais, plutôt que la répétabilité  $r$  ou la reproductibilité  $R$ , telle que définie en 3.1. Les différences critiques valables dans ces conditions modifiées peuvent toutes se déduire des valeurs de  $r$  et de  $R$  définies en 3.1. Les formules nécessaires et les facteurs de conversion seront donnés dans la section quatre.

**3.3**  $r$  et  $R$  peuvent être utilisées de bien des manières. Elles peuvent servir

- à vérifier que la technique expérimentale d'un laboratoire respecte une norme;
- à comparer à une spécification les essais effectués sur un échantillon prélevé dans un lot de matériau;
- à comparer des résultats d'essai obtenus par un fournisseur et un client sur le même lot de matériau, etc.

Certains de ces différents emplois de la répétabilité et de la reproductibilité sont également discutés dans la section quatre.

**3.4** Le terme «fidélité» est un terme général exprimant l'écart de l'accord entre plusieurs résultats d'essai. Ainsi, la répétabilité  $r$  et la reproductibilité  $R$  caractérisent la fidélité d'une méthode d'essai donnée, dans deux conditions de répétition différentes. Un essai interlaboratoire organisé dans le but précis de déterminer  $r$  et  $R$  sera en conséquence désigné, dans la présente Norme internationale, par l'expression «essai pour la détermination de la fidélité».

**3.5** En raison des erreurs aléatoires inévitables attachées à tout résultat d'essai, les valeurs de  $r$  et de  $R$  déduites d'un essai pour la détermination de la fidélité sont des valeurs estimées. Il a été constaté que la méthode recommandée dans la présente Norme internationale fournit des valeurs suffisamment précises pour les besoins de la pratique, à condition que les laboratoires qui utilisent généralement la méthode d'essai soient comparables à ceux qui ont participé à l'essai pour la détermination de la fidélité. Les estimations de la fidélité devraient être reconsidérées s'il s'avérait ultérieurement que les laboratoires qui participaient à l'essai original pour la détermination de la fidélité n'étaient pas représentatifs de ceux qui utilisent couramment la méthode d'essai.

## 4 Implications pratiques contenues dans les définitions

### 4.1 Méthode d'essai normalisée

**4.1.1** La définition de la reproductibilité donnée en 3.1 se rapporte à une méthode d'essai normalisée et, comme le précise le chapitre 2, la présente Norme internationale concerne essentiellement ce type de méthode. Il doit donc obligatoirement exister une norme, c'est-à-dire un document écrit fixant dans tous les détails comment l'essai doit être conduit, y compris la façon dont les éprouvettes doivent être prélevées et préparées. Cette norme doit être appliquée à tous les essais faisant partie de l'essai pour la détermination de la fidélité. Les valeurs de  $r$  et  $R$  résultant de cet essai ne doivent être considérées comme valables que pour les essais effectués conformément à la norme en question.

**4.1.2** L'existence d'une norme implique l'existence d'une autorité de normalisation (telle que l'ISO) et, au sein de celle-ci, d'une commission de normalisation ou d'un groupe de travail responsable de l'établissement de la norme en question.

**4.1.3** Dans la présente Norme internationale, il est fait une distinction essentielle entre les essais de normalisation, conduits par la commission de normalisation en vue d'établir la norme, et l'essai pour la détermination de la fidélité, organisé en vue de déterminer la répétabilité et la reproductibilité une fois la norme établie.

Les essais de normalisation sont susceptibles de fournir une information sur la valeur de la répétabilité et de la reproductibilité, mais cette information ne sera pas utilisée pour la détermination finale de la fidélité. On considère que  $r$  et  $R$  doivent être estimées uniquement à partir des données résultant de l'essai pour la détermination de la fidélité, spécialement organisé à cet effet.

Il est, en outre, admis que le déroulement et l'organisation d'un essai pour la détermination de la fidélité constitue une tâche distincte qui doit être confiée à une commission de fidélité. Rien ne s'oppose d'ailleurs à ce que celle-ci soit la même que la commission de normalisation.

**4.1.4** L'essai pour la détermination de la fidélité requiert généralement la collaboration d'un plus grand nombre de laboratoires et la collecte d'un plus grand nombre de résultats d'essai qu'il n'est nécessaire dans un essai de normalisation. La méthode d'essai normalisée étant ainsi appliquée à plus grande échelle que précédemment, un essai pour la détermination de la fidélité doit être considéré comme un test final permettant de juger de la valeur de la norme. En particulier, des différences accusées entre les résultats obtenus par différents laboratoires peuvent indiquer que la norme n'est pas suffisamment détaillée et peut encore être améliorée. S'il en est ainsi, cela doit être signalé à la commission de normalisation en lui demandant un complément d'étude. [Voir 9.6, 17.2 b) et c), et 17.3.]

### 4.2 Matériau identique

**4.2.1** Selon les définitions données en 3.1, les essais destinés à déterminer la répétabilité et la reproductibilité doivent être faits sur un matériau identique. Dans la plupart des cas, le matériau soumis à essai est détruit ou bien subit une altération. En réalité, parler de «matériau identique» signifie que les essais sont effectués sur des échantillons prélevés dans un lot homogène du matériau. Le degré d'homogénéité du lot dans lequel les échantillons sont prélevés est donc d'une grande importance.

**4.2.2** En agitant un fluide ou une poudre fine, il est facile de les homogénéiser de façon satisfaisante. Si la matière à essayer est un mélange de plusieurs poudres de densités différentes ou dont la dimension des grains est différente, certaines précautions sont nécessaires, car le fait de l'agiter, par exemple au cours d'un transport, peut entraîner une ségrégation.

**4.2.3** Si les essais doivent porter sur des éprouvettes d'un matériau solide qui ne peut pas être homogénéisé — tel que métal, caoutchouc, textile — et si les essais ne peuvent pas être répétés sur la même éprouvette, alors la variabilité entre éprouvettes due à l'hétérogénéité du matériau sera indissociable de la variabilité inhérente à l'appareillage d'essai et fera partie intégrante de la répétabilité et de la reproductibilité.

**4.2.4** Dans la pratique,  $r$  et  $R$  sont souvent utilisées pour comparer des lots de matière commerciale à une spécification ou pour faire une comparaison entre deux lots de matière. Il est alors essentiel que toute hétérogénéité dans de tels lots de matière commerciale soit incluse dans les valeurs de  $r$  et de  $R$ . Qu'il en soit ainsi ou non dépend de la manière dont les échantillons utilisés dans l'essai pour la détermination de la fidélité ont été préparés. Ce point doit être pris en considération lors de l'organisation de ces essais.

**4.2.5** Lorsque les essais doivent être effectués sur des objets discrets, non altérés par les essais, ceux-ci pourraient, en principe au moins, être effectués en se servant du même jeu d'objets dans des laboratoires différents. Cependant, cela obligerait à faire circuler ce jeu d'objets à tour de rôle dans de nombreux laboratoires souvent éloignés les uns des autres, dans des pays ou sur des continents différents, en encourant des risques considérables de perte ou d'avaries en cours de transport.

**4.2.6** Dans certaines circonstances, il peut être nécessaire de modifier beaucoup de détails de la présente Norme internationale, mais, dans la plupart des cas, il doit être possible de s'y conformer pour l'essentiel.

**4.2.7** Des précautions particulières doivent être prises lorsque les échantillons sont instables. (Voir 9.3.)

### 4.3 Courts intervalles de temps

Selon la définition donnée en 3.1, les essais pour la détermination de la répétabilité doivent être effectués dans des conditions opératoires constantes. Cela doit être interprété comme signifiant qu'au cours du temps durant lequel les essais sont effectués, les facteurs énumérés en 0.2 peuvent être maintenus constants. Dans la pratique, les essais effectués dans des conditions de répétabilité doivent être exécutés à des intervalles de temps aussi courts que possible, de manière à minimiser les changements de ces facteurs qui, particulièrement dans le cas de 0.2 d), ne peuvent pas toujours être maintenus constants. (Voir 10.4.1.)

## 5 Modèle statistique

### 5.1 Définition

Pour estimer la fidélité d'une méthode d'essai, il est courant d'admettre que chaque résultat d'essai individuel résulte de la somme de trois composants :

$$y = m + B + e \quad \dots (1)$$

où, pour un matériau particulier soumis à l'essai,  $m$  est la moyenne,  $B$  un terme représentant l'écart des laboratoires par rapport à  $m$  et  $e$  une erreur aléatoire attachée à chaque résultat d'essai.

D'autres modèles sont quelquefois utilisés, mais on peut considérer que l'équation (1) couvre la majorité des cas pratiques. (Voir 5.6.)

### 5.2 Moyenne, $m$

**5.2.1** La moyenne,  $m$ , d'un matériau soumis à l'essai est appelée niveau de l'essai, différents matériaux (par exemple différents agrégats de ciment) correspondant à différents niveaux.

**5.2.2** Dans certains cas, le concept d'une valeur vraie,  $\mu$ , de la grandeur soumise à essai peut être justifié, par exemple la vraie concentration d'une solution que l'on titre. Toutefois, le niveau  $m$  n'est pas nécessairement égal à la valeur vraie; la différence ( $m - \mu$ ), lorsqu'elle existe, est appelée biais de la méthode d'essai.

Lorsque  $r$  ou  $R$  sont utilisées pour tester la différence entre les résultats de deux essais, un biais n'a pas d'influence et peut être ignoré. Mais lorsque  $r$  ou  $R$  servent à comparer des résultats d'essai à une valeur spécifiée dans un contrat ou dans une norme, l'existence d'un biais doit être prise en considération si la spécification se rapporte à la valeur vraie,  $\mu$ , et non pas au niveau  $m$ . Si une valeur vraie existe et qu'elle est connue, l'analyse d'un essai pour la détermination de la fidélité peut révéler l'existence d'un biais. (Voir 19.2.5.)

**5.2.3** Cependant, dans maintes situations techniques, le niveau de l'essai est exclusivement défini par la méthode d'essai, et la notion d'une valeur vraie indépendante ne s'applique pas.

### 5.3 Terme d'erreur, $B$ , dans le modèle (5.1)

**5.3.1** Ce terme est considéré comme constant lors de tous les essais effectués dans les conditions de répétabilité, mais il se comporte comme une variable aléatoire dans une série d'essais effectuée dans les conditions de reproductibilité. La distribution de cette variable est supposée approximativement normale, mais, en pratique, il suffit que la distribution soit unimodale. Sa variance est notée

$$\text{var}(B) = \sigma_L^2$$

et appelée «variance interlaboratoire».

$\sigma_L^2$  comprend la variabilité entre opérateurs et la variabilité entre appareils.

**5.3.2** En général,  $B$ , peut être considéré comme étant la somme

$$B = B_0 + B_s$$

d'un composant aléatoire,  $B_0$ , et d'un composant systématique,  $B_s$ .

**5.3.3** Dans un même laboratoire, des facteurs tels que ceux énumérés en 0.2 ne peuvent être maintenus complètement constants à la longue. Les variabilités intralaboratoires à long terme se révéleront donc plus grandes que celles dont il est tenu compte dans la répétabilité. Ces variations intralaboratoires à long terme interviendront dans  $B$  par le composant aléatoire,  $B_0$ .

**5.3.4** Il peut exister, en outre, des différences systématiques permanentes entre laboratoires. Des différences systématiques importantes peuvent provenir d'une mauvaise interprétation relative à la norme de la méthode d'essai, ou à l'emploi d'un appareillage inadéquat. Elles doivent faire l'objet de recherches et de corrections et ne sont pas à inclure dans le terme  $B$ . Il est inévitable cependant que des différences systématiques subsistent entre les différents laboratoires. Celles-ci peuvent être dues à l'emploi d'instruments de mesure différents ou à l'exécution des essais dans des conditions climatiques différentes; en dehors de ces différences importantes, un écart peut exister d'un opérateur technique à un autre ainsi que d'un instrument à un autre de la même marque, l'écart étant dû aux variations de fabrication. De telles différences interviendront dans  $B$  par le composant systématique,  $B_s$ .

**5.3.5** S'il y a en tout  $N$  laboratoires susceptibles d'appliquer la méthode à un instant quelconque,  $B_s$  ne peut prendre que  $N$  valeurs discrètes, et le terme  $B$  du modèle (5.1) ne peut être considéré comme une variable aléatoire que dans les conditions suivantes : ou bien les différences systématiques,  $B_s$ , sont suffisamment petites pour être négligées, ou bien les résultats d'essai à partir desquels le critère de reproductibilité a été obtenu proviennent de laboratoires qui peuvent être considérés comme ayant été pris au hasard parmi tous les laboratoires susceptibles d'appliquer la méthode.

**5.3.6** C'est pourquoi certaines précautions sont nécessaires lorsque les résultats d'essai à comparer émanent toujours des deux mêmes laboratoires. L'exemple donné dans le chapitre 22 sur la détermination du point de ramollissement d'un goudron et dans lequel les résultats du laboratoire 11 sont systématiquement inférieurs d'environ 4 °C à ceux du laboratoire 1, fournit une illustration de cette situation.

#### 5.4 Terme d'erreur, $e$ , dans le modèle (5.1)

**5.4.1** Ce terme représente une erreur aléatoire intervenant dans chaque résultat individuel. La distribution de cette variable est supposée être approximativement normale, mais, en pratique, il suffit que la distribution soit unimodale. Sa variance, à l'intérieur d'un même laboratoire, est notée

$$\text{var}(e) = \sigma_w^2$$

et appelée «variance intralaboratoire».

**5.4.2** On peut s'attendre à ce que  $\sigma_w^2$  varie d'un laboratoire à un autre, en raison des différences dans l'habileté des opérateurs ou dans la qualité des appareillages utilisés. La présente Norme internationale admet cependant que, pour une méthode correctement normalisée, les différences entre laboratoires seront suffisamment faibles pour qu'il soit justifié d'adopter une valeur commune pour la variance intralaboratoire, applicable à tous les laboratoires utilisant la méthode normalisée.

**5.4.3** Cette valeur commune, moyenne des variances des laboratoires participant à l'essai pour la détermination de la fidélité, sera appelée «variance de répétabilité» et notée

$$\overline{\text{var}}(e) = \sigma_r^2$$

#### 5.5 Relation entre le modèle (5.1), $r$ et $R$

Lorsque le modèle (5.1) est adopté, la répétabilité  $r$  et la reproductibilité  $R$  sont données par

$$r = f \sqrt{2} \sigma_r \quad \dots (2)$$

$$R = f \sqrt{2} \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2} = f \sqrt{2} \sigma_R \quad \dots (3)$$

où  $(\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2)$  est appelé «variance de reproductibilité».

Le coefficient  $\sqrt{2}$  résulte du fait que  $r$  et  $R$  se rapportent à la différence entre deux résultats individuels et  $f$  est un facteur dont la valeur dépend à la fois du nombre de résultats d'essai dont on dispose pour estimer les variances  $\sigma_r^2$  et  $\sigma_R^2$ , et de la forme des distributions des composantes aléatoires  $B$  et  $e$  du modèle.

Cependant, si ces distributions sont approximativement normales (en pratique unimodales), si le nombre de résultats d'essai n'est pas trop petit et si la probabilité est de 95 %, le facteur  $f$  ne s'écartera jamais beaucoup de la valeur 2, et l'emploi de cette valeur est constamment recommandé dans la présente Norme internationale. (Tenir compte des variations de  $f$  conduirait à des complications considérables qui n'amélioreraient pas de manière effective les valeurs de  $r$  et de  $R$ .)

D'où :

$$r = 2,83 \sigma_r$$

$$R = 2,83 \sigma_R$$

Les valeurs de la variance de répétabilité ( $\sigma_r^2$ ) et de la variance de reproductibilité ( $\sigma_R^2$ ) n'étant pas connues, on utilisera alors leurs estimations  $s_r^2$  et  $s_R^2$ .

#### 5.6 Adéquation du modèle (5.1)

Il est clair que le modèle (5.1) constitue une approximation qui, à la suite d'une longue expérience, a été reconnue comme satisfaisant aux besoins de la pratique, en tant qu'hypothèse de travail pour l'organisation des essais et l'analyse des données. Le point de vue adopté dans la présente Norme internationale est que ce modèle constitue une approximation acceptable, tant que les conditions expérimentales de la section deux sont respectées et que les tests statistiques de la section trois ne conduisent pas à des résultats significatifs révélant la non-adéquation de celui-ci. L'action à entreprendre lorsque les tests statistiques indiquent que le modèle ne convient pas sera discutée en même temps que ces tests.

### 6 Organisation d'un essai pour la détermination de la fidélité

**6.1** L'essai peut être organisé de la façon suivante : des échantillons prélevés dans  $q$  lots de matériaux, représentant  $q$  niveaux différents de la grandeur soumise à l'essai, sont envoyés à  $p$  laboratoires différents qui reçoivent l'instruction d'effectuer, à chaque niveau,  $n$  essais dans les conditions de répétabilité. Ces  $n$  essais sont ainsi pratiqués sur un matériau identique, et ce type d'essai est appelé essai à niveau uniforme.

**6.2** Une autre organisation, préférée dans certains cas (voir 10.4.2), est l'essai comportant des sous-niveaux; chaque niveau est séparé en deux sous-niveaux, A et B, qui ne sont que légèrement différents l'un de l'autre. Chaque laboratoire reçoit, aux fins d'essais, un échantillon de chacun de ces deux sous-niveaux.

**6.3** Ces types d'organisations font l'objet d'exemples entièrement traités dans la section cinq et ne seront pas discutés ici. Les considérations pratiques concernant l'organisation et l'exécution des essais sont traitées dans la section deux.

## 7 Analyse des résultats

**7.1** L'analyse des résultats d'un essai pour la détermination de la fidélité doit être considérée comme un problème statistique à confier à un expert statisticien. (Voir 8.2 et 9.2.)

**7.2** On peut distinguer trois stades successifs, à savoir :

- a) un examen critique des données en vue d'identifier et de traiter les résultats aberrants ou autres irrégularités, et éventuellement de tester l'adéquation du modèle;
- b) le calcul de valeurs préliminaires pour  $r$  et  $R$ , à chaque niveau pris séparément;
- c) l'adoption de valeurs définitives pour  $r$  et  $R$ , y compris le choix d'une relation entre  $r$ ,  $R$  et  $m$  lorsque l'analyse indique qu'elles dépendent du niveau  $m$ .

Si  $r$  et/ou  $R$  sont jugées être indépendantes de  $m$ , les valeurs finales retenues sont les moyennes arithmétiques pour l'ensemble des niveaux.

**7.2.1** Ainsi qu'il est expliqué en détail de 14.8 à 14.11, l'analyse d'un essai pour la détermination de la fidélité, telle qu'elle est recommandée dans la présente Norme internationale, comporte tout d'abord le calcul, pour chaque niveau, des estimations  $s_r^2$  et  $s_L^2$  de la variance de répétabilité et de la variance interlaboratoire, telles qu'elles sont définies en 5.4.3 et 5.3.1 respectivement; de ces estimations sont déduites les valeurs de la répétabilité  $r$  et de la reproductibilité  $R$ .

**7.3** Cette analyse, en particulier le stade a) (voir 7.2), comporte une application systématique de tests statistiques. Une grande variété de tests statistiques empruntés à la littérature pourrait être employée pour les besoins de la présente Norme internationale.

Afin de pousser aussi loin que possible la normalisation de l'analyse statistique, il importait de faire un choix judicieux; c'est pourquoi un nombre limité de tests statistiques, ainsi que cela est expliqué dans la section trois, a été retenu dans la présente Norme internationale.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5725:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-2ef3645b8bbf/iso-5725-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-2ef3645b8bbf/iso-5725-1981>

## Section deux : Organisation d'un essai interlaboratoire pour la détermination de la fidélité

### Remarque générale

On ne peut pas s'attendre à ce que les façons d'opérer au sein de différents organismes soient identiques. C'est pourquoi le contenu de la présente section ne prétend être qu'un guide, pouvant être modifié de façon appropriée pour s'adapter à chaque situation particulière.

## 8 Besoins en personnel

### 8.1 Commission

L'établissement du plan de l'essai doit être confié à une commission d'experts familiarisés avec la méthode d'essai et avec son application.

### 8.2 Expert statisticien

Au moins l'un des membres de la commission doit être compétent en matière d'organisation et d'analyse statistique des essais.

### 8.3 Responsable exécutif

L'organisation effective de l'essai doit être confiée à un seul laboratoire, et un membre de la direction de ce laboratoire doit en assumer l'entière responsabilité : c'est le responsable exécutif.

### 8.4 Superviseurs

Dans chacun des laboratoires participants, un membre de la direction doit se voir confier la responsabilité d'organiser l'exécution des essais conformément aux instructions reçues du responsable exécutif et de présenter les résultats des essais.

### 8.5 Opérateurs

Dans chaque laboratoire, les essais doivent être effectués par un opérateur choisi comme représentatif de ceux qui sont susceptibles d'exécuter les essais d'une manière courante. Il doit être informé, par le superviseur, des dates auxquelles les essais devront être effectués et de leur ordre de succession, mais les instructions ne doivent pas entrer dans le détail de la méthode d'essai elle-même.

## 9 Tâches et problèmes

**9.1** Les points suivants doivent être discutés par la commission :

- a) Existe-t-il une norme satisfaisante pour la méthode d'essai?

b) Dans quel intervalle se situent les niveaux rencontrés dans la pratique?

c) Combien de niveaux doivent être représentés dans l'essai? (voir 10.1).

d) Quels sont les matériaux appropriés pour représenter ces niveaux?

e) Le matériau doit-il être spécialement homogénéisé avant préparation des échantillons, ou l'hétérogénéité du matériau doit-elle être incluse dans les valeurs de  $r$  et de  $R$ ? (voir 10.3).

f) Quel est le nombre,  $n$ , d'essais à spécifier et quelle quantité de matériau doit être envoyée aux laboratoires? (voir 10.1).

g) Doit-on envoyer à chaque laboratoire  $n$  échantillons séparés pour chaque niveau, ou un seul échantillon destiné à faire l'objet de  $n$  essais? (voir 10.3). Ou bien est-il souhaitable de recourir à un essai comportant des sous-niveaux? (voir 10.4.2).

h) Convient-il d'envoyer aux laboratoires des matériaux supplémentaires en vue d'exercices pratiques avant de passer à la réalisation des essais officiels? (voir 10.5.4).

j) Combien de laboratoires faut-il recruter pour participer à l'essai? (voir 10.1).

k) Comment les laboratoires doivent-ils être recrutés et à quelles exigences doivent-ils répondre? (voir 10.2).

m) Quels sont les détails de la méthode où l'application de celle-ci est délicate? Que peut-on préciser pour minimiser ces difficultés?

n) Quelles sont les instructions à faire parvenir aux superviseurs concernant l'exécution de l'essai, et avec combien de chiffres significatifs doivent être exprimés les résultats? (voir 10.4.1 et 10.5.3).

p) Quels renseignements peut-on exiger, en outre, des résultats numériques des essais? (voir 10.6).

**9.2** Le rôle de l'expert statisticien consiste à contribuer, par ses connaissances spécialisées, à l'organisation de l'essai, à l'analyse des résultats et à la rédaction du rapport à soumettre à la commission, en suivant les instructions contenues dans la section trois.

**9.3** Le rôle du responsable exécutif consiste à organiser l'essai tel qu'il a été prévu par la commission et, en particulier, à

- a) s'assurer la coopération du nombre voulu de laboratoires et à veiller à ce que des superviseurs soient désignés;
- b) organiser et superviser la préparation des matériaux et des échantillons, ainsi que l'expédition de ces derniers; pour chaque niveau, une certaine quantité de matière doit être mise de côté pour constituer un stock de réserve;
- c) donner des instructions particulières dans le cas où les échantillons sont instables;
- d) rédiger les instructions (en incluant l'intervalle de temps entre les déterminations consécutives) et les adresser suffisamment tôt aux superviseurs, afin qu'ils puissent formuler des commentaires ou des questions;
- e) préparer les imprimés appropriés que l'opérateur utilisera comme document de travail et pour la présentation des résultats des essais;
- f) rassembler les résultats des essais et préparer une table permettant d'effectuer l'analyse statistique.

**9.4** Le rôle des superviseurs consiste à

- a) distribuer les échantillons aux opérateurs en application des instructions du responsable exécutif;
- b) superviser l'exécution des essais; le superviseur ne doit pas participer aux essais;
- c) rassembler les résultats des essais, en signalant les anomalies et les difficultés rencontrées, et les présenter au responsable exécutif.

**9.5** Le rôle des opérateurs consiste à effectuer les essais conformément à la méthode d'essai normalisée et à signaler toutes anomalies ou difficultés rencontrées (voir 10.5.2 et 10.5.5).

**9.6** La tâche finale de la commission consiste à discuter le rapport présenté par l'expert statisticien, à fixer des valeurs finales pour la répétabilité et la reproductibilité, et à décider si de nouvelles actions sont nécessaires soit pour améliorer la norme relative à la méthode d'essai, soit en ce qui concerne les laboratoires qui ont été rejetés comme aberrants (voir 11.6.4).

**9.7** Les paragraphes 9.2 et 9.6 étant considérés comme les étapes finales de l'analyse statistique, d'autres détails seront donnés dans la section trois.

## 10 Remarques sur les chapitres 8 et 9

### 10.1 Nombre de laboratoires et nombre de niveaux

Aucune règle rigide ne peut être fixée. Dans un essai pour la détermination de la fidélité, le nombre de niveaux doit être choisi en fonction de l'intervalle que ceux-ci doivent recouvrir, en tenant compte de la dépense entraînée par l'exécution des essais.

Si l'intervalle recouvert par les niveaux est très large, on peut s'attendre à ce que  $r$  et  $R$  dépendent du niveau  $m$ ; l'emploi d'au moins 6 niveaux semble alors souhaitable pour permettre d'établir d'une manière satisfaisante la relation entre ces grandeurs. Dans l'exemple sur la détermination du point de ramollissement d'un goudron donné dans le chapitre 22, où les niveaux s'échelonnent de 88 à 102 °C, l'emploi de 4 niveaux peut être considéré comme plus qu'il n'est strictement nécessaire.

Le nombre de laboratoires doit, dans une certaine mesure, dépendre du nombre de niveaux. Il est recommandé que le nombre de laboratoires ne soit jamais inférieur à 8, et, s'il n'y a qu'un seul niveau, ce nombre devrait, de préférence, être plus élevé, par exemple 15 ou même plus.

En ce qui concerne  $n$ , la valeur 2 est recommandée, sauf s'il est d'usage de faire un plus grand nombre de répétitions, par exemple pour certains essais physiques simples.

### 10.2 Recrutement des laboratoires participants

**10.2.1** Du point de vue statistique, les laboratoires devant participer à l'essai pour la détermination de la fidélité devraient être pris au hasard parmi tous les laboratoires susceptibles d'appliquer la méthode d'essai soumise à examen. Les laboratoires se portant volontaires peuvent ne pas être représentatifs de l'ensemble des laboratoires.

Cependant, en pratique, d'autres considérations peuvent intervenir; par exemple, il peut être nécessaire que les laboratoires participants soient également répartis entre différents continents ou régions climatiques.

Il appartient à la commission de décider de la politique de recrutement et des exigences à remplir par les laboratoires participants.

**10.2.2** Lors de l'établissement de la liste, en nombre voulu, de laboratoires participants, la responsabilité de ceux-ci doit être clairement précisée. À titre d'exemple, un questionnaire tel que le suivant peut être utilisé dans ce but.

**Questionnaire sur un essai interlaboratoire**

Titre de la méthode (copie jointe en annexe) : .....

1 Notre laboratoire souhaite participer à un essai collectif de cette méthode afin d'obtenir des données sur sa fidélité.

OUI  NON

2 En tant que participant, il est entendu que

- a) tout appareillage essentiel, tous les produits chimiques, et les autres conditions requises spécifiées dans la méthode seront disponibles dans notre laboratoire, dès le début du programme;
- b) les conditions d'échelonnement dans le temps du programme (telles que la date du début, l'ordre d'essai des spécimens et la date de la fin) seront rigoureusement respectées;
- c) la méthode sera strictement appliquée;
- d) les échantillons seront manipulés conformément aux instructions;
- e) un opérateur qualifié effectuera les essais.

Ayant étudié la méthode et ayant fait une juste appréciation de nos possibilités et des moyens dont nous disposons, nous estimons que nous sommes convenablement préparés pour participer à l'essai collectif de cette méthode.

3 Remarques : .....

Signature : .....

Société ou laboratoire : .....

### 10.3 Hétérogénéité du matériau

Lorsque le matériau à soumettre à l'essai n'est pas homogène, il est important de préparer les échantillons selon les instructions prescrites par la méthode, en partant, de préférence, d'un lot de produit commercial pour chaque niveau. Quelques modifications peuvent être nécessaires de manière que la quantité de matériau disponible soit suffisante pour l'essai, compte tenu d'un certain stock de réserve. Pour les échantillons, à chaque niveau,  $n$  récipients séparés doivent être utilisés lorsqu'il y a danger de détérioration de la matière dès que le récipient est ouvert; c'est le cas, par exemple, d'une matière hygroscopique, ou qui s'altère par oxydation ou par perte de ses composants volatils. Dans le cas de matériaux instables, des instructions spéciales concernant le stockage et le traitement doivent être prescrites.

En général, il est recommandé de spécifier clairement quel matériau a été utilisé dans l'essai pour la détermination de la fidélité et à quel domaine de matériaux s'appliquent  $r$  et  $R$ .

### 10.4 Organisation effective des essais

**10.4.1** Avec  $q$  niveaux et  $n$  répétitions, chaque laboratoire participant doit effectuer  $qn$  essais. Ci-après sont indiquées la manière dont l'exécution de ces essais doit être organisée et les instructions que doivent recevoir les opérateurs :

- a) la totalité des  $qn$  essais doit être effectuée par un seul et même opérateur utilisant toujours le même appareillage;
- b) chaque groupe de  $n$  essais correspondant à un même niveau doit obligatoirement être exécuté dans les conditions de répétabilité, c'est-à-dire dans un court intervalle de temps et par le même opérateur;
- c) si, en cours d'exécution des essais, l'opérateur doit s'arrêter pour maladie, ou tout autre cas de force majeure, un autre opérateur peut terminer les essais, mais cela doit être mentionné avec les résultats des essais;
- d) il n'est pas nécessaire que les  $qn$  essais soient strictement effectués dans un court intervalle de temps; les  $q$  groupes de  $n$  essais peuvent être effectués à des jours différents;
- e) il est essentiel que les  $n$  essais effectués dans les conditions de répétabilité soient effectués de façon indépendante, comme s'il s'agissait de  $n$  essais sur des matériaux différents. En règle générale, cependant, l'opérateur saura que les essais portent sur une matière identique. S'il est à craindre que cette connaissance puisse influencer les résultats donnés par l'opérateur, et en conséquence la variance de répétabilité, un essai comportant des sous-niveaux (voir 10.4.2) constitue la meilleure procédure. La randomisation des  $qn$  essais peut être envisagée si celle-ci n'affecte pas les conditions de répétabilité.

**10.4.2** Une autre méthode, parfois adoptée lorsque  $n = 2$ , consiste à utiliser des sous-niveaux. Au lieu de deux échantillons présentés à l'opérateur comme étant identiques, ou bien au lieu de deux essais effectués sur le même échantillon de matière, deux séries de  $p$  échantillons sont préparées à des niveaux légèrement différents,  $m_A$  et  $m_B$ , la différence  $m_A - m_B$ , étant faible. Chacun des  $p$  laboratoires reçoit un échantillon de la série A et un de la série B pour essai. L'adoption de cette méthode peut être envisagée lorsqu'il est à craindre que l'opérateur travaillant sur des échantillons identiques soit influencé, lorsqu'il effectue le second essai, par le résultat du premier.

L'essai comportant des sous-niveaux entraîne une légère modification de l'analyse statistique, comme on le verra dans la section trois. Il convient également de distinguer clairement les résultats d'essai appartenant à la série A des résultats appartenant à la série B; ils ne peuvent pas être interchangés, comme dans le cas d'essais sur matière identique.

Les valeurs de  $r$  et de  $R$ , dans le cas de sous-niveaux, seront considérées comme valables pour le niveau moyen :

$$m = (m_A + m_B)/2.$$

**10.4.3** Il peut être nécessaire de limiter la durée de temps autorisée entre le jour où les échantillons sont reçus et celui où l'on effectue les essais.

**10.4.4** Une vérification préliminaire de l'appareillage doit être stipulée dans la norme sur la méthode.

**10.4.5** Tous les échantillons doivent être clairement étiquetés, avec le titre de l'essai et l'identification de l'échantillon.

### 10.5 Instructions à donner aux opérateurs

**10.5.1** Avant l'exécution des essais, les opérateurs ne doivent pas recevoir d'autres instructions que celles contenues dans la norme relative à la méthode d'essai; celles-ci doivent suffire.

**10.5.2** Cependant, il convient de demander aux opérateurs de présenter leurs remarques sur cette norme et, en particulier, de déclarer si les instructions qu'elle contient sont suffisamment non ambiguës et claires. Par exemple, certaines ambiguïtés peuvent se glisser dans la norme lorsque celle-ci a été traduite dans plusieurs langues différentes.

**10.5.3** Il est souhaitable que tous les laboratoires participants présentent les résultats de leurs essais avec le même nombre de chiffres significatifs et les superviseurs doivent recevoir des instructions à cet effet. Dans la pratique commerciale, les résultats d'essai sont souvent assez grossièrement arrondis; dans un essai pour la détermination de la fidélité, il peut être conseillé de garder un chiffre significatif de plus qu'il n'est habituel ou prescrit de le faire dans la norme.

Lorsque  $r$  dépend du niveau  $m$ , il peut être nécessaire d'avoir différentes règles d'arrondissement aux différents niveaux.

**10.5.4** En règle générale, un opérateur ne parvient pas à une précision normale lorsqu'il effectue un essai pour la première fois ou après un long intervalle de temps. Dans ce cas, une instruction doit être donnée aux opérateurs d'effectuer un petit nombre d'essais non officiels afin d'acquérir l'expérience nécessaire avant d'essayer les échantillons officiels de l'essai pour la détermination de la fidélité. C'est à la commission ou aux superviseurs de décider si cela est nécessaire; les matériaux pour ces essais préliminaires doivent être fournis par le responsable exécutif.

**10.5.5** Il convient de demander aux opérateurs de mentionner toutes les occasions où ils n'ont pas été en mesure de suivre les instructions, ou ne se sont pas accidentellement conformés à celles-ci. Il convient également de leur préciser qu'il vaut mieux rendre compte d'une erreur que d'ajuster les résultats, car un ou deux résultats manquants ne compromettent pas l'essai et peuvent indiquer une lacune dans la norme.

## 10.6 Présentation des résultats d'essai

Dans chaque laboratoire, le superviseur doit rédiger un compte rendu complet des essais; celui-ci doit contenir les indications

suivantes :

- a) les résultats définitifs des essais, en prenant soin d'éviter les erreurs de transcription et les fautes de frappe, par exemple en faisant une photocopie des résultats des opérateurs;
- b) s'il y a lieu, les observations originales ou les chiffres lus d'où ont été déduits les résultats définitifs;
- c) les remarques de l'opérateur sur la norme relative à l'essai;
- d) tous renseignements sur les irrégularités ou perturbations pouvant être survenues au cours des essais;
- e) les dates auxquelles les échantillons sont parvenus;
- f) les dates et moments auxquels les échantillons ont été essayés;
- g) les renseignements concernant l'appareillage utilisé, lorsque cela paraît nécessaire;
- h) tous autres renseignements jugés utiles.

# iTech STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5725:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/663c1f91-19cd-4eb5-8dde-2ef3645b8bbf/iso-5725-1981>