

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5725-2

Première édition
1994-12-15

**Exactitude (justesse et fidélité) des
résultats et méthodes de mesure —**

Partie 2:

Méthode de base pour la détermination de la
répétabilité et de la reproductibilité d'une
méthode de mesure normalisée

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/710f85ac-04e2-44b4-a588-851d4d9a0436/iso-5725-2-1994>

*Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and
results —*

*Part 2: Basic method for the determination of repeatability and
reproducibility of a standard measurement method*



Numéro de référence
ISO 5725-2:1994(F)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Définitions	2
4 Estimations des paramètres dans le modèle de base	2
5 Conditions pour une expérience de fidélité	3
5.1 Schéma de l'expérience	3
5.2 Recrutement des laboratoires	3
5.3 Préparation des matériaux	4
6 Personnel impliqué dans une expérience de fidélité	5
6.1 Commission	5
6.2 Fonction statistique	5
6.3 Fonction exécutive	5
6.4 Superviseurs	6
6.5 Opérateurs	6
7 Analyse statistique d'une expérience de fidélité	7
7.1 Considérations préliminaires	7
7.2 Tabulation des résultats et notations utilisées	7
7.3 Examen des résultats pour la cohérence et les valeurs aberrantes	10
7.4 Calcul de la moyenne générale et des variances	14
7.5 Établissement d'une relation fonctionnelle entre les valeurs de fidélité et le niveau moyen m	15
7.6 Analyse statistique décrite en termes d'opérations successives	17
7.7 Rapport à présenter à la commission et décisions à prendre par celle-ci	19
8 Tables statistiques	22

© ISO 1994

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

Annexes

A	Symboles et abréviations utilisés dans l'ISO 5725	27
B	Exemples d'analyse statistique d'expériences de fidélité	29
B.1	Exemple 1: Détermination de la teneur en soufre du charbon (plusieurs niveaux sans données manquantes ou aberrantes)	29
B.2	Exemple 2: Point de ramollissement du goudron (plusieurs niveaux avec des données manquantes)	34
B.3	Exemple 3: Titrage par voie thermométrique de créosote (plusieurs niveaux avec des données aberrantes)	38
C	Bibliographie	44

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5725-2:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/710f85ac-04e2-44b4-a588-851d4d9a0436/iso-5725-2-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/710f85ac-04e2-44b4-a588-851d4d9a0436/iso-5725-2-1994>

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 5725-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

L'ISO 5725 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*:

- *Partie 1: Principes généraux et définitions*
- *Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- *Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

L'ISO 5725, parties 1 à 6, annule et remplace l'ISO 5725:1986, qui a été étendue pour traiter de la justesse (en supplément de la fidélité) et des conditions intermédiaires de fidélité (en supplément des conditions de répétabilité et des conditions de reproductibilité).

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 5725. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

0.1 L'ISO 5725 utilise deux termes «justesse» et «fidélité» pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» se réfère à l'écart entre la moyenne arithmétique d'un grand nombre de résultats d'essai et la valeur de référence vraie ou acceptée. La «fidélité» se réfère à l'écart entre les résultats d'essai.

0.2 Les considérations générales sur ces grandeurs sont données dans l'ISO 5725-1 et ne sont donc pas répétées dans la présente partie de l'ISO 5725. Il convient donc de lire l'ISO 5725-1 en conjonction avec toutes les autres parties de l'ISO 5725, y compris la présente partie, puisque les définitions sous-jacentes et les principes généraux y sont donnés.

0.3 La présente partie de l'ISO 5725 ne concerne que l'estimation au moyen de l'écart-type de répétibilité et de l'écart-type de reproductibilité. Bien que d'autres types d'expériences (telles qu'expériences à sous-niveaux) soient utilisées dans certaines circonstances pour l'estimation de la fidélité, elles ne sont pas traitées dans la présente partie de l'ISO 5725, mais font plutôt l'objet de l'ISO 5725-5. La présente partie de l'ISO 5725 ne présente pas non plus d'autres mesures intermédiaires de fidélité entre les deux mesures principales; celles-ci font l'objet de l'ISO 5725-3.

0.4 Dans certains cas, les données obtenues à partir d'une expérience pour estimer la fidélité, sont également utilisées pour estimer la justesse. L'estimation de la justesse n'est pas considérée dans la présente partie de l'ISO 5725; tous les aspects de l'estimation de la justesse sont présentés dans l'ISO 5725-4.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5725-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/710f85ac-04e2-44b4-a588-851d4d9a0436/iso-5725-2-1994>

Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure —

Partie 2:

Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 5725

- souligne les principes généraux à observer lors de la planification d'expériences pour l'estimation numérique de la fidélité des méthodes de mesure au moyen d'une expérience interlaboratoires collective;
- fournit une description pratique détaillée de la méthode de base d'une utilisation courante pour l'estimation de la fidélité des méthodes de mesure;
- fournit des lignes directrices pour tout le personnel concerné par la planification, l'exécution ou l'analyse des résultats des essais pour l'estimation de la fidélité.

NOTE 1 Des modifications de cette méthode de base pour des cas particuliers sont données dans les autres parties de l'ISO 5725.

L'annexe B fournit des exemples pratiques de l'estimation par expérience de la fidélité des méthodes de mesure.

1.2 La présente partie de l'ISO 5725 ne traite que des méthodes de mesure qui fournissent des mesures sur une échelle continue et donnent comme résultat d'essai une seule valeur numérique, bien que

cette valeur unique puisse être le résultat d'un calcul effectué à partir d'un ensemble d'observations.

1.3 Elle suppose que pour la conception et l'exécution de l'expérience de fidélité, tous les principes donnés dans l'ISO 5725-1 ont été suivis. La méthode de base utilise le même nombre de résultats d'essai dans chaque laboratoire, chacun analysant les mêmes niveaux d'échantillons d'essai, c'est-à-dire une expérience équilibrée aux mêmes niveaux. La méthode de base s'applique à des procédures qui ont été normalisées et sont régulièrement utilisées dans un certain nombre de laboratoires.

NOTE 2 Des exemples concrets sont donnés pour décrire des ensembles uniformes équilibrés de résultats d'essai, bien que dans un exemple un nombre variable de répliques par cellule soit fourni (plan non équilibré) et dans un autre des données soient manquantes. Cela est dû au fait qu'une expérience prévue équilibrée peut devenir non équilibrée. Les valeurs isolées ou aberrantes sont prises en considération.

1.4 Le modèle statistique de l'article 5 de l'ISO 5725-1:1994 est considéré comme une base appropriée pour l'interprétation et l'analyse des résultats d'essai dont la distribution est approximativement normale.

1.5 La méthode de base, telle que décrite dans la présente partie de l'ISO 5725, estimera (généralement) la fidélité d'une méthode de mesure:

- a) lorsqu'il est nécessaire de déterminer l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité tel que décrits dans l'ISO 5725-1;
- b) lorsque les matériaux à utiliser sont homogènes ou lorsque les effets de l'hétérogénéité peuvent être inclus dans les valeurs de fidélité; et
- c) lorsque l'utilisation d'un plan équilibré aux mêmes niveaux est acceptable.

1.6 Une approche similaire peut être appliquée à l'estimation préliminaire de la fidélité pour des méthodes de mesure qui n'ont pas atteint le stade de normalisation ou ne sont pas d'utilisation courante.

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 partie de l'ISO 5725. 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 partie de l'ISO 5725 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 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 5725, les définitions données dans l'ISO 3534-1 et l'ISO 5725-1 s'appliquent.

Les symboles utilisés dans l'ISO 5725 sont donnés dans l'annexe A.

4 Estimations des paramètres dans le modèle de base

4.1 Les procédures données dans la présente partie de l'ISO 5725 sont fondées sur le modèle statistique de l'article 5 de l'ISO 5725-1:1994 et sont élaborées

selon 1.2 de l'ISO 5725-1:1994. En particulier, ces procédures sont fondées sur les équations (2) à (6) de l'article 5 de l'ISO 5725-1:1994.

Le modèle est

$$y = m + B + e$$

où, pour le matériau particulier soumis à l'essai,

m est la moyenne générale (espérance);

B est la composante laboratoire du biais sous des conditions de répétabilité;

e est l'erreur aléatoire survenant dans chaque mesure, sous des conditions de répétabilité.

4.2 Les équations (2) à (6) de l'article 5 de l'ISO 5725-1:1994 sont exprimées en fonction des écarts-types vrais des populations considérées. Dans la pratique, les valeurs exactes de ces écarts-types ne sont pas connues et les estimations des valeurs de fidélité doivent être faites à partir d'un échantillon relativement petit de tous les laboratoires possibles, et à l'intérieur de ces laboratoires, à partir d'un petit échantillon de tous les résultats d'essai possibles.

4.3 Dans la pratique statistique, lorsque la vraie valeur de l'écart-type, σ , n'est pas connue et est remplacée par une estimation fondée sur un échantillon, le symbole σ est alors remplacé par s pour signaler qu'il s'agit d'une estimation. Cela doit être fait dans chaque équation (2) à (6) de l'ISO 5725-1:1994, ce qui donne:

s_L^2 est l'estimation de la variance interlaboratoires;

s_W^2 est l'estimation de la variance intralaboratoire;

s_r^2 est la moyenne arithmétique de s_W^2 et est l'estimation de la variance de répétabilité; cette moyenne arithmétique est calculée sur tous les laboratoires prenant part à l'expérience d'exactitude après exclusion des valeurs aberrantes;

s_R^2 est l'estimation de la variance de reproductibilité

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad \dots (1)$$

5 Conditions pour une expérience de fidélité

5.1 Schéma de l'expérience

5.1.1 Dans le schéma utilisé dans la méthode de base, des échantillons de q lots de matériaux, représentant q niveaux différents de l'essai, sont envoyés à p laboratoires qui effectuent chacun exactement n répliques de résultats d'essai, sous des conditions de répétabilité à chacun des q niveaux. Ce type d'expérience est appelé une expérience équilibrée aux mêmes niveaux.

5.1.2 Il faut organiser l'exécution de ces mesures et fournir des instructions comme suit.

- a) Tout contrôle préliminaire de l'équipement doit être effectué comme décrit dans la méthode normalisée.
- b) Chaque groupe de n mesures faisant partie d'un niveau doit être effectué sous des conditions de répétabilité, c'est-à-dire, dans un court intervalle de temps et par le même opérateur, et sans aucun réétalonnage intermédiaire de l'appareil, à moins que ceci ne fasse partie intégrante de l'exécution de la mesure.
- c) Il est essentiel qu'un groupe de n essais sous des conditions de répétabilité soit exécuté indépendamment comme s'il y avait n essais sur des matériaux différents. Cependant, l'opérateur saura qu'il effectue des essais sur un matériau identique, mais il convient d'insister, dans les instructions, sur le fait que tout le but de l'expérience est de déterminer quelles différences peuvent survenir dans les résultats lors d'essais réels. Il est à craindre que, en dépit de cet avertissement, des résultats précédents puissent influencer les résultats d'essai suivants, et donc la variance de répétabilité. Il convient de considérer s'il faut ou non utiliser n échantillons séparés à chacun des q niveaux et codés de telle façon que l'opérateur ne saura pas quelles sont les répliques pour un niveau donné. Cependant, il se peut qu'une telle procédure pose des problèmes quant à l'assurance que les conditions de répétabilité sont appliquées entre les répliques. Cela ne serait possible que si les mesures sont effectuées de façon que les qn mesures puissent être exécutées dans un court intervalle de temps.
- d) Il n'est pas essentiel que tous les q groupes de n mesures chacun soient effectués strictement dans un court intervalle de temps; différents

groupes de mesures peuvent être effectués à des jours différents.

- e) Toutes les mesures des q niveaux doivent être effectuées par un, et un seul, opérateur et, de plus, les n mesures à un niveau donné doivent être effectuées en utilisant le même équipement.
- f) Si, durant les mesures, un opérateur devenait indisponible, un autre opérateur pourra terminer les mesures, pourvu que le changement ne se fasse pas à l'intérieur d'un groupe de n mesures à un niveau, mais seulement entre deux des q groupes. De tels changements doivent être indiqués dans le rapport des résultats.
- g) Il faut donner un temps limite au bout duquel toutes les mesures doivent être terminées. Il peut être nécessaire de limiter le temps écoulé alloué entre le jour de réception des échantillons et le jour où les mesures sont effectuées.
- h) Tous les échantillons doivent être clairement libellés avec le nom de l'expérience et une identification d'échantillon.

5.1.3 En 5.1.2, et partout ailleurs dans la présente partie de l'ISO 5725, il est fait référence à l'opérateur. Pour certaines mesures, il peut s'agir en fait d'une équipe d'opérateurs, chacun d'entre eux effectuant une partie spécifique de la procédure. Dans ce cas, il faut considérer l'équipe comme l'«opérateur», et tout changement dans l'équipe comme donnant un «opérateur» différent.

5.1.4 Dans un cadre commercial, les résultats d'essai peuvent être arrondis plutôt grossièrement, mais dans une expérience de fidélité, les résultats d'essai doivent être reportés avec au moins une décimale de plus que prescrit dans la méthode normalisée. Si la méthode ne spécifie pas le nombre de décimales, l'arrondissement ne sera pas plus grossier que la moitié de l'estimation de l'écart-type de répétabilité. Lorsque la fidélité peut dépendre du niveau m , différentes règles d'arrondissement peuvent être nécessaires pour différents niveaux.

5.2 Recrutement des laboratoires

5.2.1 Les principes généraux concernant le recrutement des laboratoires devant participer à une expérience interlaboratoires sont donnés en 6.3 de l'ISO 5725-1:1994. Lors de l'enregistrement du nombre voulu de laboratoires, il faut établir clairement leurs responsabilités. Un exemple de questionnaire d'enregistrement est donné à la figure 1.

Questionnaire pour une étude interlaboratoires	
Titre de la méthode de mesure (copie jointe)	
1. Notre laboratoire souhaite participer à l'expérience de fidélité pour cette méthode de mesure normalisée	
OUI <input type="checkbox"/>	NON <input type="checkbox"/> (cocher la case appropriée)
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 doivent être disponibles dans notre laboratoire, dès le début du programme;	
b) les conditions d'échelonnement dans le temps, telles que la date du début de l'essai, l'ordre d'essai des éprouvettes et la date d'achèvement du programme, doivent être rigoureusement respectées;	
c) la méthode doit être strictement appliquée;	
d) les échantillons doivent être manipulés conformément aux instructions;	
e) un opérateur qualifié doit effectuer les mesures.	
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:	

Figure 1 — Questionnaire d'enregistrement pour une étude interlaboratoires

5.2.2 Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 5725, un «laboratoire» est considéré comme étant la combinaison de l'opérateur, de l'équipement et de l'emplacement de l'essai. Il est donc permis à un emplacement d'essai (ou laboratoire dans le sens conventionnel) de fournir plusieurs «laboratoires», s'il peut disposer de plusieurs opérateurs, chacun avec des ensembles indépendants d'équipement et de situations dans lesquels ils effectuent le travail.

5.3 Préparation des matériaux

5.3.1 Des informations sur les points à prendre en considération lors de la sélection des matériaux pour utilisation dans une expérience de fidélité sont données en 6.4 de l'ISO 5725-1:1994.

5.3.2 Lors de la décision de la quantité de matériau à fournir, il faut tenir compte des accidents ou erreurs dans l'obtention de certains résultats d'essai qui peuvent nécessiter l'utilisation de matériau en supplément. La quantité de matériau préparée doit être suffisante pour couvrir l'expérience et permettre de réserver un stock adéquat.

5.3.3 Il convient de déterminer s'il est préférable pour certains laboratoires d'obtenir des résultats d'essai préliminaires afin de se familiariser avec la méthode de mesure avant d'obtenir les résultats d'essai officiels et, s'il en est ainsi, il convient que du matériau supplémentaire (mais pas des échantillons de l'expérience de fidélité) soit fourni dans ce but.

5.3.4 Lorsqu'un matériau doit être homogénéisé, cela doit être fait de la façon la plus appropriée pour ce matériau. Lorsque le matériau soumis à l'essai n'est pas homogène, il est important de préparer les échantillons comme prescrit par la méthode en commençant de préférence avec un lot de matériau commercial pour chaque niveau. Dans le cas de matériaux non stables, des instructions spécifiques sur le stockage et le traitement doivent être données.

5.3.5 Pour les échantillons à chaque niveau, *n* conteneurs séparés doivent être utilisés pour chaque laboratoire, s'il existe un danger de détérioration de matériaux une fois que le conteneur a été ouvert (par exemple par oxydation, par perte de composants volatiles ou avec un matériau «hygroscopique»). Dans le cas de matériaux non stables, il faut donner des instructions spécifiques sur le stockage et le traitement. Des précautions sont nécessaires pour s'assurer que les individus restent identiques le temps que les mesures soient effectuées. Si le matériau soumis à la mesure est constitué d'un mélange de poudres de densités relatives différentes ou de grosseurs de grains différentes, des précautions sont nécessaires, car une ségrégation peut résulter de secousses, par exemple, pendant le transport. Lorsqu'une réaction avec l'atmosphère est possible, les spécimens peuvent être enfermés dans des ampoules, soit sous vide ou remplies avec un gaz inerte. Pour des matériaux périssables, tels que des échantillons de nourriture ou de sang, il peut être nécessaire de les expédier en état de congélation aux laboratoires participants, avec des instructions détaillées sur la procédure de décongélation.

6 Personnel impliqué dans une expérience de fidélité

NOTE 3 Il n'est pas escompté que les méthodes opératoires sont identiques dans les différents laboratoires. Le contenu de cet article n'a donc pour seul objectif que d'être un guide qui sera modifié pour être approprié à une situation particulière.

6.1 Commission

6.1.1 La commission est constituée d'experts familiarisés avec la méthode de mesure et ses applications.

6.1.2 Les tâches de la commission sont:

- a) de planifier et coordonner l'expérience;
- b) de décider du nombre de laboratoires, du nombre de niveaux et de mesures à faire, et du nombre de chiffres significatifs nécessaires;
- c) de nommer une personne pour la fonction statistique (voir 6.2);
- d) de nommer une personne pour la fonction exécutive (voir 6.3);
- e) de considérer les instructions à fournir aux superviseurs de laboratoire, en plus de la méthode de mesure normalisée;
- f) de décider si certains opérateurs ont la permission d'effectuer quelques mesures non officielles afin de maîtriser à nouveau la méthode après une longue période (de telles mesures ne doivent jamais être effectuées sur les échantillons collectifs officiels);
- g) de discuter du rapport d'analyse statistique complétant l'analyse des résultats d'essai;
- h) d'établir les valeurs finales pour l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité;
- i) de décider s'il est nécessaire de mener de nouvelles actions pour améliorer la méthode de mesure ou par rapport aux laboratoires dont les résultats ont été rejetés comme étant aberrants.

6.2 Fonction statistique

Un des membres de la commission, au moins, doit être expérimenté en planification et analyse statistique des expériences. Ses tâches sont:

- a) de contribuer de par sa connaissance spécifique à la planification de l'expérience;
- b) d'analyser les données;
- c) de rédiger un rapport à soumettre à la commission selon les instructions contenues en 7.7.

6.3 Fonction exécutive

6.3.1 Il est recommandé de confier l'organisation concrète de l'expérience à un seul laboratoire. Il convient qu'un membre du personnel de ce laboratoire en prenne l'entière responsabilité; il est appelé le responsable exécutif et est nommé par la commission.

6.3.2 Les tâches du responsable exécutif sont:

- a) de s'assurer de la coopération du nombre de laboratoires nécessaires et de s'assurer que les superviseurs sont désignés;

- b) d'organiser et de superviser la préparation des matériaux et des échantillons et la distribution des échantillons; il convient de mettre de côté comme stock de réserve une quantité adéquate de matériau;
 - c) d'élaborer des instructions couvrant tous les points de 5.1.2 a) à h), et de les envoyer suffisamment en avance aux superviseurs pour qu'ils puissent les commenter ou poser des questions à leur sujet et de s'assurer que les opérateurs sélectionnés sont ceux qui devront normalement effectuer les mesures lors des opérations de routine;
 - d) de mettre au point des formulaires adaptés à l'opérateur pour qu'il puisse les utiliser comme enregistrement de travail et au superviseur pour qu'il puisse y reporter les résultats d'essai avec le nombre de chiffres significatifs nécessaires (de tels formulaires peuvent inclure le nom de l'opérateur, les dates auxquelles les échantillons ont été reçus et mesurés, l'équipement utilisé et toute autre information pertinente);
 - e) de traiter toutes les questions provenant des laboratoires concernant la mise en œuvre des mesures;
 - f) de vérifier que le programme est maintenu dans les délais;
 - g) de rassembler les formulaires de données et de les présenter à l'expert statistique.
- d) de s'assurer que les opérateurs effectuent le nombre de mesures nécessaires;
 - e) de s'assurer du respect des délais pour l'exécution de mesures;
 - f) de rassembler les résultats d'essai enregistrés avec le nombre de décimales voulu, y compris toutes anomalies et difficultés rencontrées, et les commentaires faits par les opérateurs.
- 6.4.3** Il convient que les superviseurs de chaque laboratoire écrivent un rapport complet, contenant les informations suivantes:
- a) les résultats d'essai, écrits lisiblement par leurs auteurs sur les formulaires fournis, sans être transcrits ou tapés (une sortie ordinateur ou imprimante de machine d'essai peut être une alternative acceptable);
 - b) les observations ou données originales (s'il y en a) à partir desquelles les résultats d'essai sont calculés, écrites lisiblement par l'opérateur sur les formulaires fournis, sans être transcrites ou tapées;
 - c) les commentaires des opérateurs sur la norme de la méthode de mesure;
 - d) des informations sur les irrégularités ou les perturbations qui ont pu survenir pendant les mesures, y compris tout changement d'opérateur qui a pu survenir, avec une indication des mesures où elles sont apparues et pour quel opérateur, et les raisons de tout résultat manquant;
 - e) la (les) date(s) à laquelle les échantillons ont été reçus;
 - f) la (les) date(s) à laquelle chaque échantillon a été mesuré;
 - g) des informations sur l'équipement utilisé, si cela est pertinent;
 - h) toute autre information pertinente.

6.4 Superviseurs

6.4.1 Il convient qu'un membre du personnel dans chaque laboratoire participant soit responsable de la mise en œuvre concrète des mesures, en respectant les instructions reçues du responsable exécutif, et de la présentation des résultats d'essai.

6.4.2 Les tâches des superviseurs sont:

- a) de s'assurer que les opérateurs sélectionnés sont ceux qui devront normalement effectuer les mesures lors des opérations de routine;
- b) de distribuer les échantillons à l'opérateur (aux opérateurs) en respectant les instructions du responsable exécutif (et de fournir du matériau pour se familiariser avec l'expérience, si nécessaire);
- c) de superviser l'exécution des mesures (le superviseur ne doit pas prendre part à l'exécution des mesures);

6.5 Opérateurs

6.5.1 Dans chaque laboratoire, les mesures doivent être effectuées par un seul opérateur sélectionné comme étant représentatif de ceux qui effectuent vraisemblablement les mesures dans des opérations normales.

6.5.2 Puisque l'objet de l'expérience est de déterminer la fidélité qui peut être obtenue par la population générale des opérateurs travaillant avec la méthode de mesure normalisée, il est recommandé en général qu'on ne donne pas aux opérateurs des développements sur la norme de la méthode de mesure. Cependant, il convient de signaler aux opérateurs que le but de cet exercice est de connaître dans quelle mesure les résultats peuvent varier dans la pratique, de façon qu'ils soient moins tentés d'éliminer ou de retravailler les résultats qu'ils pensent incohérents.

6.5.3 Bien qu'il soit recommandé de ne pas donner aux opérateurs des développements supplémentaires à la méthode de mesure normalisée, il convient de les encourager à commenter la norme et, en particulier, à dire si les instructions qui y sont contenues sont suffisamment non ambiguës et claires.

6.5.4 Les tâches des opérateurs sont:

- a) d'effectuer les mesures selon la méthode de mesure normalisée;
- b) de rapporter toutes anomalies ou difficultés rencontrées: il vaut mieux rapporter une erreur que d'ajuster des résultats car un ou deux résultats manquants ne gâcheront pas l'expérience et de nombreux peuvent indiquer une déficience dans la norme;
- c) de commenter l'adéquation des instructions de la norme; il est recommandé que les opérateurs rapportent en toute occasion où ils sont incapables de suivre leurs instructions, car cela peut indiquer une déficience dans la norme.

7 Analyse statistique d'une expérience de fidélité

7.1 Considérations préliminaires

7.1.1 Il convient de considérer l'analyse des données comme un problème statistique qui doit être résolu par un expert statisticien, impliquant trois étapes successives:

- a) un examen critique des données afin d'identifier et traiter les valeurs aberrantes ou autres irrégularités et de tester l'adéquation du modèle;
- b) le calcul des valeurs préliminaires de fidélité et des moyennes séparément pour chaque niveau;
- c) l'établissement des valeurs finales de fidélité et des moyennes, y compris l'établissement de la

relation entre la fidélité et le niveau m lorsque l'analyse indique qu'une telle relation peut exister.

7.1.2 L'analyse calcule premièrement, séparément pour chaque niveau, les estimations de

- la variance de répétabilité s_r^2 ,
- la variance interlaboratoires s_L^2 ,
- la variance de reproductibilité $s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$,
- la moyenne m .

7.1.3 L'analyse comprend une application systématique des tests statistiques pour les valeurs aberrantes dont une grande variété est disponible dans la littérature et qui peuvent être utilisés dans le cadre de la présente partie de l'ISO 5725. Pour des raisons pratiques, seul un nombre limité de ces tests, comme expliqué en 7.3, a été incorporé.

7.2 Tabulation des résultats et notations utilisées

7.2.1 Cellules

Chaque combinaison d'un laboratoire avec un niveau est appelée cellule de l'expérience de fidélité. Dans le cas idéal, les résultats d'une expérience avec p laboratoires et q niveaux consistent en une table avec pq cellules, chacune contenant n résultats d'essai répliqués qui peuvent tous être utilisés pour le calcul de l'écart-type de répétabilité et de l'écart-type de reproductibilité. Cette situation idéale n'est pas, cependant, toujours obtenue dans la pratique. Des écarts sont dus aux valeurs redondantes, aux valeurs manquantes et aux valeurs aberrantes.

7.2.2 Données redondantes

Il arrive parfois qu'un laboratoire effectue et rapporte plus que le nombre n de résultats d'essai officiellement prescrit. Dans ce cas, le superviseur doit rapporter pourquoi cela a été fait, et quels sont les résultats d'essai corrects. Si la réponse est qu'ils sont tous également valides, alors il convient de faire une sélection au hasard parmi les résultats disponibles pour choisir le nombre prévu de résultats d'essai pour l'analyse.

7.2.3 Données manquantes

Dans d'autres cas, certains résultats peuvent manquer, par exemple, cela peut être dû à la perte d'un échantillon ou à une erreur dans l'exécution de la mesure. L'analyse recommandée en 7.1 est telle que

les cellules complètement vides peuvent être simplement ignorées, tandis que les cellules partiellement vides peuvent être prises en compte par la procédure de calcul de la norme.

7.2.4 Valeurs aberrantes

Ce sont, parmi les résultats d'essai originaux ou dans les tableaux qui en découlent, les valeurs qui s'écartent tellement des valeurs comparables enregistrées dans le même tableau qu'elles sont considérées comme incompatibles avec ces dernières. L'expérience prouve que les valeurs aberrantes ne peuvent pas toujours être évitées, et elles doivent être prises en considération de la même façon que les données manquantes.

7.2.5 Laboratoires aberrants

Lorsque plusieurs résultats anormaux et inexplicables surviennent à différents niveaux au sein du même laboratoire, alors ce laboratoire peut être considéré aberrant, ayant une variance intralaboratoire trop forte et/ou une erreur systématique trop grande dans le niveau de ses résultats d'essai. Il peut alors être raisonnable d'écarter certaines ou toutes les données d'un tel laboratoire aberrant.

La présente partie de l'ISO 5725 ne donne pas de test statistique qui permette de juger les laboratoires suspects. La décision principale doit être de la responsabilité de l'expert statisticien, mais tous les laboratoires rejetés doivent être signalés à la commission pour une action future.

7.2.6 Valeurs erronées

Il convient évidemment de rechercher et corriger ou d'écarter les valeurs erronées.

7.2.7 Résultats d'essai équilibrés aux mêmes niveaux

Le cas idéal est p laboratoires i ($i = 1, 2, \dots, p$), chacun soumettant à l'essai q niveaux j ($j = 1, 2, \dots, q$) avec n répliques à chaque niveau (chaque combinaison ij) donnant un total de pqn résultats d'essai. Cette situation n'est pas toujours obtenue à cause de résultats d'essai manquants (voir 7.2.3) ou aberrants (voir 7.2.4) ou des laboratoires aberrants (voir 7.2.5) ou des valeurs erronées (voir 7.2.6). Dans ces conditions les notations de 7.2.8 à 7.2.10 et les procédures de 7.4 tiennent compte des nombres différents de résultats d'essai. Des spéci-

mens de formulaires recommandés pour l'analyse statistique sont donnés à la figure 2. Pour la commodité, ils seront référencés simplement comme formulaires A, B et C (de la figure 2).

7.2.8 Résultats d'essai d'origine

Voir formulaire A de la figure 2, où

- n_{ij} est le nombre de résultats d'essai dans une cellule pour le laboratoire i au niveau j ;
- y_{ijk} est un de ces résultats d'essai ($k = 1, 2, \dots, n_{ij}$);
- p_j est le nombre de laboratoires rapportant au moins un résultat d'essai pour le niveau j (après élimination de tout résultat d'essai considéré comme valeur aberrante ou erronée).

7.2.9 Moyennes de cellules (formulaire B de la figure 2)

Celles-ci sont calculées à partir du formulaire A, comme suit:

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad \dots (2)$$

Il convient d'enregistrer les moyennes de cellules avec un chiffre significatif de plus que les résultats d'essai de la table A.

7.2.10 Mesures de la dispersion de cellules (formulaire C de la figure 2)

Celles-ci sont calculées à partir du formulaire A (voir 7.2.8) et du formulaire B (voir 7.2.9), comme suit.

Pour le cas général, utiliser l'écart-type intracellule

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad \dots (3)$$

ou de façon équivalente

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk})^2 - \frac{1}{n_{ij}} \left[\sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \right]^2 \right]} \quad \dots (4)$$

Il faut faire attention, lors de l'utilisation de ces formules de prendre un nombre de décimales suffisant dans les calculs, c'est-à-dire, chaque valeur intermédiaire doit être calculée avec au moins deux fois autant de décimales que les données d'origine.

NOTE 4 Si une cellule ij contient deux résultats d'essai, l'écart-type intracellule est

$$s_{ij} = |y_{ij1} - y_{ij2}| / \sqrt{2} \quad \dots (5)$$

Par simplicité, donc, les différences absolues peuvent être utilisées à la place des écarts-types si toutes les cellules contiennent deux résultats d'essai.

Il convient d'exprimer l'écart-type avec un chiffre significatif de plus que les résultats du formulaire A.

Pour n_{ij} inférieur à 2, il convient de mettre un tiret dans le formulaire C.

Formulaire A — Formulaire recommandé pour le recueil des données d'origine									
Laboratoire	Niveau								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
..					..				
..					..				
i					y_{ijk}				
..					..				
..									
p									

Formulaire B — Formulaire recommandé pour le recueil des moyennes									
Laboratoire	Niveau								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
i					\bar{y}_{ij}				
..									
p									

Formulaire C — Formulaire recommandé pour le recueil des mesures de dispersion intracellule									
Laboratoire	Niveau								
	1	2	j	$q-1$	q
1									
2									
..									
i					s_{ij}				
..									
p									

Figure 2 — Formulaires recommandés pour le calcul des résultats pour analyse