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

Partie 5:

Méthodes alternatives pour la détermination
de la fidélité d'une méthode de mesure
normalisée

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

*Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a
standard measurement method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac2b372c-000a-4c02-8c2f-1e0e165b0d5e/iso-5725-5-1998>



Sommaire

	Page
1	Domaine d'application 1
2	Références normatives 1
3	Définitions 2
4	Plan à niveau fractionné 2
4.1	Applications du plan à niveau fractionné 2
4.2	Disposition du plan à niveau fractionné 2
4.3	Organisation d'une expérience à niveau fractionné 3
4.4	Modèle statistique 4
4.5	Analyse statistique des données d'une expérience à niveau fractionné 4
4.6	Examen des données en ce qui concerne la cohérence et les valeurs aberrantes 7
4.7	Report des résultats d'une expérience à niveau fractionné 7
4.8	Exemple 1: Une expérience à niveau fractionné — Détermination de protéine 8
5	Plan pour un matériau hétérogène 13
5.1	Les applications du plan pour un matériau hétérogène 13
5.2	Établissement du plan pour un matériau hétérogène 14
5.3	Organisation d'une expérience avec un matériau hétérogène 15
5.4	Modèle statistique pour une expérience avec un matériau hétérogène 16
5.5	Analyse statistique des données provenant d'une expérience avec un matériau hétérogène 17
5.6	Examen des données pour la cohérence et les valeurs aberrantes 20
5.7	Expression des résultats d'une expérience sur un matériau hétérogène 21
5.8	Exemple 2: Une expérience sur un matériau hétérogène 21
5.9	Formules générales pour les calculs avec le plan pour un matériau hétérogène 29
5.10	Exemple 3: Une application des formules générales 30
6	Méthodes robustes pour l'analyse des données 33
6.1	Les applications des méthodes robustes d'analyse des données 33
6.2	Analyse robuste: Algorithme A 35
6.3	Analyse robuste: Algorithme S 36
6.4	Formules: Analyse robuste pour un niveau particulier d'un plan à niveau uniforme 38
6.5	Exemple 4: Analyse robuste pour un niveau particulier d'un plan à niveau uniforme 39
6.6	Formules: Analyse robuste pour un niveau particulier d'un plan à niveau fractionné 42
6.7	Exemple 5: Analyse robuste pour un niveau particulier d'un plan à niveau fractionné 42
6.8	Formules: Analyse robuste pour un niveau particulier d'une expérience sur un matériau hétérogène 45
6.9	Exemple 6: Analyse robuste pour un niveau particulier d'une expérience sur un matériau hétérogène 46
Annexes	
A (normative)	Symboles et abréviations utilisés dans l'ISO 5725 50
B (informative)	Calcul des facteurs utilisés dans les algorithmes A et S 53
C (informative)	Calcul des équations utilisées dans l'analyse robuste 56
D (informative)	Bibliographie 57

© ISO 1998

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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comité 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 5725-5 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: Méthodes 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, 2ème édition 1986-09-05, 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 de reproductibilité).

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

Introduction

0.1 La présente partie de 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 valeur moyenne 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 ici. Il convient de lire la présente partie de l'ISO 5725 conjointement avec l'ISO 5725-1, puisque les définitions sous-jacentes et les principes généraux y sont donnés.

0.3 L'ISO 5725-2 concerne l'estimation, au moyen d'essais interlaboratoires, de mesures normalisées de la fidélité, à savoir les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. Elle donne une méthode de base pour le faire, en utilisant le plan à niveau uniforme. La présente partie de l'ISO 5725 décrit des méthodes alternatives à cette méthode de base.

- a) Avec la méthode de base, il y a un risque qu'un opérateur puisse laisser le résultat d'une mesure sur un échantillon influencer celui d'une mesure ultérieure sur un autre échantillon du même matériau, entraînant un biais sur les estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. Quand ce risque est considéré comme sérieux, le plan à niveau fractionné décrit dans la présente partie de l'ISO 5725 peut être préféré, car il réduit ce risque.
- b) La méthode de base requiert la préparation d'un certain nombre d'échantillons identiques du matériau, destinés à être utilisés dans l'expérience. Avec des matériaux hétérogènes, cela peut ne pas être possible, et l'utilisation de la méthode de base donne alors des estimations de l'écart-type de reproductibilité augmentées par la variation entre échantillons. Le plan pour un matériau hétérogène donné dans la présente partie de l'ISO 5725 fournit une information sur la variabilité entre échantillons qu'on ne peut obtenir par la méthode de base, et qui peut être utilisée pour calculer une estimation de la reproductibilité d'où est éliminée la variation entre échantillons.
- c) La méthode de base requiert d'utiliser des tests pour valeurs aberrantes afin d'identifier les données qui doivent être exclues des calculs des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. L'exclusion des valeurs aberrantes peut parfois avoir un effet important sur les estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité, mais dans la pratique, en appliquant les tests pour valeurs aberrantes, l'analyste des données peut avoir à exercer son jugement pour décider quelles données il doit exclure. La présente partie de l'ISO 5725 décrit des méthodes robustes d'analyse des données permettant de calculer les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité à partir de données contenant des valeurs aberrantes sans utiliser de tests pour valeurs aberrantes afin d'exclure des données, de sorte que les résultats ne sont plus affectés par le jugement de l'analyste des données.

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

Partie 5:

Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5725

- fournit une description détaillée d'alternatives à la méthode de base pour déterminer les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée, à savoir le plan à niveau fractionné et un plan pour les matériaux hétérogènes;
- décrit l'utilisation des méthodes robustes pour analyser les résultats d'expériences de fidélité sans recourir à des tests de valeurs aberrantes pour exclure des données des calculs, et en particulier, l'utilisation détaillée d'une de ces méthodes.

La présente partie de l'ISO 5725 complète l'ISO 5725-2 en fournissant des plans alternatifs qui peuvent être plus valables dans certaines situations que le plan de base donné dans l'ISO 5725-2, et en fournissant une méthode robuste d'analyse qui donne des estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité moins dépendants du jugement de l'analyste des données que celles qui sont données par les méthodes décrites dans l'ISO 5725-2.

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 3534-3:1985, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 3: Plans d'expérience.*

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

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des méthodes et résultats de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

3 Définitions

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

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

4 Plan à niveau fractionné

4.1 Applications du plan à niveau fractionné

4.1.1 Le plan à niveau uniforme décrit dans l'ISO 5725-2 exige que deux échantillons identiques d'un matériau, ou davantage, soient essayés par chaque laboratoire participant et à chaque niveau de l'expérience. Avec ce plan il y a un risque qu'un opérateur puisse laisser le résultat d'une mesure sur un échantillon influencer le résultat d'une mesure ultérieure sur un autre échantillon du même matériau. Si cela se produit, les résultats de l'expérience de fidélité seront faussés — les estimations de l'écart-type de répétabilité σ_r diminueront et celles de l'écart-type interlaboratoires σ_L augmenteront. Dans le plan à niveau fractionné, chaque laboratoire participant reçoit un échantillon de chacun de deux matériaux similaires à chaque niveau de l'expérience, et on dit aux opérateurs que les échantillons ne sont pas identiques, sans leur dire de combien ils diffèrent. Le plan à niveau fractionné fournit ainsi une méthode de détermination des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée d'une façon qui réduit le risque qu'un résultat d'essai obtenu sur un échantillon influence celui obtenu sur un autre échantillon dans l'expérience.

4.1.2 Les données obtenues à un niveau de l'expérience à niveau fractionné peuvent être utilisées pour établir un graphique dans lequel les données obtenues pour un matériau sont représentées en fonction des données pour l'autre matériau, similaire. Un exemple est donné à la figure 1. De tels graphiques peuvent aider à identifier ceux des laboratoires qui ont le plus grand biais par rapport aux autres laboratoires. Cela est utile quand il est possible de rechercher les causes des plus grands biais de laboratoire, dans le but de décider une action corrective.

4.1.3 Il est habituel que les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité d'une méthode d'essai dépendent du niveau du matériau. Par exemple, quand le résultat d'essai est la proportion d'un élément, obtenue par analyse chimique, les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité augmentent généralement quand augmente la proportion de l'élément. Il est nécessaire, pour une expérience à niveau fractionné, que les deux matériaux similaires utilisés à un niveau de l'expérience soient si semblables qu'on peut s'attendre à ce qu'ils donnent les mêmes écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. Pour les buts du plan à niveau fractionné, on accepte que les deux matériaux utilisés pour un niveau d'expérience donnent presque le même niveau de résultats de mesure, et rien ne peut être gagné en s'arrangeant pour qu'ils diffèrent de façon substantielle.

Dans de nombreuses méthodes d'analyse chimique, la matrice contenant le constituant considéré peut influencer la fidélité, de sorte que pour une expérience à niveau fractionné, il faut deux matériaux avec des matrices similaires à chaque niveau de l'expérience. On peut parfois préparer un matériau suffisamment similaire en allongeant un matériau par une petite adjonction du constituant considéré. Quand le matériau est un produit naturel ou manufacturé, il peut être difficile de trouver deux produits suffisamment similaires pour les buts d'une expérience à niveau fractionné: une solution possible peut être d'utiliser deux lots du même produit. Il faut se rappeler que l'objectif du choix des matériaux pour le plan à niveau fractionné est de donner aux opérateurs des échantillons qu'ils ne s'attendent pas à trouver identiques.

4.2 Disposition du plan à niveau fractionné

4.2.1 La disposition du plan à niveau fractionné est indiquée dans le tableau 1.

Les p laboratoires participants essaient chacun deux échantillons à q niveaux.

Les deux échantillons à un niveau donné sont notés a et b , où a représente un échantillon d'un matériau, et b représente un échantillon de l'autre matériau, similaire.

4.2.2 Les données d'une expérience à niveau fractionné sont représentées par:

$$y_{ijk}$$

où

l'indice i représente le laboratoire ($i = 1, 2, \dots, p$);

l'indice j représente le niveau ($j = 1, 2, \dots, q$);

l'indice k représente l'échantillon ($k = a$ ou b).

4.3 Organisation d'une expérience à niveau fractionné

4.3.1 Pour planifier une expérience à niveau fractionné, suivre les indications données à l'article 6 de l'ISO 5725-1:1994.

Le paragraphe 6.3 de l'ISO 5725-1:1994 contient un certain nombre de formules (impliquant une quantité notée généralement A) qui sont utilisées pour aider à décider combien de laboratoires inclure dans l'expérience. Les formules correspondantes pour le plan à niveau fractionné sont indiquées ci-dessous.

NOTE — Ces formules ont été établies par la méthode décrite dans la NOTE 24 de l'ISO 5725-1:1994.

Pour évaluer les incertitudes des estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité, calculer les quantités suivantes.

Pour la répétabilité

$$A_r = 1,96 \sqrt{1/[2(p-1)]} \quad (1)$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5725-5:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac2b372c-000a-4c02-8c2f-1e0e165b0d5e/iso-5725-5-1998)

Pour la reproductibilité <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac2b372c-000a-4c02-8c2f-1e0e165b0d5e/iso-5725-5-1998>

$$A_R = 1,96 \sqrt{\left\{ \left[1 + 2(\gamma^2 - 1) \right]^2 + 1 \right\} / \left[8\gamma^4(p-1) \right]} \quad (2)$$

avec $\gamma = \sigma_R / \sigma_r$.

Si le nombre n de répétitions est égal à 2 dans les équations (9) et (10) de l'ISO 5725-1:1994, on peut alors voir que les équations (9) et (10) de l'ISO 5725-1:1994 sont les mêmes que les équations (1) et (2) ci-dessus, sauf que parfois $p-1$ apparaît ici à la place de p dans l'ISO 5725-1:1994. Ce n'est qu'une petite différence, de sorte que le tableau 1 et les figures B.1 et B.2 de l'ISO 5725-1:1994 peuvent être utilisés pour évaluer l'incertitude des estimations des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité dans une expérience à niveau fractionné.

Pour évaluer l'incertitude de l'estimation du biais de la méthode de mesure dans une expérience à niveau fractionné, calculer la quantité A définie dans l'équation (13) de l'ISO 5725-1:1994 avec $n = 2$ (ou utiliser le tableau 2 de l'ISO 5725-1:1994) et utiliser cette quantité comme décrit dans l'ISO 5725-1.

Pour évaluer l'incertitude de l'estimation du biais d'un laboratoire dans une expérience à niveau fractionné, calculer la quantité A_w définie par l'équation (16) de l'ISO 5725-1:1994 avec $n = 2$. Comme le nombre de répétitions dans une expérience à niveau fractionnée est, en fait, ce nombre de 2, il n'est pas possible de réduire l'incertitude de l'estimation du biais de laboratoire en augmentant le nombre de répétitions. (S'il est nécessaire de réduire cette incertitude, il faut utiliser à la place le plan à niveau uniforme.)

4.3.2 Suivre les indications données aux articles 5 et 6 de l'ISO 5725-2:1994 en ce qui concerne les détails de l'organisation d'une expérience à niveau fractionné. Le nombre de répétitions, n dans l'ISO 5725-2:1994, peut être pris égal au nombre de niveaux fractionnés dans un plan à niveau fractionné, c'est-à-dire 2.

Les échantillons *a* doivent être affectés aux participants au hasard, et les échantillons *b* doivent également, dans une opération séparée, être affectés aux participants au hasard.

Il est nécessaire dans une expérience à niveau fractionné que l'expert statisticien soit capable de dire, quand on lui apporte les données, quel résultat a été obtenu sur un matériau *a* et de même pour un matériau *b* à chaque niveau de l'expérience. Étiqueter les échantillons pour que ce soit possible. Prendre soin de ne pas divulguer ces informations aux participants.

4.4 Modèle statistique

4.4.1 Le modèle de base utilisé dans la présente partie de l'ISO 5725 est donné par l'équation (1) de l'article 5 de l'ISO 5725-1:1994. Il y est précisé que pour estimer l'exactitude (justesse et fidélité) d'une méthode de mesure, il est utile de supposer que tout résultat de mesure est la somme de trois composants:

$$y_{ijk} = m_j + B_{ij} + e_{ijk} \quad (3)$$

où, pour le matériau particulier essayé,

m_j représente la moyenne générale (espérance mathématique) à un niveau donné $j = 1, \dots, q$;

B_{ij} représente la composante de laboratoire du biais sous des conditions de répétabilité dans un laboratoire donné $i = 1, \dots, p$ à un niveau donné $j = 1, \dots, q$;

e_{ijk} représente l'erreur aléatoire du résultat de l'essai $k = 1, \dots, n$, obtenu dans le laboratoire i au niveau j , sous des conditions de répétabilité.

4.4.2 Pour une expérience à niveau fractionné, ce modèle devient:

$$y_{ijk} = m_{jk} + B_{ij} + e_{ijk} \quad (4)$$

Cela diffère de l'équation (3) en 4.4.1 sur le seul point suivant: l'indice k dans m_{jk} implique que conformément à l'équation (4) la moyenne générale peut maintenant dépendre du matériau *a* ou *b* ($k = 1$ ou 2) à l'intérieur du niveau j .

L'absence d'indice k dans B_{ij} implique qu'on suppose que le biais associé à un laboratoire i ne dépend pas du matériau *a* ou *b* à l'intérieur d'un niveau. C'est pourquoi il est important que les deux matériaux soient similaires.

4.4.3 Définir les moyennes de cellules par:

$$y_{ij} = (y_{ija} + y_{ijb}) / 2 \quad (5)$$

et les différences de cellules par:

$$D_{ij} = y_{ija} - y_{ijb} \quad (6)$$

4.4.4 La moyenne générale pour un niveau j d'une expérience à niveau fractionné peut être définie par:

$$m_j = (m_{ja} + m_{jb}) / 2 \quad (7)$$

4.5 Analyse statistique des données d'une expérience à niveau fractionné

4.5.1 Arranger les données en un tableau comme présenté dans le tableau 1. Chaque combinaison d'un laboratoire et d'un niveau donne une « cellule » dans ce tableau, contenant deux unités de données, y_{ija} et y_{ijb} .

Calculer les différences de cellules D_{ij} et les introduire dans un tableau comme présenté dans le tableau 2. La méthode d'analyse exige que chaque différence soit calculée dans le même sens

$$a - b$$

et qu'on tienne compte du signe de la différence.

Calculer les moyennes de cellules y_{ij} et les introduire dans un tableau comme présenté dans le tableau 3.

4.5.2 Si une cellule du tableau 1 ne contient pas deux résultats d'essai (par exemple, parce qu'on a gaspillé des échantillons, ou que des données ont été écartées à la suite de tests de valeurs aberrantes décrits plus loin), les cellules correspondantes des tableaux 2 et 3 doivent rester vides.

4.5.3 Pour chaque niveau j de l'expérience, calculer la moyenne D_j et l'écart-type s_{Dj} des différences de la colonne j du tableau 2:

$$D_j = \sum D_{ij} / p \quad (8)$$

$$s_{Dj} = \sqrt{\sum (D_{ij} - D_j)^2 / (p - 1)} \quad (9)$$

Ici, Σ représente la sommation sur les laboratoires $i = 1, 2, \dots, p$.

S'il y a des cellules vides dans le tableau 2, p est alors le nombre de cellules de la colonne j du tableau 2 qui contiennent des données et la sommation est représentée avec des cellules non vides.

4.5.4 Pour chaque niveau j de l'expérience, calculer la moyenne y_j et l'écart-type s_{yj} des moyennes de la colonne j du tableau 3, avec:

$$y_j = \sum y_{ij} / p \quad (10)$$

$$s_{yj} = \sqrt{\sum (y_{ij} - y_j)^2 / (p - 1)} \quad (11)$$

Ici, Σ représente la sommation sur les laboratoires $i = 1, 2, \dots, p$.

S'il y a des cellules vides dans le tableau 3, p est alors le nombre de cellules de la colonne j du tableau 3 contenant des données et la sommation est représentée avec des cellules non vides.

4.5.5 Utiliser les tableaux 2 et 3 et les statistiques calculées en 4.5.3 et 4.5.4 pour examiner les données en ce qui concerne la cohérence et les valeurs aberrantes, comme décrit en 4.6. Si des données sont rejetées, recalculer les statistiques.

4.5.6 Calculer les écarts-types de répétabilité s_{rj} et de reproductibilité s_{Rj} par:

$$s_{rj} = s_{Dj} / \sqrt{2} \quad (12)$$

$$s_{Rj}^2 = s_{yj}^2 + s_{rj}^2 / 2 \quad (13)$$

4.5.7 Examiner si s_{rj} et s_{Rj} dépendent de la moyenne y_j , et si c'est le cas, déterminer les relations fonctionnelles en utilisant les méthodes données au paragraphe 7.5 de l'ISO 5725-2:1994.

Tableau 1 — Format recommandé pour la présentation des données pour le plan à niveau fractionné

Laboratoire	Niveau									
	1		2			<i>j</i>			<i>q</i>	
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>a</i>	<i>b</i>		<i>a</i>	<i>b</i>		<i>a</i>	<i>b</i>
1										
2										
<i>i</i>										
<i>p</i>										

Tableau 2 — Format recommandé pour la présentation des différences de cellules pour le plan à niveau fractionné

Laboratoire	Niveau									
	1		2			<i>j</i>			<i>q</i>	
1										
2										
<i>i</i>										
<i>p</i>										

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

ISO 5725-5:1998
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/ac2b372c-000a-4c02-8c2f-1e0e165b0d5c/iso-5725-5-1998>

Tableau 3 — Format recommandé pour la présentation des moyennes des cellules pour le plan à niveau fractionné

Laboratoire	Niveau									
	1		2			<i>j</i>			<i>q</i>	
1										
2										
<i>i</i>										
<i>p</i>										

4.6 Examen des données en ce qui concerne la cohérence et les valeurs aberrantes

4.6.1 Examiner les données pour la cohérence en utilisant les statistiques h décrites au paragraphe 7.3.1 de l'ISO 5725-2:1994.

Pour vérifier la cohérence des différences de cellules, calculer les statistiques h comme suit:

$$h_{ij} = (D_{ij} - D_j) / s_{Dj} \quad (14)$$

Pour vérifier la cohérence des moyennes de cellules, calculer les statistiques h comme suit:

$$h_{ij} = (y_{ij} - y_j) / s_{yj} \quad (15)$$

Pour révéler des laboratoires incohérents, établir un graphique des deux ensembles de ces statistiques en les plaçant dans l'ordre des niveaux, mais groupées par laboratoire, comme indiqué sur les figures 2 et 3. L'interprétation de ces graphiques est présentée en détail au paragraphe 7.3.1 de l'ISO 5725-2:1994. Si un laboratoire présente une répétabilité généralement moins bonne que les autres, cela se révélera en montrant un nombre inhabituellement grand de statistiques h dans le graphique concernant les différences de cellules. Si un laboratoire parvient à des résultats généralement biaisés, cela se révélera par des statistiques h principalement dans une direction sur le graphique concernant les moyennes de cellules. Dans les deux cas, le laboratoire doit être invité à faire des recherches et à présenter les résultats à l'organisateur de l'expérience.

4.6.2 Examiner les données pour les valeurs douteuses et aberrantes en utilisant le test de Grubbs, décrit au paragraphe 7.3.4 de l'ISO 5725-2:1994.

Pour tester les valeurs douteuses et aberrantes dans les différences de cellules, appliquer le test de Grubbs aux valeurs de chaque colonne du tableau 2 à tour de rôle.

Pour tester les valeurs douteuses et aberrantes dans les moyennes de cellules, appliquer le test de Grubbs aux valeurs de chaque colonne du tableau 3 à tour de rôle.

L'interprétation de ces tests est exposée en détail au paragraphe 7.3.2 de l'ISO 5725-2:1994. Ils sont utilisés pour identifier des résultats qui sont si incohérents avec le reste des données présentées dans l'expérience que leur inclusion dans le calcul des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité affecterait de façon substantielle les valeurs de ces statistiques. Habituellement, les données révélées aberrantes sont exclues des calculs, et les données révélées douteuses sont incluses, à moins qu'il n'y ait une bonne raison de procéder autrement. Si les tests montrent qu'une valeur dans l'un des tableaux 2 ou 3 doit être exclue du calcul des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité, alors la valeur correspondante dans l'autre tableau doit être aussi exclue des calculs.

4.7 Report des résultats d'une expérience à niveau fractionné

4.7.1 Au paragraphe 7.7 de l'ISO 5725-2:1994, des conseils sont donnés sur

- le report au panel des résultats de l'analyse statistique;
- les décisions à prendre par le panel; et
- la préparation d'un rapport complet.

4.7.2 Des recommandations sur la forme à donner à une publication des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée sont données au paragraphe 7.1 de l'ISO 5725-1:1994.

4.8 Exemple 1: Une expérience à niveau fractionné — Détermination de protéine

4.8.1 Le tableau 4 contient les données provenant d'une expérience [5] qui a impliqué la détermination de protéine dans des fourrages par combustion. Il y avait neuf laboratoires participants et l'expérience comportait 14 niveaux. Dans chaque niveau, deux fourrages étaient utilisés, ayant des niveaux similaires de protéine.

4.8.2 Les tableaux 5 et 6 montrent les moyennes et différences de cellules, calculées comme indiqué au paragraphe 4.5.1, uniquement pour le niveau 14 ($j = 14$) de l'expérience.

Utilisant les équations (8) et (9) en 4.5.3, les différences du tableau 5 donnent:

$$D_{14} = 8,34 \%$$

$$s_{D14} = 0,436 \text{ 1} \%$$

et en appliquant les équations (10) et (11) en 4.5.4 aux moyennes du tableau 6, on obtient:

$$y_{14} = 85,46 \%$$

$$s_{y14} = 0,453 \text{ 4} \%$$

de sorte que les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité sont, en utilisant les équations (12) et (13) en 4.5.6:

$$s_{r14} = 0,31 \%$$

$$s_{R14} = 0,50 \%$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le tableau 7 donne les résultats des calculs pour les autres niveaux.

ISO 5725-5:1998

4.8.3 La figure 1 montre les résultats pour les échantillons *a* provenant du tableau 4 en fonction des résultats correspondants pour les échantillons *b*, pour le niveau 14 dans un «graphique de Youden». Le laboratoire n° 5 donne un point en bas et à gauche du graphique, et le laboratoire n° 1 donne un point en haut et à droite: ceci indique que les données du laboratoire n° 5 ont un biais négatif notable sur les échantillons *a* et *b*, et que les données du laboratoire n° 1 ont un biais positif notable sur les deux échantillons. Il est courant de trouver cette sorte de configuration quand on représente les données provenant d'un plan à niveau fractionné, comme dans la figure 1. La figure indique également que les résultats du laboratoire n° 4 sont inhabituels puisque le point pour ce laboratoire est éloigné de la ligne centrale pour les deux échantillons. Les autres laboratoires forment un groupe au milieu du graphique. Cette figure fournit donc une raison pour rechercher les causes de biais des trois laboratoires.

NOTE — Pour de plus amples informations sur l'interprétation de «graphiques de Youden», voir les références [7] et [8].

4.8.4 Les valeurs des statistiques *h*, calculées comme décrit en 4.6.1, sont présentées dans les tableaux 5 et 6, pour le seul niveau 14. Les valeurs pour tous les niveaux sont représentées dans les figures 2 et 3.

Dans la figure 3, les statistiques *h* pour les moyennes de cellules montrent que le laboratoire 5 a donné des statistiques *h* négatives pour tous les niveaux, indiquant un biais négatif notable dans ses données. Dans la même figure, les laboratoires 8 et 9 ont donné des statistiques *h* presque toutes positives, indiquant des biais positifs notables dans leurs données (mais plus petits que le biais négatif du laboratoire 5). Également, les statistiques *h* pour les laboratoires 1, 2 et 6 indiquent un biais qui change avec le niveau pour chacun de ces laboratoires. De telles interactions entre les laboratoires et les niveaux peuvent fournir des indications quant aux causes des biais de laboratoires.

La figure 2 ne révèle aucune configuration digne d'être notée.

4.8.5 Les valeurs des statistiques de Grubbs sont données dans le tableau 8. Ces tests indiquent à nouveau que les données du laboratoire 5 sont suspectes.

4.8.6 À ce point de l'analyse, l'expert statisticien doit entreprendre une recherche au laboratoire 5 sur les causes possibles des données suspectes, avant de continuer l'analyse des données. Si la cause ne peut être identifiée, c'est ici un cas où il faut exclure toutes les données du laboratoire 5 des calculs des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. L'analyse doit alors continuer avec l'examen de possibles relations fonctionnelles entre les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité et la moyenne générale. Cela ne soulève pas de problèmes qui n'aient pas déjà été traités dans l'ISO 5725-2, aussi on n'en parlera pas ici.

Tableau 4 — Exemple 1: Détermination de la quantité de protéine dans les fourrages, exprimée en pourcentage

Laboratoire	Niveau									
	1		2		3		4		5	
	a	b	a	b	b	a	b	a	b	
1	11,11	10,34	10,91	9,81	13,74	13,48	13,79	13,00	15,89	15,26
2	11,12	9,94	11,38	10,31	14,00	13,12	13,44	13,06	15,69	15,10
3	11,26	10,46	10,95	10,51	13,38	12,70	13,54	13,18	15,83	15,73
4	11,07	10,41	11,66	9,95	13,01	13,16	13,58	12,88	15,08	15,63
5	10,69	10,31	10,98	10,13	13,24	13,33	13,32	12,59	15,02	14,90
6	11,73	11,01	12,31	10,92	14,01	13,66	14,04	13,64	16,43	15,94
7	11,13	10,36	11,38	10,44	12,94	12,44	13,63	13,06	15,75	15,56
8	11,21	10,51	11,32	10,84	13,09	13,76	13,85	13,49	15,98	15,89
9	11,80	11,21	11,35	9,88	13,85	14,46	13,96	13,77	16,51	15,72
Laboratoire	Niveau									
	6		7		8		9		10	
	a	b	a	b	a	b	a	b	b	
1	20,14	19,78	20,33	20,06	46,45	44,42	52,05	49,40	65,84	59,14
3	20,48	19,86	20,56	20,11	46,90	44,56	52,18	48,90	66,06	58,52
4	21,54	20,06	20,64	20,46	47,13	45,29	51,73	48,56	65,93	58,93
5	19,90	19,66	20,56	19,24	45,83	43,73	50,84	47,91	64,19	57,94
6	20,31	20,27	20,85	20,63	46,86	43,96	52,18	49,03	65,73	58,77
7	20,00	20,56	20,25	20,19	46,25	44,31	52,25	49,44	66,06	59,19
8	20,43	20,69	20,85	20,27	47,11	44,40	52,44	48,81	65,66	59,38
9	20,64	21,01	20,78	20,89	47,09	45,15	52,19	48,46	66,33	59,47
Laboratoire	Niveau									
	11		12		13		14			
	a	b	a	b	b	a	b			
1	84,16	80,86	85,38	81,71	87,64	88,23	90,24	82,10		
2	84,50	81,06	85,56	82,44	88,81	88,38	89,88	81,44		
3	82,26	79,43	85,26	82,15	88,58	88,12	89,48	81,67		
4	84,39	80,08	85,20	81,76	88,47	87,98	90,04	80,73		
5	81,71	79,01	83,58	79,74	86,43	86,19	88,59	80,46		
6	82,85	81,16	84,44	80,90	87,78	86,89	89,40	80,88		
7	86,25	81,00	84,88	81,44	88,06	88,00	89,31	81,38		
8	84,59	81,16	84,96	81,71	88,50	87,98	89,94	81,56		
9	83,05	80,93	84,73	81,94	88,24	88,05	89,75	81,35		

Tableau 5 — Exemple 1: Différences de cellules pour le niveau 14

Laboratoire	Différence de cellule %	Statistique h
1	8,14	- 0,459
2	8,44	0,229
3	7,81	- 1,215
4	9,31	2,224
5	8,13	- 0,482
6	8,52	0,413
7	7,93	- 0,940
8	8,38	0,092
9	8,40	0,138

Tableau 6 — Exemple 1: Moyennes de cellules pour le niveau 14

Laboratoire	Moyenne de cellules %	Statistique h
1	86,170	1,576
2	85,660	0,451
3	85,575	0,263
4	85,385	- 0,156
5	84,525	- 2,052
6	85,140	- 0,696
7	85,345	- 0,244
8	85,750	0,649
9	85,550	0,208

Tableau 7 — Exemple 1: Valeurs des moyennes, différences de moyennes et écarts-types calculés à partir des données pour les 14 niveaux du tableau 4

Niveau j	Nombre de laboratoires p	Moyenne générale \bar{y}_j %	Différence moyenne D_j %	Écarts-types			
				s_{y_j} %	D_j %	s_{r_j} %	s_{R_j} %
1	9	10,87	0,73	0,35	0,21	0,15	0,36
2	9	10,84	1,05	0,36	0,43	0,30	0,42
3	9	13,41	0,13	0,44	0,55	0,39	0,52
4	9	13,43	0,50	0,30	0,21	0,15	0,32
5	9	15,66	0,27	0,39	0,40	0,29	0,44
6	9	20,27	0,06	0,40	0,73	0,52	0,54
8	9	45,60	2,21	0,44	0,37	0,26	0,47
9	9	50,40	3,16	0,44	0,35	0,25	0,47
10	9	62,37	6,84	0,53	0,40	0,28	0,57
11	9	82,14	3,23	1,01	1,08	0,77	1,15
12	9	83,17	3,45	0,74	0,46	0,33	0,77
13	9	87,91	0,30	0,69	0,41	0,29	0,72
14	9	85,46	8,34	0,45	0,44	0,31	0,50

Tableau 8 — Exemple 1: Valeurs des statistiques de Grubbs

Statistiques de Grubbs pour les différences				
Niveau	La plus petite	Les deux plus petites	Les deux plus grandes	La plus grande
1	1,653	0,508 1	0,313 9	2,125
2	1,418	0,394 5	0,473 8	1,535
3	1,462	0,362 8	0,532 3	1,379
4	1,490	0,584 1	0,477 1	1,414
5	2,033	0,348 5	0,607 5	1,289
6	1,456	0,549 0	0,321 0	1,947
7	1,185	0,682 0	0,171 2	2,296* (5)
8	0,996	0,757 1	0,141 8* (6; 8)	1,876
9	1,458	0,500 2	0,309 2	1,602
10	1,474	0,336 0	0,457 8	1,737
11	1,422	0,508 9	0,294 3	1,865
12	1,418	0,600 9	0,289 9	1,956
13	2,172	0,232 5	0,632 6	1,444
14	1,215	0,622 0	0,236 2	2,224* (4)
Statistiques de Grubbs pour les moyennes de cellules				
Niveau	La plus petite	Les deux plus petites	Les deux plus grandes	La plus grande
1	1,070	0,660 7	0,129 1* (6; 9)	1,832
2	1,318	0,628 8	0,211 8	2,165
3	1,621	0,477 1	0,407 7	1,680
4	1,591	0,533 9	0,380 7	1,429
5	1,794	0,401 8	0,500 9	1,333
6	1,291	0,494 7	0,409 5	1,386
7	1,599	0,503 6	0,439 1	1,470
8	1,872	0,375 3	0,453 6	1,404
9	2,328* (5)	0,131 7* (4; 5)	0,741 7	1,025
10	2,456** (5)	—	—	1,000
11	1,756	0,246 9	0,575 9	1,472
12	2,037	0,106 3* (5; 6)	0,711 6	1,130
13	2,308* (5)	0,073 3** (5; 6)	0,777 7	0,994

NOTE — Les nombres entre parenthèses indiquent les laboratoires qui ont des valeurs douteuses ou aberrantes.

Les valeurs critiques des statistiques du test de Grubbs pour 9 laboratoires, appliquées aux différences ou aux moyennes de cellules, sont comme suit.

	Valeur douteuse (*)	Valeur aberrante (**)
Test de Grubbs pour une seule valeur aberrante	2,215	2,387
Test de Grubbs pour une paire de valeurs aberrantes	0,149 2	0,085 1