RAPPORT TECHNIQUE 9272

Publié 1986-10-01

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

Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées

Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards

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 créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La tâche principale des comités techniques de l'ISO est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbc17ff-9f26-499b-bae3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

— type 1: lorsque, en dépit de maints efforts au sein d'un comité technique, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;

— type 2: lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique et requiert une plus grande expérience;

— type 3: lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

La publication des rapports techniques dépend directement de l'acceptation du Conseil de l'ISO. Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 9272 a été préparé par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Les raisons justifiant la décision de publier le présent document sous forme de Rapport technique du type 3 sont exposées dans l'introduction.

CDU 678.4.06 : 006.86 : 620.1.08 **Réf. nº : ISO/TR 9272-1986 (F)**

Descripteurs : caoutchouc, produit en caoutchouc, essai, fidélité, exactitude.

© **Organisation internationale de normalisation, 1986** •

Imprimé en Suisse

Price based on 30 pages

Sommaire

Page

0 Introduction ... 2

1 Objet ... 3

2 Domaine d'application ... 3

3 Références ... 3

4 Principes généraux ... 3

4.1 Remarques préliminaires ... 3
4.2 Schéma de la distribution aux laboratoires ... 5
4.3 Conditions de répétabilité ... 6
4.4 Définitions ... 6
4.5 Commentaires sur l'annexe A ... 10

5 Organisation d'un programme interlaboratoire pour la détermination de la fidélité ... 11

5.1 Groupe de Travail ou Commission ... 11
5.2 Type de fidélité ... 11
5.3 Laboratoires et matériaux ... 11
5.4 Organisation pratique des essais ... 12
5.5 Instructions aux opérateurs ... 12
5.6 Rapport sur les résultats d'essai ... 13

6 Analyse des résultats d'essai d'un programme interlaboratoire ... 13

7 Format de la clause de fidélité des normes ... 14

7.1 Généralités ... 14
7.2 Introduction à la clause de fidélité ... 14
7.3 Tableau des paramètres de fidélité ... 14
7.4 Instructions ou recommandations sur l'utilisation et l'interprétation des paramètres statistiques r et R ... 15

Annexes

A Diagrammes, explications de la répétabilité/reproductibilité ... 17

B Exemple de calcul de la fidélité — Essai de viscosité Mooney ... 22

C Formules de calcul pour r et R ... 42

D Définitions de termes d'échantillonnage ... 43

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbe178f-0f26-480b-bee3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

0 INTRODUCTION

Le document ci-après fournit des recommandations concernant (1) la conduite de programmes d'essais interlaboratoires pour le TC 45 (2) la mise au point d'un système particulier de nomenclature pour appliquer les méthodes statistiques à la technologie du caoutchouc et en insistant sur des méthodes de mesure physique en plusieurs étapes et (3) le format adopté pour exprimer les résultats de l'essai de fidélité conforme au clauses de fidélité des méthodes d'essai normalisées. Il est en outre présenté un exemple concret et chiffré des mesures de viscosité du caoutchouc selon l'essai Mooney.

Le présent document est publié sous la forme d'un rapport technique de l'ISO afin qu'il soit plus facilement disponible à tous ceux désirant acquérir des notions de base sur l'utilisation des résultats de fidélité portant sur les méthodes d'essai normalisées du TC 45.

L'utilisation de méthodes d'essai normalisées,dans le domaine scientifique et technique,exige qu'on apporte une attention particulière à l'évaluation de leur fidélité et,si besoin,de leur justesse.Avant de procéder à cette évaluation,il faut d'abord définir clairement les objectifs et les utilisations prévues de ces méthodes. A cet effet,il est essentiel de mettre au point un système normalisé de nomenclature. Le présent document tient compte de ces nécessités et d'autres considérations permettant de juger de la fidélité des méthodes d'essai normalisées mises en oeuvre par le TC 45.

1 OBJET

La pratique ci-après fournit des recommandations pour déterminer,de façon claire et significative,la fidélité des méthodes d'essai normalisées de l'ISO/TC 45. Ces recommandations s'appuient notamment sur le contenu de la norme ISO 5725-81; elles donnent les définitions qui sont particulières aux essais relatifs à la technologie du caoutchouc; elles expliquent comment utiliser les méthodes d'essai normalisées et indiquent les conditions que doivent observer les programmes d'essais interlaboratoires pour apprécier la fidélité des méthodes mises en oeuvre. Elles présentent également le format selon lequel peut être exprimé cette fidélité.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme est destinée à permettre d'évaluer la fidélité des méthodes d'essai et se limite aux méthodes d'essai normalisées :

ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbe17ff-9f26-400b-bae3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

- dont les résultats d'essai sont exprimés en termes de variable quantitative continue et
- dont les conditions d'exécution sont parfaitement définies et d'un usage courant dans un certain nombre de laboratoires.

3 REFERENCES

ISO 5725-81 - Fidélité des méthodes d'essai.Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.

Recueil des normes ISO, n° 3 - Méthodes statistiques (1981) - Ce recueil contient les normes ISO suivantes : 2602, 2854, 2859, 3207, 3301, 3494, 3534, 3951 et 5725.

4 PRINCIPES GENERAUX

4.1 Remarques préliminaires

4.1.1 Le présent document s'applique à un large éventail de méthodes d'essai normalisées et aux utilisations de ces méthodes. Comme tel,il peut sembler d'une forme trop complexe aux yeux d'un technicien particulier n'utilisant qu'une portion restreinte de leur gamme d'applications L'expérimentateur n'ayant qu'un seul domaine d'intérêt pourra faire usage des seuls parties du présent document pouvant lui être utiles,en négligeant les points qui n'entrent pas dans le cadre de ses préoccupations.

4.1.2 La pratique décrite ne se substitue pas à celle exposée dans la norme ISO 5725 mais est destinée à la suppléer dans le domaine de la technologie du caoutchouc afin de guider les spécialistes s'occupant des problèmes liés aux essais portant sur le caoutchouc.Comme l'ISO 5725 ne soulève pas la question de la justesse ou du biais,cette norme TC 45 n'y fait pas non plus allusion. Toutefois,à titre d'éclaircissement, un paragraphe de l'article 4.4 est consacré à la signification de la justesse ou du biais par rapport à la fidélité. Il est également examiné l'organisation d'un programme interlaboratoires en vue de déterminer la fidélité,ceci étant principalement une version résumée du chapitre deux de l'ISO 5725.

4.1.3 Bien que les définitions de la répétabilité et de la reproductibilité soient données dans l'ISO 5725 et dans l'article 4.4 du présent document,il vaut la peine de s'y attarder.

La répétabilité se réfère à l'aptitude d'un même laboratoire à obtenir des résultats (valeurs) similaires (d'essai) dans certaines conditions spécifiées. La reproductibilité concerne l'aptitude de différents laboratoires à obtenir des résultats (valeurs) similaires (d'essai) dans certaines conditions spécifiées. Si les résultats d'essai correspondent étroitement,il existe une bonne répétabilité et il existe une bonne reproductibilité.

4.1.4 La fidélité d'une méthode d'essai ne caractérise pas nécessairement,pour l'essai la précision avec laquelle il pourra mesurer une propriété fondamentale qu'il est sensé définir. La fidélité peut être bonne justement parce que la méthode d'essai est peu sensible à une propriété fondamentale. Le concept appelé "sensibilité de l'essai" a été défini dans la littérature statistique comme le rapport de: la réponse des mesures d'essai aux variations finies de la propriété fondamentale en cause, à la précision des mesures. La présente norme ne traite pas de ce sujet.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1.5 La répétabilité et la reproductibilité doivent toutes deux être déterminées dans des conditions concrètes ou typiques règnant dans un laboratoire. Si des précautions extraordinaires sont prises ou si des matériaux extrêmement homogènes sont utilisés,ou les deux à la fois,la fidélité en découlant aura un caractère trop optimiste. En second lieu,telle qu'elle est déterminée ordinairement,la répétabilité est toutefois fonction de la variabilité inhérente aux appareils d'essai comme à celle des matériaux.La somme de ces deux éléments,telle qu'elle est définie clairement et complètement, donne l'indice de la répétabilité tel qu'il est habituellement évalué.

4.1.6 Le modèle statistique pour le calcul de la répétabilité et de la reproductibilité est donné à l'article 5 du chapitre 1,ainsi qu'au chapitre 3 de l'ISO 5725.

4.1.7 L'Annexe C fournit,sous une forme résumée,les formules permettant de calculer la répétabilité et la reproductibilité.

4.1.8 Bien que n'étant pas absolument nécessaire à l'utilisation du présent document,un choix de termes d'échantillonnage,provisoirement adoptés par le Groupe de Travail 15,est présenté à l'Annexe D pour faciliter la tâche de ceux qui s'occupent d'essais entre différents laboratoires ou à l'intérieur d'un même laboratoire.

4.2 <u>Schéma de la distribution aux laboratoires</u> (éprouvettes,matériaux)

4.2.1 L'un des concepts clés,devant être bien assimilé par tous ceux qui s'intéressent à la technologie du caoutchouc et à la fidélité des méthodes d'essai, tient à "ce qu'on doit distribuer" aux laboratoires participant à l'étude. Cette distribution peut comporter :

I) <u>Des éprouvettes (ou échantillons d'essai) déjà préparées</u> et ne requérant aucun autre traitement ou mise en oeuvre (façonnage,finition, mesures) avant d'insérer ces pièces sur ou dans une machine d'essai ou un appareil. (Exemples : matriçage,mise en forme, découpage pour des essais contrainte/déformation).

II) <u>Matériaux semi-préparés</u>,échantillons ou ébauches nécessitant un minimum de transformation avant d'être soumis à l'action de la machine d'essai (exemple : feuilles de caoutchouc vulcanisé dans lesquelles ont devra découper des pièces en forme d'haltères ou d'anneaux, vérifiées ensuite par calibrage et avant essai final de contrainte/déformation).

III) <u>Quantités spécifiées de matières premières</u> d'où l'on tirera des éprouvettes par des procédés standards. (Exemple : caoutchouc, produits de vulcanisation,noir de carbone,huiles et antioxydants devant être mélangés,processus d'obtention du produit fini, feuilles vulcanisées prélevées puis éprouvettes - haltères, anneaux,autres pièces de forme - et calibrage avant essai contrainte/déformation).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbe17ff-9f26-499b-bee3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

4.2.2 Le but principal du programme d'essais interlaboratoires déterminera la nature de la distribution selon les exemples I, II ou III. Si on veut observer comment se comportent des appareils ou machines d'essai à l'égard des pièces distribuées dans différents laboratoires, on choisira de préférence le modèle I ou éventuellement le modèle II.

Si on veut examiner la séquence opérationnelle totale d'un essai, incluant le mélange,le traitement,la vulcanisation,la confection des éprouvettes et le calibrage,on choisira le modèle III. La distribution de matières premières,selon III,sera nécessaire pour des programmes

d'essais interlaboratoires de fidélité où les essais de réception faits par le producteur et par l'utilisateur jouent un rôle de première importance. On peut citer,à titre d'exemple,l'essai producteur/utilisateur du noir de carbone ou du caoutchouc synthétique.

Dans chaque cas,à savoir les modèles de distribution I, II ou III,il est indspensable que les pièces ou les matériaux proviennent d'une source uniforme ou d'un même lot,ayant un bonne uniformité et une bonne homogénéité nominales.

4.2.3 L'ampleur de la préparation ou du traitement à l'intérieur du laboratoire,après réception des pièces ou des matériaux,devient croissante en passant de I à II puis à III. La chimie analytique et d'autres essais physiques simples ne requièrent ordinairement pas ou peu de préparation au sein du laboratoire,lors de la réception des échantillons de modèle I , qui peut les utiliser directement. En revanche,les essais sur les performances d'un processus d'élaboration complet exigent une distribution de type III. Le critère de performance implique d'atteindre un certain niveau minimal pour certaines propriétés essentielles - résistance à la traction ou module d'élasticité pour des composés tels que le noir de carbone ou le caoutchouc synthétique.

4.2.4 Quand on considère une matière première du commerce,le type de méthode d'essai donnera souvent l'indication de la nature de la distribution à effectuer entre les laboratoires. A cet égard,le caoutchouc styrène-butadiène (SBR) est un exemple typique. La qualité du SBR peut être évaluée par (a) certains essais analytiques tels que la teneur en acide gras; (b) certains essais physiques simples tels que celui de la viscosité Mooney ou (c) certains essais mécaniques (résistance à la traction). Ici,les catégories (a), (b) et (c) correspondent respectivement à un type de distribution I, II ou III.

4.3 Conditions de répétabilité (très court,court et long terme)

4.3.1 A l'article 4.2,on a surtout examiné la fidélité entre laboratoires. Nous examinerons,dans le présent article,la fidélité (répétabilité) au sein du laboratoire.Il existe au moins trois points de vue qui peuvent ou ont été exprimés au sujet de la répétabilité.

Point de vue 1 : La période de temps la plus faible possible ou "très courte" sert à estimer la variation. Les mêmes matériaux,appareils et opérateur interviennent et des déterminations répétées sont effectuées au cours d'une période mesurée en minutes ou,au plus,mesurée en heures.

Point de vue 2 : Une période courte de temps est employée pour des opérations répétées produisant des résultats d'essai. Le même matériau et le même opérateur (ou groupe d'opérateurs) interviennent mais la période de temps pour des opérations répétées se mesure le plus fréquemment en jours.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Point de vue 3 : Une période de temps "à long terme" concerne des opérations répétées produisant des résultats d'essai au sein d'un même laboratoire mais qui peuvent être faites au cours de plusieurs semaines ou plusieurs mois.A cet égard,s'il est possible d'utiliser le même matériau,différents opérateurs se chargent des essais et,en raison de la longueur de la période,d'autres changements,tels qu'un réétalonnage des appareils d'essai,peuvent intervenir.Ces changements de conditions entraînent une variabilité accrue.

4.3.2 La période de temps,mentionnée ci-dessus,doit être spécifiée lorsqu'on examine chaque méthode d'essai normalisée particulière.

4.4 Définitions

4.4.1 Justesse,biais,fidélité. Avant de passer à des définitions plus spécifiques,décrivons d'abord trois définitions plus générales. Bien que la présente norme ne traite pas de la justesse ou du biais, concepts étroitement associés, il convient d'en présenter les définitions pour montrer la différence existant entre ces deux caractéristiques et la fidélité.

4.4.1.1 Justesse : Concept décrivant le degré de correspondance entre une valeur moyenne mesurée et une valeur de référence admise,ou une valeur standard,en ce qui concerne le matériau ou le phénomène faisant l'objet de l'essai.

NOTE 1 : La valeur standard ou de référence peut être fournie par la théorie,par référence à un étalon accepté ou à une autre méthode d'essai ou encore,dans certains cas,par une moyenne obtenue en appliquant la méthode d'essai à toutes les unités d'échantillonnage prélevées dans un lot ou dans une quantité définie de matériau.

NOTE 2 : Plus grande est la justesse et meilleur est le degré de correspondance.

4.4.1.2 Biais : Différence entre le résultat d'essai moyen mesuré et la valeur de référence admise.

NOTE : Une grande justesse implique un biais extrêmement faible ou même négligeable; quand il existe un biais,des essais plus nombreux n'augmentent pas la justesse mais améliorent plutôt la connaissance du degré de biais.

4.4.1.3 Fidélité : Essai ou mesure démontrant la possibilité d'obtenir des résultats (données) en parfaite concordance entre eux,en valeur absolue.

NOTE 1 : Le degré de concordance est ordinairement mesuré en fonction inverse de l'écart-type; une haute fidélité correspond à un très faible (petit) écart-type.

NOTE 2 : Une haute fidélité peut exister simultanément à un biais important ou à un faible degré de justesse.

4.4.2 Les définitions spécifiques suivantes sont données pour les termes qui sont nécessaires en vue d'adapter les méthodes d'essai normalisées aux besoins du TC 45.

Les définitions concernant la répétabilité et la reproductibilité sont essentiellement les mêmes que celles figurant dans l'ISO 5725. Toutefois,l'énoncé en a été modifié pour faciliter la compréhension. Les définitions proposées sont plus courtes et une ou plusieurs notes ont été ajoutées pour que soient plus claires les significations et différences entre des types variés de répétabilité et de reproductibilité. Les trois échelles de temps mentionnées en 4.3.1 ont été réduites à deux,en ce qui concerne la répétabilité et la reproductibilité, dans des buts de simplification.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbc17ff-9f26-499b-bae3-

Deux définitions préliminaires,spécifiant les "nombres" produits par les méthodes d'essai,sont requises. Nous les faisons figurer en premier.

4.4.2.1 Détermination : Application de la procédure complète d'essai à une éprouvette ou à un échantillon pour obtenir une valeur numérique (d'essai) mesurée afin d'être utilisée pour aboutir à une moyenne ou une médiane.

4.4.2.2 Résultat d'essai : Moyenne ou médiane d'un nombre spécifié de déterminations; c'est la valeur annoncée pour un essai.

4.4.2.3 Répétabilité, r : Valeur établie en dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai,au sein d'un laboratoire,est supposée demeurer avec une probabilité spécifiée.

NOTE 1 : Les deux résultats d'essai sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essai nominalement identiques et dans les mêmes conditions (mêmes opérateur,appareil,laboratoire et période de temps spécifiée)en l'absence d'autres indications,la probabilité est de 95 %.

NOTE 2 : La "valeur établie" est aussi appelée "différence critique".

4.4.2.4 Reproductibilité, R : Valeur établie en dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai,entre laboratoires,est supposée demeurer,avec un probabilité spécifiée.

NOTE 1 : Les deux résultats d'essai sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essai nominalement identiques mais dans des conditions différentes (laboratoires,opérateurs,appareils et

périodes de temps spécifiées différents); en l'absence d'autres indications,la probabilité est de 95 %.

NOTE 2 : La caractéristique essentielle de la reproductibilité est que les essais sont conduits dans des laboratoires différents.

4.4.2.6 Répétabilité à court terme, r_{ST} : Une estimation de la répétabilité obtenue en une brève ou courte période de temps.

NOTE : La période de temps peut se compter en minutes,en heures ou en jours et doit être spécifiée pour chaque méthode d'essai normalisée.

4.4.2.6 Répétabilité à long terme, r_{LT} : une estimation de la répétabilité obtenue sur une longue période de temps.

NOTE 1 : La période de temps peut se compter en jours,en semaines ou en mois et doit être spécifiée pour chaque méthode d'essai normalisée.

NOTE 2 : Les événements qui ont une influence sur la répétabilité à long terme sont l'intervention de différents opérateurs,les facteurs d'environnement (à savoir les variations saisonnières de température d'humidité,etc.) et le réétalonnage et/ou le réglage de l'équipement.

4.4.2.7 Reproductibilité à court terme, R_{ST} : Estimation de la reproductibilité obtenue sur une courte période de temps.

NOTE 1 : la période de temps peut se compter en minutes,en heures ou en jours et doit être spécifiée pour chaque méthode d'essai normalisée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.4.2.8 Reproductibilité à long terme, R_{LT} : Estimation de la reproductibilité obtenue sur une longue période de temps.

ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61bc17ff-9f26-499b-bae3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

NOTE 1 : La période de temps peut se compter en semaines ou en mois et doit être spécifiée pour chaque méthode d'essai normalisée.

NOTE 2 : Les événements qui peuvent avoir une influence sur la reproductibilité à long terme sont l'intervention de différents opérateurs,les facteurs d'environnement (à savoir variations saisonnières de température,d'humidité,etc.) et le réétalonnage ou le réglage de l'équipement.

Si des déterminations supplémentaires sont effectuées,les données originales (invalidées) doivent être rejetées et seules les nouvelles déterminations doivent être utilisées comme base de décision.

4.4.2.9 Répétabilité de type 1 : Estimation d'une répétabilité de type 1,r, obtenue au cours d'un programme interlaboratoires où les matériaux distribués à tous les laboratoires sont déjà préparés et prêts à l'essai (avec éventuellement une finition minime à opérer),c'est à dire un matériau ou des matériaux de Classe I ou II.

4.4.2.10 Reproductibilité de type 1 : Estimation d'une reproductibilité de type 1,R, obtenue au cours d'un programme interlaboratoires où les matériaux distribués à tous les laboratoires sont déjà préparés et prêts à l'essai (avec éventuellement une finition minime à opérer),c'est à dire un matériau ou des matériaux de Classe I ou II.

4.4.2.11 Répétabilité de type 2 : Estimation de la répétabilité de type 2,r, obtenue au cours d'un programme interlaboratoires,où quelques-uns ou tous les matériaux distribués nécessitent une opération spécifiée ou une série d'opérations pour disposer d'échantillons ou d'éprouvettes à l'état achevé avant d'appliquer la méthode d'essai aux matériaux ou aux articles devant subir l'essai afin d'en dégager un résultat (valeur) d'essai,à savoir un ou des matériaux de Classe III.

4.4.2.12 Reproductibilité de type 2 : Estimation d'une reproductibilité de type 2, R, obtenue au cours d'un programme interlaboratoires où quelques-uns ou tous les matériaux distribués à tous les laboratoires nécessitent une opération spécifiée ou une série d'opérations pour disposer d'échantillons ou d'éprouvettes à l'état achevé avant d'appliquer la méthode d'essai aux matériaux ou aux articles devant subir l'essai afin d'en dégager une résultat (valeur) d'essai, à savoir un ou des matériaux de Classe III.

4.4.2.13 Répétabilité et reproductibilité relatives : Il est souvent opportun d'exprimer la répétabilité et la reproductibilité sous forme relative - en pourcentage d'une certaine valeur moyenne. Ceci équivaut à un coefficient de variation. Une telle forme est d'un grand intérêt quand r et R varient avec le niveau moyen de la propriété mesurée. Les valeurs relatives de r et R peuvent être exprimées sans ambiguité comme un pourcentage (%) de valeurs réellement mesurées et selon les unités utilisées pour les résultats d'essai, par exemple :

$$r = 0{,}60 \text{ mPa} \qquad r = 1{,}8\ \%$$

Il y a toutefois des exceptions à ce principe d'écriture car de nombreuses caractéristiques techniques sont exprimées en pourcentage, telle que % Cu, % de limote d'élasticité ou % d'allongement. Pour éviter toute confusion, les symboles suivants sont définis en faisant usage de parenthèses :

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.4.2.14 (r_{ST}) ou (r_{LT}) : estimation de la répétabilité en pourcentage de la valeur moyenne de la caractéristique ayant servi à l'estimation.

ISO/TR 9272:1986

4.4.2.15 (R_{ST}) ou (R_{LT}) : estimation de la reproductibilité en pourcentage de la valeur moyenne de la caractéristique ayant servi à l'estimation.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/
/iso-tr-9272-1986

4.4.2.16 Différence d'acceptation (double détermination), AD_2 : Valeur établie en dessous de laquelle la différence entre deux déterminations, à l'intérieur d'un même laboratoire, est supposée demeurer, avec une probabilité spécifiée.

NOTE 1 : Les deux déterminations d'essai sont obtenues au "même" moment (conjointement) avec un matériau d'essai, des opérateurs et des appareils identiques; en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %.

NOTE 2 : Si la différence calculée est inférieure à la différence d'acceptation, les deux valeurs sont admises pour établir une moyenne et cette moyenne est mentionnée comme résultat d'essai; si la différence calculée dépasse la différence d'acceptation, des déterminations supplémentaires sont exécutées pour arriver à une donnée acceptable.

Si des déterminations sont faites, les données d'origine (invalidées) doivent être écartées et seules les nouvelles déterminations doivent être considérées comme critère de décision.

4.4.2.17 Différence d'acceptation (x déterminations), AD_x : Valeur établie en dessous de laquelle l'étendue maximale de l'échelle (intervalle valeur maximale/valeur minimale) d'un nombre spécifié de déterminations (au sein d'un laboratoire donné) est supposée demeurer, avec une probabilité spécifiée.

NOTE 1 : Le nombre spécifié de déterminations est obtenu au même moment (conjointement) avec un matériau d'essai, des opérateurs et

des appareils identiques et,en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %.

NOTE 2 : Si l'étendue de l'échelle calculée reste dans le domaine critique et est inférieure à la différence d'acceptation,toutes les déterminations sont acceptées pour en déduire une moyenne ou pour sélectionner une valeur médiane et cette moyenne ou cette médiane est mentionnée comme résultat d'essai. Si l'étendue maximale de l'échelle est supérieure à l'intervalle d'acceptation,d'autres déterminations doivent être faites pour arriver à des données acceptables.

Si des déterminations supplémentaires sont effectuées,les données d'origine (invalidées) doivent être écartées et seules les nouvelles déterminations doivent être considérées comme critère de décision.

4.5 Commentaires sur l'Annexe A

L'Annexe A est présentée afin de tenter de rendre plus clairs les concepts exposés aux articles 4.2 et 4.3 et les définitions données à l'article 4.4. Elle indique,sous forme de diagrammes,les différentes façons dont peuvent être estimées la répétabilité et la reproductibilité. La voie adoptée peut être dictée par les objectifs ou l'utilisation de la méthode normalisée en cause ou,dans certaines circonstances, le choix peut être laissé à la discrétion d'un Groupe de Travail,d'une Commission ou d'un sous-Comité.Les diagrammes sont destinés à formuler les concepts d'une manière accessible aux technologues non statisticiens.et à faciliter l'organisation de programmes interlaboratoires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fac17ff-9f26-499b-bae3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

Une caractéristique supplémentaire importante,non incluse dans l'ISO 5725,est le concept de la "différence d'acceptation" pour des ensembles individuels de déterminations. On peut les appeler "limites de vérification". De telles valeurs de différence acceptable peuvent avoir des applications utiles lors d'opérations d'analyse ou autres opérations répétitives rapides telles que les essais d'éprouvettes individuelles de traction (haltères ou anneaux). Elles permettent d'exclure les valeurs suspectes ou aberrantes lors des déterminations.

La différence acceptable de répétabilité sera calculée,en ce qui concerne les déterminations,comme on calcule la répétabilité générale à partir de résultats d'essai. A cet effet,un groupe supplémentaire de calculs peut être effectué sur les déterminations individuelles afin d'obtenir des estimations de AD_2 ou de AD_x. Se référer à l'Annexe A.

Pour une méthode d'essai normalisée donnée,un Groupe de Travail ou un sous-Comité choisira normalement un type de répétabilité et de reproductibilité,à court terme ou à long terme. La structure de l'Annexe A permet de l'appliquer à un gamme étendue de normes possibles et d'utilisations de ces normes,mais seules de petites portions de cette structure peuvent s'appliquer à une norme bien spécifique.

5 ORGANISATION D'UN PROGRAMME INTERLABORATOIRE POUR LA DETERMINATION DE LA FIDELITE

5.1 Groupe de Travail ou Commission. Un groupe de travail ou une commission d'experts doit être mis sur pied pour conduire le programme.Il doit être constitué d'un président,d'un expert statisticien et de membres bien familiarisés avec la norme en cause. Le président de la commission doit s'assurer que toutes les instructions relatives au programme sont communiquées de façon claire à tous les laboratoires faisant partie du programme. On doit choisir,dans chaque laboratoire, un superviseur responsable.

5.2 Type de fidélité. La Commission doit prendre les décisions initiales suivantes :

a) Type de fidélité à mettre en évidence; Type 1 ou Type 2.

b) Période de temps de l'estimation de la répétabilité et de la reproductibilité : courte (minutes,heures,jours) ou longue (semaines, mois). Définir la période de temps.

c) Des intervalles d'acceptation sont-ils désirés ou exigés.

Ces décisions laissent place ensuite à des décisions importantes mais secondaires,découlant naturellement de la structure du programme.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.3 Laboratoires et matériaux. On doit déterminer le nombre de laboratoires participants. On sélectionnera également le nombre de matériaux,chacun d'eux portant sur un niveau différent de la propriété à mesurer.

Le nombre de laboratoires disponibles est rarement important et si la méthode d'essai est complexe ou que son application est coûteuse, le problème se complique d'autant. Il faut donc rechercher et obtenir la coopération d'un nombre suffisant de laboratoires qualifiés,capables de dégager des estimations bien significatives de fidélité,plutôt que de faire un simple choix dans un groupe de laboratoires possibles.

Il est recommandé la participation d'au moins dix laboratoires.Des considérations pratiques nécessitent habituellement que moins de dix laboratoires soient chargés de l'étude. Toutefois,un programme interlaboratoire ayant moins de six participants peut conduire à une estimation non fiable de la reproductibilité de la méthode d'essai.

Le nombre et le type de matériaux,devant être inclus dans l'étude, dépendront:(1) de la plage dans laquelle peuvent s'inscrire les valeurs de la propriété mesurée et comment se situe la fidélité dans cette plage; (2) des différents types de matériaux auxquels s'applique la méthode; (3) de la difficulté (coût)d'exécution des essais; (4) de l'aspect commercial ou légal découlant de la fiabilité de l'estimation de la fidélité.

Une étude interlaboratoire doit porter sur au moins trois matériaux et, pour arriver à une notion de fidélité pouvant s'appliquer largement, il faut cinq matériaux ou plus. Le terme "matériau" est utilisé dans sons sens générique le plus large.Les "matériaux" peuvent être des matières premières ou des substances naturelles,de produits manufacturés,etc. Pour chaque niveau de "matériau",une quantité appropriée (échantillon) de matériau homogène doit être disponible pour répartition et distribution faites au hasard aux laboratoires participants. La fourniture de l'échantillon de matériau doit inclure 50 % en plus des besoins,

afin d'avoir une réserve pour procéder,si nécessaire,à des essais supplémentaires dans un ou plusieurs laboratoires.Quand le ou les matériaux manquent d'homogénéité,il est important de préparer des échantillons selon ce qui est prescrit par la méthode d'essai,de préférence en commençant par un lot du matériau disponible dans le commerce, pour chaque niveau. Certaines modifications peuvent être nécessaires pour être sûr que la quantité de matériau disponible suffit à l'expérimentation et au stock tenu en réserve.

Pour chaque niveau,un nombre p de récipients séparés,correspondant au nombre de laboratoires,doit être utilisé s'il y a un risque de détérioration du matériau une fois que le récipient a été ouvert. Dans le cas d'un matériau instable,on devra fournir des instructions de stockage et de traitement.

5.4 Organisation pratique des essais. Le plan d'essais interlaboratoire doit se présenter comme indiqué à la Figure 1,sous forme d'un tableau énumérant les laboratoires,les matériaux et les répétitions.
Pour q niveaux et n répétitions,chaque laboratoire participant,dans le nombre total de p laboratoires,doit exécuter qn essais. Une décision doit être prise (pour chaque méthode d'essai) pour définir si des "répétitions" au sens de l'ISO 5725,doivent être des "déterminations" ou des "résultats d'essai" comme l'admet le présent document. L'exécution des essais et les instructions données aux opérateurs doivent être conformes aux modalités suivantes d'organisation :

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...
...-iso-tr-9272-1986

a) Tous les qn essais doivent être effectués par le même opérateur ou groupe d'opérateurs et en utilisant le même équipement pour toute la série d'essais.

b) Chaque groupe de n essais se rapportant à un niveau doit avoir lieu dans des conditions de répétabilité et dans un intervalle de temps spécifié.

c) Il n'est pas indispensable qu'un groupe de n essais se déroule strictement dans un intervalle court; les q groupes de n essais peuvent être exécutés à des jours différents.

d) Il est essentiel qu'un groupe de n essais,dans des conditions de répétabilités,soit fait de façon indépendante et comme s'il s'agissait de n essais sur des matériaux différents.

e) On doit spécifier le nombre de répétitions "n". Chaque répétition peut correspondre à un résultat d'essai ou à une détermination,selon les exigences de la méthode d'essai normalisée. En principe, "n" est égal à deux. Un nombre plus important peut être spécifié si nécessaire.

5.5 Instructions aux opérateurs. Les opérateurs ne doivent recevoir aucune autre instruction que celles qui sont contenues dans la méthode d'essai normalisée.Ces dernières doivent suffire.

Avant le début des essais,on doit demander aux opérateurs s'ils ont des observations à faire sur la norme et si les instructions qu'elle contient sont suffisamment claires.

Tous les laboratoires participants doivent présenter les résultats d'essai avec un plus grand nombre de chiffres significatifs qu'il n'est demandé habituellement ou prescrit par le norme.

5.6 Rapport sur les résultats d'essai. Chaque superviseur, dans chaque laboratoire, doit rédiger un rapport complet sur les essais en y incluant les points particuliers ci-après :

a) Résultats définitifs de l'essai (éviter les erreurs de transcription ou de dactylographie).

b) Observations individuelles à l'origine ou valeurs de détermination aboutissant aux résultats définitifs. Ceci est notamment requis si des paramètres de "différence acceptable" (AD_2 ou AD_x) doivent être calculés.

c) Commentaires et informations sur les irrégularités ou perturbations intervenant au cours des essais.

d) Date(s) de réception des échantillons et date(s) et heure(s) des essais les concernant.

e) Des informations complémentaires sur ce sujet figurent dans l'article 6 et dans le chapitre 2 de l'ISO 5725.

	Matériau			
Laboratoire	1	2	. . .	q
1				
2				
3				
.				
.				
.				
p				

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

$Y_1 \ldots Y_n$

ISO/TR 9272:1986
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6fbc17ff-9f26-499b-bae3-ad70b50bd301/iso-tr-9272-1986

FIGURE 1

Schéma d'un programme de fidélité pour niveau uniforme

avec : p laboratoires — i ...p
q niveaux — j....q
n répétitions par cellule — k....n

et Y = résultats d'essai

La cellule (ij) contient n_{ij} résultats Y_{ijk} $(k = 1,2 \ldots n_{ij})$

6 ANALYSE DES RESULTATS D'ESSAI D'UN PROGRAMME INTERLABORATOIRE

Commentaire général

Des instructions détaillées sur l'analyse des données de fidélité fournies par plusieurs laboratoires sont indiquées au chapitre 3 de l'ISO 5725. Il s'ensuit deux formes d'action :

a) Recueillir toutes les données fournies par le programme et préparer un rapport pouvant être utilisé par le statisticien. Les données doivent être arrangées en Tableau comme le montre la Figure 1 du présent document.

b) Procéder à une analyse formelle selon les prescriptions du chapitre 3 de l'ISO 5725. Les diagrammes de ce chapitre faciliteront cette analyse.