
**Caoutchouc et produits en caoutchouc —
Intervalles de confiance de répétabilité et
de reproductibilité déterminés par des
essais interlaboratoires**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber and rubber products — Confidence intervals for repeatability and
reproducibility values determined by inter-laboratory tests*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-
c1622e556997/iso-tr-11753-1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-c1622e556997/iso-tr-11753-1992)



Sommaire

	Page
Introduction.....	iv
1 Objet.....	1
2 Domaine d'application.....	1
3 Définitions	2
4 Calcul des intervalles de confiance.....	3
4.1 Intervalle de confiance de répétabilité.....	3
4.2 Intervalle de confiance de reproductibilité.....	6
5 Exemples	9
5.1 Planification des essais interlaboratoires.....	9
5.2 Évaluation des résultats des essais interlaboratoires.....	11
Annexes	
A Explication des formules mathématiques.....	15
A.1 Analyse de variance.....	15
A.2 Intervalle de confiance et de degré de liberté de la variance de répétabilité	16
A.3 Intervalle de confiance et degré de liberté de la variance de reproductibilité.....	17
B Calcul des χ^2 fractiles	24
C Test de Bartlett.....	25
D Symboles utilisés dans les formules mathématiques	26

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, 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 ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- 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).

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 11753, rapport technique du type 3, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Introduction

Lors de sa réunion de 1988 à Paris, le Groupe de Travail 15 «Application des méthodes statistiques» du comité technique ISO/TC 45 «Élastomères et produits à base d'élastomères» a traité pour la première fois des intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité déterminés par des essais interlaboratoires. En 1989, à sa réunion de Kuala Lumpur, le Groupe de Travail 15 a mis en œuvre un avant-projet qui a donné lieu à une consultation avec le président et les membres du comité technique ISO/TC 69 «Application des méthodes statistiques».

Après l'étude d'un projet révisé, à sa réunion de Stockholm de 1992, le Groupe de Travail 15 a convenu de publier le texte sous forme de Rapport technique du type 3. Cette proposition, dans la Résolution 2207 d'ISO/TC 45 (document 45 N 5928), a été approuvée à l'unanimité par tous les membres d'ISO/TC 45 présents à la réunion de 1992.

[ISO/TR 11753:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-c1622e556997/iso-tr-11753-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-c1622e556997/iso-tr-11753-1992>

Caoutchouc et produits en caoutchouc – Intervalles de confiance de répétabilité et de reproductibilité déterminés par des essais interlaboratoires

1 Objet

Les valeurs de fidélité estimées à partir d'essais inter-laboratoires varient à la répétition de ces essais. La présente norme propose une méthode de détermination des intervalles de confiance pour les valeurs de fidélité inconnues.

2 Domaine d'application

ISO 5725 traite de la mise en œuvre d'essais interlaboratoires et précise comment il est possible d'obtenir à partir des résultats d'essais interlaboratoires des données pour la répétabilité et la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée.

L'écart type de répétabilité s_r ou le seuil de répétabilité r est utilisé comme mesure de la répétabilité et l'écart type de reproductibilité s_R ou le seuil de reproductibilité R est utilisé comme mesure de la reproductibilité.

Les essais interlaboratoires ne peuvent fournir que des estimations des valeurs de fidélité. La répétition d'un essai interlaboratoire donnera des estimations légèrement différentes en raison des facteurs aléatoires qui surgissent également dans ce genre d'essais. ISO 5725 ne contient aucune donnée sur les erreurs possibles surgissant lors de l'estimation des valeurs r et R .

Cependant, il est de prime importance de connaître l'écart des estimations déterminées de répétabilité et de reproductibilité par rapport aux valeurs réelles car il permet de répondre aux deux groupes de questions suivantes :

- a) Questions relatives à la planification des essais interlaboratoires :

Quel doit être l'ampleur de l'essai interlaboratoire, c.-à-d., combien faut-il de laboratoires, de matériaux et de valeurs individuelles pour arriver à un certain degré de justesse dans l'estimation des valeurs de fidélité?

- b) Questions relatives à l'application des résultats provenant des essais interlaboratoires :

Quel est le degré de précision des estimations de répétabilité et de reproductibilité déterminées dans un essai interlaboratoire? Quel est l'amplitude des intervalles de confiance des valeurs de fidélité recherchées?

Les valeurs de fidélité déterminées par un essai interlaboratoire servent à caractériser la méthode d'essai dans la norme correspondante. Il est important de connaître le nombre de décimales après la virgule.

Les intervalles de confiance des valeurs de fidélité à estimer, et donc la précision des estimations, dépendent de la portée des essais : en général, plus le nombre de laboratoires p et plus le nombre de valeurs individuelles n déterminées pour le niveau de propriété de chaque essai dans chaque laboratoire sont élevés, plus les valeurs de fidélité sont précises et plus leur intervalle de confiance est restreint.

Dans la présente norme, on suppose que les valeurs mesurées sous conditions de répétabilité, dans différents laboratoires, sont distribuées normalement : voir l'Annexe A1.

Les écarts par rapport à la distribution normale augmentent en général la variabilité des valeurs de fidélité et, par conséquent, l'intervalle de confiance de ces valeurs est plus ample.

Note : La validité des distributions normales des écarts dans le cas de répétabilité et reproductibilité est une condition préalable aux relations énoncées par cette norme; il est possible que cette condition préalable ne soit pas remplie. Au paragraphe 7.3.1 de DIS 5725, 1^{re} Partie, on autorise également d'autres distributions unimodales des écarts en matière de répétabilité. Il est impératif en outre de se conformer aux conditions stipulées au paragraphe 10.1 de DIS 5725, 1^{re} Partie, selon lesquelles les laboratoires participant à l'essai interlaboratoire doivent être choisis au hasard.

En supposant une distribution normale, les intervalles de confiance sont mentionnés avec une probabilité d'erreur choisie à l'avance α . Dans la présente norme $\alpha = 0,10$. Ce qui signifie qu'il existe une probabilité de 10% que la valeur réelle soit à l'extérieur de l'intervalle de confiance donné, avec $\alpha/2 = 0,05$ ou 5% au-dessous du seuil inférieur et, dans le même ordre d'idée, $\alpha/2 = 0,05$ ou 5% au-dessus du seuil supérieur.

3 Définitions

Les définitions utilisées dans la présente norme sont données par

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

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai – Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

4 Calcul des intervalles de confiance

4.1 Intervalle de confiance de répétabilité

Il est possible d'évaluer les résultats d'un essai interlaboratoire pour un niveau de propriété d'essai avec des laboratoires p et des mesures n_i dans i . laboratoire par une analyse de variance avec simple classification et effets aléatoires. En supposant que les écarts des résultats obtenus dans les laboratoires ont une distribution normale, l'intervalle de confiance de la valeur réelle de répétabilité r' peut être calculé à partir de la distribution χ^2 (voie Annexe A2) :

$$(1) \quad r_{A_r,1} < r' < r_{A_r,2}$$

L'expression suivante est exacte pour l'intervalle de confiance du quotient r'/r :

$$(1a) \quad A_{r,1} < r'/r < A_{r,2}$$

dans laquelle (1b) $A_{r,1} = \sqrt{v_2 / \chi^2(v_2, Q)}$

et (1c) $A_{r,2} = \sqrt{v_2 / \chi^2(v_2, P)}$

Écart type de répétabilité estimé	s_r
Écart type de répétabilité réel	σ_r
Seuil estimé de répétabilité	$r = 2,8 s_r$
Seuil réel de répétabilité	$r' = 2,8 \sigma_r$
Nombre de laboratoires	p
Nombre de mesures dans i . laboratoire (pour $i = 1, 2 \dots p$)	n_i
Nombre total de mesures par niveau de matériau	$N = \sum n_i$
Degré de liberté des mesures de répétition	$v_2 = \sum n_i - p$
Probabilité des fractiles χ^2 pour le seuil supérieur	$P = 0,05$
Probabilité des fractiles χ^2 pour le seuil inférieur	$Q = 0,95$
Fractiles de la distribution χ^2 de v et P	$\chi^2(v, P)$

Les fractiles χ^2 , $\chi^2(v_2, P)$ et $\chi^2(v_2, Q)$ peuvent être prélevés sur des tableaux se trouvant dans une documentation standard. Il est également possible d'utiliser la formule d'approximation de l'Annexe B.

Les fractiles χ^2 sont définis par

$$(2) \quad w(\chi^2 \leq \chi^2(v, P)) = P$$

c.-à-d. qu'il existe une probabilité P que la quantité aléatoire χ^2 d'une distribution χ^2 avec un degré de liberté v soit inférieure ou égale aux fractiles $\chi^2(v, P)$, énumérés pour v et P .

En choisissant $Q = 1 - (\alpha/2) = 0,95$ et $P = \alpha/2 = 0,05$ comme probabilités, on obtient un intervalle de confiance dont la probabilité d'erreur est de 10%, c.-à-d. qu'il existe une probabilité de 10% que le quotient r'/r recherché ne soit pas compris dans l'intervalle de confiance.

Dans le cas orthogonal, p. ex. $n_i = n$ pour tout $i = 1, 2 \dots p$, les expressions suivantes sont exactes

$$(3a) \quad N = p n \quad \text{et} \quad (3b) \quad v_2 = p (n-1)$$

La formule d'approximation donnée à l'Annexe B a servi au calcul des seuils de confiance $A_{r,1}$ et $A_{r,2}$ pour $n = 2, 3, 5$ et 9 résultats d'essais par laboratoire et $p = 8$ à 60 laboratoires, qui sont indiqués au Tableau 1 (voir page suivante) et à la Figure 1 (voir page 13).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 11753:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-c1622e556997/iso-tr-11753-1992>

Tableau 1 : Intervalles de confiance $A_{r,1}$ et $A_{r,2}$ pour r'/r

n	p	ν_2	$\chi^2(\nu_2, 5\%)$	$\chi^2(\nu_2, 95\%)$	$A_{r,1}$	$A_{r,2}$
2	8	8	2.73	15.51	0.72	1.71
2	10	10	3.94	18.31	0.74	1.59
2	12	12	5.23	21.03	0.76	1.52
2	14	14	6.57	23.68	0.77	1.46
2	16	16	7.96	26.30	0.78	1.42
2	18	18	9.39	28.87	0.79	1.38
2	20	20	10.85	31.41	0.80	1.36
2	25	25	14.61	37.65	0.81	1.31
2	30	30	18.49	43.77	0.83	1.27
2	35	35	22.47	49.80	0.84	1.25
2	40	40	26.51	55.76	0.85	1.23
2	50	50	34.76	67.50	0.86	1.20
2	60	60	43.19	79.08	0.87	1.18
3	8	16	7.96	26.30	0.78	1.42
3	10	20	10.85	31.41	0.80	1.36
3	12	24	13.85	36.42	0.81	1.32
3	14	28	16.93	41.34	0.82	1.29
3	16	32	20.07	46.19	0.83	1.26
3	18	36	23.27	51.00	0.84	1.24
3	20	40	26.51	55.76	0.85	1.23
3	25	50	34.76	67.50	0.86	1.20
3	30	60	43.19	79.08	0.87	1.18
3	35	70	51.74	90.53	0.88	1.16
3	40	80	60.39	101.88	0.89	1.15
3	50	100	77.93	124.34	0.90	1.13
3	60	120	95.70	146.57	0.90	1.12
5	8	32	20.07	46.19	0.83	1.26
5	10	40	26.51	55.76	0.85	1.23
5	12	48	33.10	65.17	0.86	1.20
5	14	56	39.80	74.47	0.87	1.19
5	16	64	46.59	83.68	0.87	1.17
5	18	72	53.46	92.81	0.88	1.16
5	20	80	60.39	101.88	0.89	1.15
5	25	100	77.93	124.34	0.90	1.13
5	30	120	95.70	146.57	0.90	1.12
5	35	140	113.66	168.61	0.91	1.11
5	40	160	131.76	190.52	0.92	1.10
5	50	200	168.28	233.99	0.92	1.09
5	60	240	205.14	277.14	0.93	1.08
9	8	64	46.59	83.68	0.87	1.17
9	10	80	60.39	101.88	0.89	1.15
9	12	96	74.40	119.87	0.89	1.14
9	14	112	88.57	137.70	0.90	1.12
9	16	128	102.87	155.40	0.91	1.12
9	18	144	117.27	173.00	0.91	1.11
9	20	160	131.76	190.52	0.92	1.10
9	25	200	168.28	233.99	0.92	1.09
9	30	240	205.14	277.14	0.93	1.08
9	35	280	242.25	320.03	0.94	1.08
9	40	320	279.56	362.72	0.94	1.07
9	50	400	354.64	447.63	0.95	1.06
9	60	480	430.20	532.08	0.95	1.06

4.2 Intervalle de confiance de reproductibilité

Pour l'estimation de l'intervalle de confiance du seuil de reproductibilité R , on peut également supposer une distribution χ^2 , mais dans ce cas le degré d'exactitude n'est qu'approximatif (voir Annexe A.3). En supposant une orthogonalité, le degré de liberté ν_3 pour cette distribution peut être calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$(4) \quad \nu_3 = \frac{n^2 (1+\gamma^2)^2 \nu_1 \nu_2}{(n+\gamma^2)^2 \nu_2 + (n-1)^2 \gamma^4 \nu_1}$$

S'il existe un écart marqué par rapport à l'orthogonalité, c.-à-d. si le nombre de mesures par laboratoire varie énormément, il est possible d'utiliser la méthode donnée à l'Annexe A.3.2. Les degrés de liberté $\nu_1 = p - 1$ et $\nu_2 = p(\sum n_i - 1)$ sont obtenus à partir du nombre de laboratoires p et du nombre de mesures individuelles n_i par laboratoire.

Le degré de liberté ν_3 dépend d'un paramètre supplémentaire γ' ou g' :

$$(5a) \quad \gamma' = \sigma_r / \sigma_L \quad \text{ou} \quad g' = \sigma_r / \sigma_R$$

Comme les valeurs réelles σ_r , σ_R et σ_L sont des inconnues, on utilise comme approximation les valeurs estimées s_r , s_R et s_L , $\gamma' = s_r / s_L$ offrant ainsi une estimation de $\gamma' = \sigma_r / \sigma_L$

À partir de la définition de σ_R^2 ou s_R^2 (voir ISO 5725) il en découle que

$$(6a) \quad \sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2 \quad \text{ou} \quad (6b) \quad s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$$

Par conséquent

$$(7a) \quad \gamma = \frac{s_r}{s_L} = \frac{s_r}{\sqrt{s_R^2 - s_r^2}} = \frac{g}{\sqrt{1-g^2}} \quad \text{et} \quad \frac{s_r}{s_R}$$

Après avoir évalué un essai interlaboratoire, les valeurs estimées s_r^2 et s_R^2 à partir desquelles on peut calculer γ selon (7a) sont connues. Dans la planification d'un essai interlaboratoire, il faut faire des suppositions quant à γ de manière à pouvoir décider du nombre de laboratoires (voir le paragraphe 5.1).

Après avoir calculé le degré de liberté ν_3 , on obtient l'intervalle de confiance pour le seuil de reproductibilité R de la même manière que pour le seuil de répétabilité r , selon le paragraphe 4.1. Les expressions suivantes sont valides pour l'intervalle de confiance du quotient R'/R :

$$(8) \quad A_{R,1} < R'/R < A_{R,2}$$

dans laquelle (8a) $A_{R,1} = \sqrt{v_3 / \chi^2(v_3, P)}$

et (8b) $A_{R,2} = \sqrt{v_3 / \chi^2(v_3, P)}$

Note : En règle générale, le degré de liberté v_3 dans l'équation 4 n'est pas un nombre entier. À la lecture des fractiles χ^2 , $\chi^2(v_3, P)$ sur un tableau χ^2 , il est nécessaire soit d'interpoler soit de prendre le nombre inférieur le plus proche. On peut aussi introduire dans la formule d'approximation donnée à l'Annexe B pour les fractiles χ^2 la valeur fractionnaire de v_3 .

En choisissant $Q = 1 - (\alpha/2) = 0,95$ et $P = \alpha/2 = 0,05$ comme probabilités, on obtient un intervalle de confiance dont la probabilité d'erreur est de 10%, c.-à-d. qu'il existe une probabilité de 10% que le quotient R'/R recherché ne soit pas compris dans l'intervalle de confiance.

La formule d'approximation de l'équation 8 a servi, avec l'aide de la formule d'approximation donnée à l'Annexe B pour la distribution χ^2 , au calcul des seuils de confiance $A_{R,1}$ et $A_{R,2}$ donnés au Tableau 2 pour $n = 2, 5$ et 15 résultats par laboratoire, $p = 8$ à 60 laboratoires et $\gamma = 0,05, 0,33, 0,67$ et 1,00 et en Figure 2 pour $n = 2$ (voir page 14).

ISO/TR 11753:1992
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c37f3785-1658-443f-9dbb-c1622e556997/iso-tr-11753-1992>

Tableau 2 : Intervalles de confiance $A_{R,1}$ et $A_{R,2}$ pour R'/R

p	γ	g	$A_{R,1}$ $A_{R,2}$		$A_{R,1}$ $A_{R,2}$		$A_{R,1}$ $A_{R,2}$	
			n=2		n=5		n=15	
8	0.05	0.05	0.71	1.80	0.71	1.79	0.71	1.79
10	0.05	0.05	0.73	1.64	0.73	1.64	0.73	1.64
12	0.05	0.05	0.75	1.55	0.75	1.55	0.75	1.55
14	0.05	0.05	0.76	1.48	0.76	1.48	0.76	1.48
16	0.05	0.05	0.77	1.44	0.77	1.44	0.78	1.44
18	0.05	0.05	0.79	1.40	0.79	1.40	0.79	1.40
20	0.05	0.05	0.79	1.37	0.79	1.37	0.79	1.37
25	0.05	0.05	0.81	1.32	0.81	1.32	0.81	1.32
30	0.05	0.05	0.83	1.28	0.83	1.28	0.83	1.28
35	0.05	0.05	0.84	1.25	0.84	1.25	0.84	1.25
40	0.05	0.05	0.85	1.23	0.85	1.23	0.85	1.23
50	0.05	0.05	0.86	1.20	0.86	1.20	0.86	1.20
60	0.05	0.05	0.87	1.18	0.87	1.18	0.87	1.18
8	0.33	0.31	0.71	1.73	0.72	1.69	0.72	1.68
10	0.33	0.31	0.74	1.60	0.74	1.57	0.75	1.55
12	0.33	0.31	0.76	1.51	0.76	1.49	0.76	1.48
14	0.33	0.31	0.77	1.45	0.78	1.43	0.78	1.42
16	0.33	0.31	0.78	1.41	0.79	1.39	0.79	1.38
18	0.33	0.31	0.79	1.37	0.80	1.36	0.80	1.35
20	0.33	0.31	0.80	1.35	0.81	1.33	0.81	1.33
25	0.33	0.31	0.82	1.30	0.82	1.28	0.83	1.28
30	0.33	0.31	0.83	1.26	0.84	1.25	0.84	1.25
35	0.33	0.31	0.84	1.24	0.85	1.23	0.85	1.22
40	0.33	0.31	0.85	1.22	0.86	1.21	0.86	1.21
50	0.33	0.31	0.87	1.19	0.87	1.18	0.87	1.18
60	0.33	0.31	0.88	1.17	0.88	1.16	0.88	1.16
8	0.67	0.56	0.73	1.62	0.76	1.51	0.77	1.47
10	0.67	0.56	0.76	1.51	0.78	1.43	0.79	1.39
12	0.67	0.56	0.77	1.44	0.79	1.37	0.80	1.34
14	0.67	0.56	0.79	1.39	0.81	1.33	0.82	1.30
16	0.67	0.56	0.80	1.35	0.82	1.30	0.83	1.28
18	0.67	0.56	0.81	1.32	0.83	1.28	0.83	1.26
20	0.67	0.56	0.82	1.30	0.83	1.26	0.84	1.24
25	0.67	0.56	0.83	1.26	0.85	1.22	0.86	1.21
30	0.67	0.56	0.85	1.23	0.86	1.20	0.87	1.18
35	0.67	0.56	0.86	1.21	0.87	1.18	0.88	1.17
40	0.67	0.56	0.86	1.19	0.88	1.17	0.88	1.16
50	0.67	0.56	0.88	1.17	0.89	1.15	0.89	1.14
60	0.67	0.56	0.89	1.15	0.90	1.13	0.90	1.12
8	1.00	0.71	0.75	1.54	0.79	1.39	0.81	1.32
10	1.00	0.71	0.77	1.45	0.81	1.33	0.83	1.27
12	1.00	0.71	0.79	1.39	0.82	1.29	0.84	1.24
14	1.00	0.71	0.80	1.35	0.83	1.26	0.85	1.22
16	1.00	0.71	0.81	1.32	0.84	1.24	0.86	1.20
18	1.00	0.71	0.82	1.29	0.85	1.22	0.87	1.18
20	1.00	0.71	0.83	1.27	0.86	1.20	0.87	1.17
25	1.00	0.71	0.84	1.23	0.87	1.18	0.89	1.15
30	1.00	0.71	0.86	1.21	0.88	1.16	0.90	1.14
35	1.00	0.71	0.87	1.19	0.89	1.15	0.90	1.12
40	1.00	0.71	0.87	1.17	0.90	1.13	0.91	1.11
50	1.00	0.71	0.89	1.15	0.91	1.12	0.92	1.10
60	1.00	0.71	0.89	1.14	0.91	1.11	0.92	1.09