
Capacité de détection —

Partie 4:

**Méthodologie de comparaison de la
valeur minimale détectable avec une
valeur donnée**

iTeh STANDARD PREVIEW

Capability of detection —

(standards.iteh.ai)

*Part 4: Methodology for comparing the minimum detectable value with a
given value*

ISO 11843-4:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45c84415-8a87-4100-9259-123a382630df/iso-11843-4-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11843-4:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45c84415-8a87-4100-9259-123a382630df/iso-11843-4-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45c84415-8a87-4100-9259-123a382630df/iso-11843-4-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 11843-4 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 11843 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Capacité de détection*:

- *Partie 1: Termes et définitions*
- *Partie 2: Méthodologie de l'étalonnage linéaire*
- *Partie 3: Méthodologie pour déterminer la valeur critique d'une variable de réponse lorsque aucun étalonnage n'est utilisé*
- *Partie 4: Méthodologie de comparaison de la valeur minimale détectable avec une valeur donnée*

Introduction

L'exigence idéale relative à la capacité de détection d'une variable d'état choisie serait que l'état réel de chaque système observé puisse être classé avec certitude comme étant égal à ou différent de son état de base. Toutefois, par suite d'écarts systématiques et aléatoires, cette exigence idéale ne peut pas être satisfaite pour les raisons suivantes.

- a) Dans la réalité, tous les états de référence, y compris l'état de base, ne sont jamais connus en termes absolus de la variable d'état. Ainsi, tous les états ne peuvent être caractérisés de façon correcte qu'en termes de différences par rapport à l'état de base, c'est-à-dire en termes de la variable nette d'état.
- b) Afin d'éviter toutes décisions erronées, il est généralement recommandé de ne consigner que les différences par rapport à l'état de base, c'est-à-dire les données en termes de la variable nette d'état.

NOTE Dans le Guide ISO 30 et dans l'ISO 11095, aucune distinction n'est faite entre la variable d'état et la variable nette d'état. Par conséquent, dans ces deux documents, les états de référence sont supposés, sans justification, être connus en ce qui concerne la variable d'état.

- c) Par ailleurs, l'étalonnage et les processus d'échantillonnage et de préparation ajoutent une variation aléatoire aux résultats des mesures.

Dans la présente partie de l'ISO 11843,

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

- α correspond à la probabilité de détecter (par erreur) qu'un système n'est pas dans son état de base alors qu'il est bien à l'état de base;
- β correspond à la probabilité de ne pas détecter (par erreur) qu'un système, pour lequel la valeur de la variable nette d'état est égale à la valeur minimale détectable (x_d), n'est pas dans son état de base.

[ISO 11843-4:2003](#)

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso/45684/4115-8-95-4100-9259>

[133-382620-1/iso-11843-4-2003](#)

Capacité de détection —

Partie 4:

Méthodologie de comparaison de la valeur minimale détectable avec une valeur donnée

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11843 traite de l'évaluation de la capacité de détection d'une méthode de mesure sans recourir aux hypothèses de l'ISO 11843-2, lesquelles s'appuient sur une courbe d'étalonnage linéaire et sur certaines relations existant entre l'écart-type résiduel et la valeur de variable nette d'état.

NOTE Ces hypothèses sont souvent peu sûres pour des valeurs de la variable nette d'état proches de zéro.

Au lieu d'estimer la valeur minimale détectable, la présente partie de l'ISO 11843 donne

- un critère permettant de juger si la valeur minimale détectable est inférieure à un niveau donné de la variable nette d'état, et
- la méthode de base pour tester la conformité de ce critère.

Pour une évaluation de la capacité de détection, faisant, par exemple, partie de la validation d'une méthode de mesure, il suffit souvent de confirmer que la méthode a une valeur minimale détectable inférieure à une valeur donnée.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3534-1, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux*

ISO 3534 2:—¹⁾, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 2: Statistique appliquée*

ISO 3534-3:1999, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 3: Plans d'expérience*

ISO 5479:1997, *Interprétation statistique des données — Tests pour les écarts à la distribution normale*

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

ISO 11095:1996, *Étalonnage linéaire utilisant des matériaux de référence*

1) À publier. (Révision de l'ISO 3534-2:1993)

ISO 11843-1:1997, *Capacité de détection — Partie 1: Termes et définitions*

ISO Guide 30:1992, *Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 3534 (toutes les parties), l'ISO 5479, l'ISO 5725-2, l'ISO 11095, l'ISO 11843-1 et l'ISO Guide 30 s'appliquent.

4 Plan d'expérience

4.1 Généralités

La méthode de mesure est supposée être normalisée. La même méthode de mesure complète doit être utilisée pour toutes les mesures de l'état de référence ainsi que pour les états réels (échantillons pour essai).

4.2 Choix des états de référence et des matériaux de référence

Les états de référence doivent comprendre deux valeurs de la variable nette d'état:

- la valeur zéro de la variable nette d'état (soit, en chimie analytique, un échantillon à matrice vierge), et
- une valeur donnée, x_g , pour laquelle il sera vérifié si elle est plus grande que la valeur minimale détectable.

La composition des matériaux de référence représentant les états de référence doit être aussi proche que possible de la composition du matériau soumis à la mesure afin de satisfaire à l'exigence que les matériaux de référence et les matériaux soumis à l'essai se comportent de façon identique dans le système de mesure.

4.3 Nombre de répliques

La capacité de détection est supposée être évaluée dans un essai à part avec le même nombre de répliques pour les deux états de référence spécifiés en 4.2. Dans une application de la méthode, les mesures sont réalisées pour le matériau de référence (représentant la valeur zéro de la variable nette d'état) et l'état réel. Le nombre de répliques utilisé dans les applications de la méthode est généralement plus petit que le nombre de répliques utilisé pour l'évaluation de la capacité de détection de la méthode. Les notations suivantes sont utilisées :

- J est le nombre de répliques de mesures effectuées sur le matériau de référence représentant la valeur zéro de la variable nette d'état (échantillon à matrice vierge) lors d'une application de la méthode;
- K est le nombre de répliques de mesures portant sur les réponses de l'état réel (échantillon pour essai) lors d'une application de la méthode.
- N est le nombre de répliques de mesures effectuées sur chaque matériau de référence (voir 4.2) lors de l'évaluation de la capacité de détection;

La valeur de N doit de préférence ne pas être inférieure à 5.

NOTE Pour la validation d'une méthode, la capacité de détection est généralement déterminée pour $J = K = 1$.

5 Critère de capacité de détection suffisante

5.1 Hypothèses de base

Les hypothèses de base de la présente partie de l'ISO 11843 sont

- les mesures de la variable de réponse de tous les matériaux sont supposées être indépendantes et avoir une distribution normale, et
- les matériaux de référence et d'essai ont le même comportement dans le système de mesure.

5.2 Valeur critique de la variable de réponse

Lorsque la vérification de l'hypothèse selon laquelle la variable nette d'état est zéro se fait en s'appuyant sur une comparaison (dans le cadre d'une expérience randomisée) entre les réponses obtenues sur un échantillon pour essai et celles d'un échantillon en l'état de base (échantillon à matrice vierge dont on sait que la variable nette d'état est égale à zéro), la valeur critique de la réponse de l'échantillon pour essai (la moyenne de K mesures) est donnée par

$$y_c = \bar{y}_b + z_{1-\alpha} \sigma_b \sqrt{\frac{1}{J} + \frac{1}{K}} \quad (1)$$

La signification des symboles utilisés ici et ailleurs dans la présente partie de l'ISO 11843 est donnée dans l'Annexe A.

Lorsque la variable de réponse a une valeur qui décroît alors que le niveau de la variable nette d'état augmente, la valeur critique de la réponse est donnée par

$$y_c = \bar{y}_b - z_{1-\alpha} \sigma_b \sqrt{\frac{1}{J} + \frac{1}{K}} \quad (2)$$

où y_c représente maintenant la limite inférieure.

Dans ce cas, les expressions $\eta_g - \eta_b$ et $\bar{y}_g - \bar{y}_b$ en 5.3, 5.4 ainsi que dans l'Article 6 deviennent respectivement $\eta_b - \eta_g$ et $\bar{y}_b - \bar{y}_g$.

5.3 Probabilité de détecter une valeur donnée de la variable nette d'état

Au lieu d'estimer la valeur minimale détectable de la variable nette d'état (c'est-à-dire la valeur de la variable nette d'état pour laquelle la puissance de l'essai en 5.2 a une valeur spécifiée de $1 - \beta$), la présente partie de l'ISO 11843 donne un critère pour que la puissance soit supérieure ou égale à $1 - \beta$ pour une valeur donnée, x_g , de la variable nette d'état. Si on satisfait à ce critère, il est possible de conclure que la valeur minimale détectable est inférieure ou égale à x_g .

Si l'écart-type pour la réponse d'une valeur donnée x_g de la variable nette d'état est σ_g , le critère pour que la puissance soit supérieure ou égale à $1 - \beta$ est donné par

$$\eta_g - \eta_b \geq z_{1-\alpha} \sigma_b \sqrt{\frac{1}{J} + \frac{1}{K}} + z_{1-\beta} \sqrt{\frac{1}{J} \sigma_b^2 + \frac{1}{K} \sigma_g^2} \quad (3)$$

où η_b et η_g sont les valeurs espérées dans les conditions de performance réelles pour les réponses de l'état de base et avec un échantillon ayant une variable nette d'état égale à x_g .

NOTE Le Critère (3) provient de la définition de la variable nette d'état et de la Figure 1 de l'ISO 11843-1:1997.

Lorsque $\beta = \alpha$, $K = J$ et, en partant de l'hypothèse que $\sigma_g \geq \sigma_b$ (il est rare qu'un écart-type décroisse alors que la variable nette d'état s'accroît), ce critère peut se simplifier comme suit:

$$\frac{\eta_g - \eta_b}{\sqrt{\sigma_b^2 + \sigma_g^2}} \geq \frac{2z_{1-\alpha}}{\sqrt{J}} \tag{4}$$

5.4 Confirmation du critère de capacité de détection suffisante

Les écarts-types et les valeurs espérées des réponses du Critère (3) sont généralement inconnus et il faut confirmer par des données expérimentales que ce critère a été satisfait. En conséquence, l'expression de gauche du Critère simplifié (4) est une constante inconnue alors que l'expression de droite est une constante connue.

À partir d'expérience de validation avec N observations de la réponse de l'état de base et un échantillon ayant une variable nette d'état égale à x_g , l'expression de gauche du Critère (4) peut être estimée comme suit:

$$\frac{\bar{y}_g - \bar{y}_b}{\sqrt{s_b^2 + s_g^2}} \tag{5}$$

La signification des symboles utilisés est donnée dans l'Annexe A.

Une limite de confiance (LC) inférieure d'approximativement $100(1-\gamma)\%$ pour $(\eta_g - \eta_b) / \sqrt{\sigma_b^2 + \sigma_g^2}$ est donnée par

$$LC = \frac{\bar{y}_g - \bar{y}_b}{\sqrt{s_b^2 + s_g^2}} - \frac{t_{1-\gamma}(\nu)}{\sqrt{N}} \tag{6}$$

où

$t_{1-\gamma}(\nu)$ est le quantile $(1-\gamma)$ de la loi de t pour des degrés de liberté $\nu = 2(N - 1)$, lorsque l'hypothèse $\sigma_b = \sigma_g$ n'est pas rejetée;

$\nu = \frac{(N - 1)(s_b^2 + s_g^2)^2}{s_b^4 + s_g^4}$ degrés de liberté selon la formule de Welch-Satterthwaite, lorsque l'hypothèse $\sigma_b = \sigma_g$ est rejetée.

Si la limite de confiance inférieure pour $(\eta_g - \eta_b) / \sqrt{\sigma_b^2 + \sigma_g^2}$ répond au Critère (4), une valeur détectable inférieure ou égale à x_g est confirmée.

NOTE Pour des valeurs de N relativement élevées (au moins 20), on peut considérer comme suffisant pour la confirmation si l'une ou l'autre des inégalités (3) ou (4) est satisfaite avec insertion des estimations \bar{y}_b , \bar{y}_g , s_b et s_g .

6 Présentation des résultats issus de l'évaluation de la capacité de détection

À partir de l'évaluation de la capacité de détection, formant généralement une partie de la validation d'une méthode, consigner les éléments suivants:

- a) toute information appropriée concernant les matériaux de référence, y compris la valeur de l'état de référence x_g ;

- b) le nombre de répliques, N , pour chaque état de référence;
- c) Les valeurs moyennes \bar{y}_b et \bar{y}_g , et les écarts-types s_b et s_g s'appliquant respectivement aux réponses de l'état de base et de l'échantillon, la variable nette d'état étant égale à x_g ;
- d) les valeurs choisies pour α , β , J et K ;
- e) les parties gauche et droite du Critère (3) en ayant inséré les estimations, c'est-à-dire $\bar{y}_g - \bar{y}_b$ et

$$z_{1-\alpha} s_b \sqrt{\frac{1}{J} + \frac{1}{K}} + z_{1-\beta} \sqrt{\frac{1}{J} s_b^2 + \frac{1}{K} s_g^2}$$

ou, lorsque c'est applicable, ($\beta = \alpha$, $K = J$ et $\sigma_g \geq \sigma_b$), la statistique $(\bar{y}_g - \bar{y}_b) / \sqrt{s_b^2 + s_g^2}$ avec son niveau de confiance et sa limite acceptable inférieure $2z_{1-\alpha} / \sqrt{J}$ selon le Critère (4);

- f) la conclusion concernant la capacité de détection.

7 Présentation des résultats obtenus avec l'application de la méthode

Il convient de présenter les valeurs observées (réponses ou valeurs interpolées de la variable nette d'état). Le fait qu'une valeur observée a été utilisée pour vérifier une hypothèse sur la valeur vraie ne justifie pas le rejet de l'estimation de la valeur vraie, c'est-à-dire la valeur observée, pour la remplacer par une limite supérieure égale à la valeur critique de l'essai ou à la valeur minimale détectable. Ceci contribuerait à perdre des informations et serait contestable puisque aucune de ces limites ne peut être considérée comme une limite de confiance supérieure. Il convient aussi de consigner la valeur critique appliquée et, si possible, la valeur minimale détectable.

[ISO 11843-4:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45c84415-8a87-4100-9259-123a382630df/iso-11843-4-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45c84415-8a87-4100-9259-123a382630df/iso-11843-4-2003>