
**Méthodes statistiques utilisées dans les
essais d'aptitude par comparaisons
interlaboratoires**

*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory
comparisons*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13528:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f27c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005>



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 13528:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9627c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9627c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005>

© ISO 2005

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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
0 Introduction.....	vi
0.1 Objectifs des essais d'aptitude.....	vi
0.2 ISO/CEI Guide 43.....	vi
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives.....	1
3 Termes et définitions.....	1
4 Lignes directrices pour la conception et l'interprétation statistiques d'essais d'aptitude.....	2
4.1 Signaux d'action et d'avertissement.....	2
4.2 Lignes directrices pour limiter l'incertitude de la valeur assignée.....	3
4.3 Lignes directrices pour choisir le nombre de mesurages à répéter.....	4
4.4 Homogénéité et stabilité des échantillons.....	4
4.5 Définition des méthodes opérationnelles de mesure définies.....	4
4.6 Présentation des données.....	5
4.7 Période de validité des résultats d'essais d'aptitude.....	5
5 Détermination de la valeur assignée et de son incertitude type.....	5
5.1 Choix de la méthode de détermination de la valeur assignée.....	5
5.2 Formulation.....	6
5.3 Valeurs de référence certifiées.....	6
5.4 Valeurs de référence.....	7
5.5 Valeurs consensuelles provenant de laboratoires experts.....	9
5.6 Valeurs consensuelles des laboratoires participants.....	9
5.7 Comparaison de la valeur assignée.....	14
5.8 Valeurs manquantes.....	14
6 Détermination de l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude.....	15
6.1 Choix de la méthode.....	15
6.2 Méthode par prescription.....	15
6.3 Méthode par perception.....	15
6.4 Détermination à partir d'un modèle général.....	17
6.5 Détermination à partir des résultats d'une expérience de fidélité.....	17
6.6 Détermination à partir de données obtenues dans un cycle d'un programme d'essais d'aptitude.....	18
6.7 Comparaison entre les valeurs de fidélité déduites d'un essai d'aptitude et les valeurs établies.....	18
7 Calcul des statistiques de performances.....	19
7.1 Estimations du biais de laboratoire.....	19
7.2 Différences en pourcentage.....	22
7.3 Rangs et rangs en pourcentage.....	24
7.4 Scores z	25
7.5 Nombres E_n	27
7.6 Scores z'	28
7.7 Scores zéta (ζ).....	29
7.8 Score E_z	30
7.9 Exemple de l'analyse de données quand des incertitudes sont fournies.....	30
7.10 Scores composés de performance.....	35
8 Méthodes graphiques de combinaison des scores de performance pour plusieurs mesurandes à partir d'un seul cycle d'un essai d'aptitude.....	36

8.1	Application.....	36
8.2	Histogrammes de scores de performance	36
8.3	Diagrammes en bâtons des biais de laboratoire normalisés	37
8.4	Diagrammes en bâtons de mesures de répétabilité normalisées.....	38
8.5	Graphique de Youden.....	38
8.6	Graphiques d'écart-types de répétabilité	45
8.7	Échantillons partagés.....	47
9	Méthodes graphiques de combinaison des scores de performance sur plusieurs cycles d'un programme d'essais d'aptitude.....	52
9.1	Applications.....	52
9.2	Carte de contrôle de Shewhart pour les scores z	52
9.3	Carte de contrôle CUSUM (somme cumulée) pour les scores z	55
9.4	Représentations graphiques du biais de laboratoire normalisé par rapport à la moyenne des laboratoires	56
9.5	Diagramme en points.....	57
Annexe A (normative)	Symboles	59
Annexe B (normative)	Vérification de l'homogénéité et de la stabilité des échantillons	60
Annexe C (normative)	Analyse robuste	64
Bibliographie		66

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13528:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f27c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f27c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005>

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 13528 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Applications des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9627c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005>

0 Introduction

0.1 Objectifs des essais d'aptitude

Les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires sont utilisés pour déterminer les performances de laboratoires individuels, relatives à des essais ou à des mesures spécifiques et pour surveiller la continuité des performances des laboratoires. Il convient de consulter l'introduction de l'ISO/CEI Guide 43-1:1997 qui expose intégralement les objectifs des essais d'aptitude. Dans le langage statistique, les performances des laboratoires peuvent être décrites par trois propriétés: le biais de laboratoire, la stabilité et la répétabilité. Le biais de laboratoire et la répétabilité sont définis dans l'ISO 3534-1, dans l'ISO 3534-2 et dans l'ISO 5725-1. La stabilité d'un résultat de laboratoire est mesurée par la fidélité intermédiaire telle que spécifiée dans l'ISO 5725-3.

Le biais de laboratoire peut être évalué par des essais réalisés sur des matériaux de référence, lorsque ceux-ci sont disponibles, en utilisant la procédure décrite dans l'ISO 5725-4. Sinon, les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires fournissent un moyen généralement disponible d'obtenir des informations sur le biais de laboratoire, et l'utilisation de données provenant d'essais d'aptitude, pour obtenir des estimations du biais de laboratoire est un aspect important de l'analyse de ces données. La stabilité et la répétabilité affecteront toutefois les données obtenues dans les essais d'aptitude, de telle sorte qu'un laboratoire pourra obtenir des données pendant un cycle d'un essai d'aptitude indiquant un biais causé en réalité par une stabilité ou une répétabilité insuffisante. Il est donc important que ces aspects de performances des laboratoires soient évalués régulièrement.

La stabilité peut être évaluée en procédant à de nouveaux essais sur des échantillons retenus ou à des mesurages réguliers sur un matériau de référence ou de référence interne (stock de matériaux établi par un laboratoire pour les utiliser comme matériaux de référence privés). Ces techniques sont décrites dans l'ISO 5725-3. La stabilité peut également être évaluée en traçant sur des cartes de contrôle les estimations du biais de laboratoire déduites des essais d'aptitude. Cela peut apporter des informations sur la performance du laboratoire qui ne découlent pas de manière évidente de l'examen des résultats des cycles individuels de programmes d'essais d'aptitude, et il s'agit là d'un aspect important de l'analyse de telles données.

Les données appropriées à l'évaluation de la répétabilité peuvent être générées par des essais réalisés dans le cours normal du travail d'un laboratoire ou par des essais exceptionnels réalisés à l'intérieur d'un laboratoire et destinés spécifiquement à évaluer la répétabilité. Par conséquent, l'évaluation de la répétabilité n'est pas nécessairement un aspect important des essais d'aptitude, même s'il est important que les laboratoires surveillent leur répétabilité d'une certaine manière. La répétabilité peut être évaluée en traçant les étendues de mesurages en double sur une carte de contrôle, comme décrit dans l'ISO 5725-6.

L'organigramme (Figure 1) illustre comment appliquer les techniques décrites dans la présente Norme internationale.

0.2 ISO/CEI Guide 43

L'ISO/CEI Guide 43-1 décrit différents types de programmes d'essais d'aptitude et donne des indications sur l'organisation et la conception de programmes d'essais d'aptitude. L'ISO/CEI Guide 43-2 donne des indications sur la sélection et l'utilisation de programmes d'essais d'aptitude par des organismes d'accréditation de laboratoires. Il convient de consulter les deux parties de ce Guide pour avoir des informations détaillées sur ces questions (les informations qui y figurent ne sont pas recopiées ici). L'ISO/CEI Guide 43-1 comprend une annexe qui décrit brièvement les méthodes statistiques utilisées dans les programmes d'essais d'aptitude.

L'ISO 13528 complète l'ISO/CEI Guide 43, donnant des indications détaillées, qui ne figurent pas dans ce Guide, sur l'utilisation de méthodes statistiques dans les essais d'aptitude. Dans une large mesure, l'ISO 13528 est fondée sur un protocole harmonisé pour les essais d'aptitude de laboratoires d'analyses [1], mais elle est destinée à être utilisée avec toutes les méthodes de mesure.

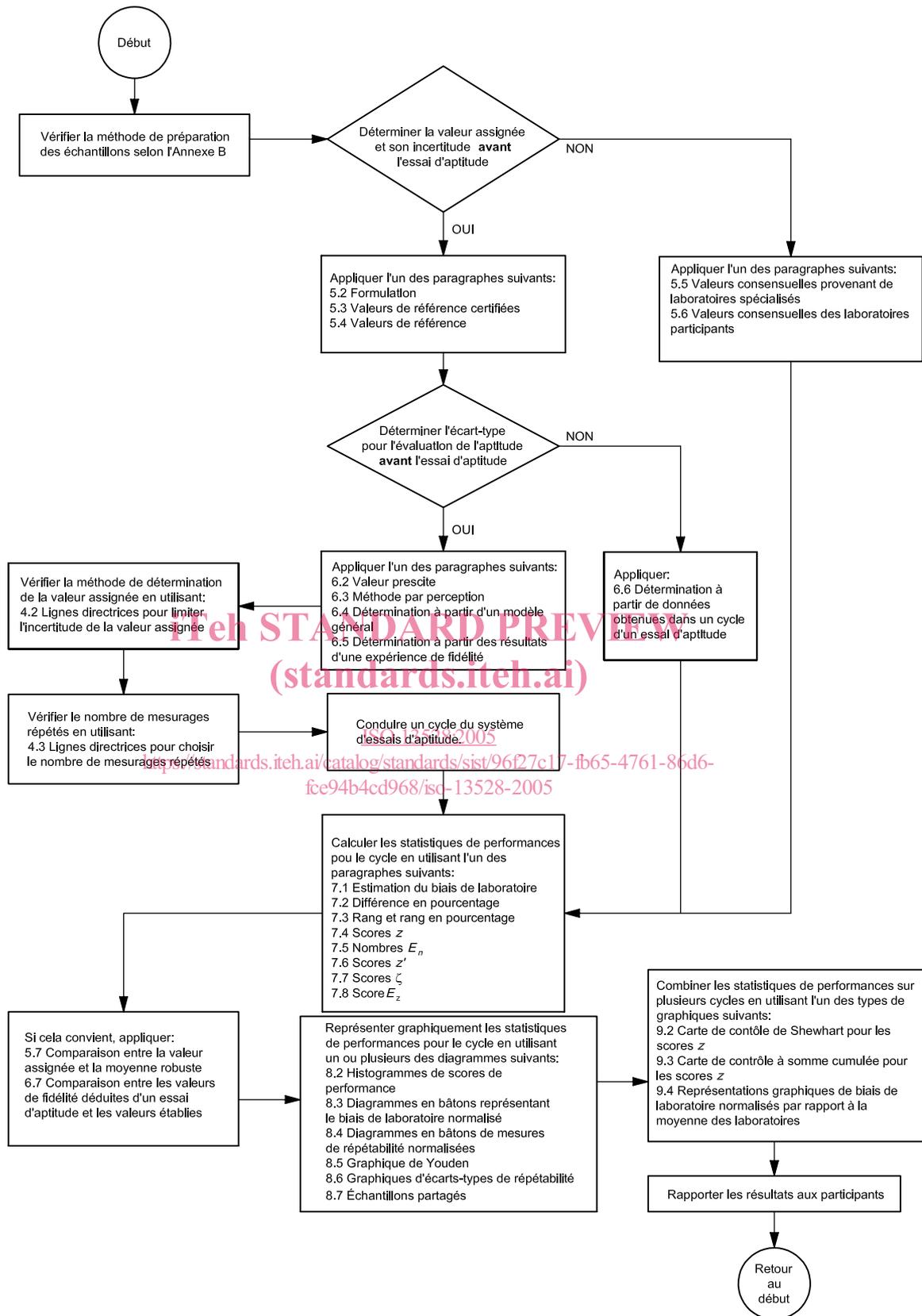


Figure 1 — Organigramme représentant les activités nécessitant l'utilisation de méthodes statistiques lors de la mise en œuvre d'un programme d'essais d'aptitude

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13528:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96f27c17-fb65-4761-86d6-fce94b4cd968/iso-13528-2005>

Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale complète l'ISO/CEI Guide 43 (toutes les parties), en fournissant des descriptions détaillées de méthodes statistiques éprouvées à utiliser par les organisateurs pour analyser les données obtenues à partir de programmes d'essais d'aptitude et en donnant des recommandations sur leur utilisation par les participants à de tels programmes et par les organismes d'accréditation.

La présente Norme internationale peut être appliquée pour démontrer que les résultats de mesure obtenus par des laboratoires ne font pas apparaître un niveau de biais inacceptable.

Elle s'applique à des données quantitatives et non à des données qualitatives.

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, *Statistiques — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux*

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

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

ISO/CEI Guide 43-1, *Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison — Partie 1: Développement et mise en œuvre de programmes d'essais d'aptitude*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 3534-1, l'ISO 3534-2, l'ISO 5725-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

comparaison interlaboratoires

organisation, réalisation et évaluation d'essais ou de mesures sur des objets soumis à l'essai ou à des essais semblables par au moins deux laboratoires différents dans des conditions prédéterminées

NOTE Adapté de l'ISO/CEI Guide 43-1.

1) À publier.

**3.2
essai d'aptitude**
détermination de la performance d'un laboratoire en matière d'essais, au moyen de comparaisons interlaboratoires

**3.3
valeur assignée**
valeur attribuée à une grandeur particulière et reconnue, parfois par convention, comme ayant une incertitude appropriée à un usage donné

**3.4
écart-type pour l'évaluation de l'aptitude**
mesure de dispersion utilisée dans l'évaluation de l'aptitude et basée sur l'information disponible

**3.5
score z**
mesure normalisée du biais de laboratoire, calculée à partir de la valeur assignée et de l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude

**3.6
coordonnateur**
organisation (ou personne) responsable de la coordination de toutes les activités intervenant dans la mise en œuvre d'un programme d'essais d'aptitude

4 Lignes directrices pour la conception et l'interprétation statistiques d'essais d'aptitude (voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, 5.4.2)

4.1 Signaux d'action et d'avertissement

4.1.1 La présente Norme internationale décrit des critères graphiques et numériques simples qu'il convient d'appliquer aux données obtenues dans un essai d'aptitude pour voir s'ils déclenchent des signaux d'action ou d'avertissement. Des résultats anormaux sont parfois obtenus même dans un laboratoire bien tenu, avec du personnel expérimenté. Il peut arriver également qu'une méthode de mesure normalisée, même si elle a été validée par une expérience de fidélité, comporte des défauts qui n'apparaissent qu'au bout de plusieurs cycles d'essais d'aptitude. Le programme d'essais d'aptitude en lui-même peut comporter des défauts. C'est pour ces raisons que les critères donnés ici ne doivent pas servir à condamner les laboratoires pour incapacité à appliquer la méthode de mesure en cours d'examen. Si les essais d'aptitude sont utilisés pour condamner les laboratoires, alors des critères appropriés doivent être définis.

4.1.2 Les critères donnés ici sont conçus de telle sorte que lorsque l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude est fondé sur la performance observée (en utilisant l'une des méthodes décrites en 6.4 à 6.6), ils déclenchent des signaux d'action quand les résultats sont si exceptionnels qu'ils méritent une investigation et une action corrective.

4.1.3 Il convient que le coordonnateur comprenne les sources principales de variabilité qui peuvent être anticipées dans les données d'essais d'aptitude pour les mesurages considérés. Il convient que la première étape de toute analyse soit d'étudier la distribution des résultats afin de mettre en évidence des sources de variabilité non prévues. Par exemple, une distribution bimodale peut mettre en évidence un mélange de populations de résultats causée par des méthodes différentes, des échantillons pollués ou des instructions mal rédigées. Dans ce cas, il convient de résoudre le problème avant de procéder à l'analyse ou à l'évaluation. Les organismes d'accréditation doivent avoir des règles pour répondre à des performances inacceptables dans les essais d'aptitude. Les actions de suivi sont définies par ces règles ou par les procédures qualité du laboratoire. Néanmoins, il y a généralement des actions recommandées quand un laboratoire produit un résultat non acceptable dans un essai d'aptitude. Des recommandations d'actions pour des laboratoires confrontés à une performance insatisfaisante dans un essai d'aptitude sont données en 4.1.4.

4.1.4 Dans les programmes où l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude est fondé sur une performance observée, lorsqu'un résultat déclenche un signal d'action, le laboratoire doit décider des investigations et des actions correctives appropriées, en consultant le coordonnateur ou un organisme d'accréditation si nécessaire.

Sauf s'il existe une raison valable de ne pas procéder ainsi, le laboratoire doit examiner ses procédures et identifier au moins une action corrective susceptible d'éviter que de tels résultats ne se reproduisent, ceci en accord avec le personnel du laboratoire. Le laboratoire peut demander des conseils au coordonnateur sur les causes possibles du problème ou lui demander de consulter d'autres experts. Le laboratoire doit participer aux cycles ultérieurs d'essais d'aptitude pour évaluer l'efficacité des actions correctives. Les actions correctives appropriées peuvent être l'une des actions suivantes:

- a) vérifier que le personnel comprend et suit la procédure de mesurage;
- b) vérifier que tous les détails de la procédure de mesurage sont corrects;
- c) vérifier l'étalonnage des équipements et la composition des réactifs;
- d) remplacer les équipements et les réactifs suspects;
- e) réaliser des essais comparatifs du personnel, des équipements et/ou des réactifs avec un autre laboratoire.

L'utilisation des résultats des essais d'aptitude par les organismes d'accréditation de laboratoires est décrite dans l'ISO/CEI Guide 43-2:1997, Article 6.

4.2 Lignes directrices pour limiter l'incertitude de la valeur assignée

La valeur assignée X a une incertitude type u_X qui dépend de la méthode utilisée pour l'obtenir et aussi, lorsqu'elle est déduite d'essais réalisés dans plusieurs laboratoires, du nombre de laboratoires et, peut-être, d'autres facteurs. Les méthodes de calcul de l'incertitude type de la valeur assignée sont spécifiées dans l'Article 5.

L'écart-type pour les essais d'aptitude $\hat{\sigma}$ est utilisé pour évaluer l'importance des estimations du biais de laboratoire trouvé lors d'un essai d'aptitude. Les méthodes d'obtention de l'écart-type pour les essais d'aptitude sont spécifiées dans l'Article 6 et les critères qui le comparent aux estimations du biais de laboratoire sont spécifiés dans l'Article 7.

Si l'incertitude type u_X de la valeur assignée est trop grande par rapport à l'écart-type pour les essais d'aptitude $\hat{\sigma}$, certains laboratoires risquent de recevoir des signaux d'action et d'avertissement en raison d'une inexactitude dans la détermination de la valeur assignée et non pas pour une raison quelconque liée aux laboratoires mêmes. C'est pourquoi, l'incertitude type de la valeur assignée doit être fixée et indiquée aux laboratoires participant aux programmes d'essais d'aptitude (voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, A.1.4 et A.1.6).

Si

$$u_X \leq 0,3 \hat{\sigma} \quad (1)$$

alors l'incertitude de la valeur assignée est négligeable et ne nécessite pas d'être incluse dans l'interprétation des résultats de l'essai d'aptitude.

Si ces lignes directrices ne sont pas satisfaites, le coordonnateur doit envisager de procéder comme suit.

- a) Rechercher une méthode pour déterminer la valeur assignée de telle sorte que son incertitude réponde à la ligne directrice énoncée ci-dessus.
- b) Utiliser l'incertitude de la valeur assignée dans l'interprétation des résultats de l'essai d'aptitude (voir 7.5 sur les nombres E_n ou 7.6 sur les scores z').
- c) Informer les participants à l'essai d'aptitude que l'incertitude de la valeur assignée n'est pas négligeable.

EXEMPLE Supposons que la valeur assignée X est déterminée comme étant la moyenne \bar{x} des résultats d'essais réalisés dans 11 laboratoires et que l'écart-type pour les essais d'aptitude est déterminé comme étant l'écart-type s de ces mêmes 11 résultats, de sorte qu'on a $\hat{\sigma} = s$. Comme première approximation, l'incertitude type de la valeur assignée

dans ce cas peut être estimée à $u_x = s/\sqrt{11} = 0,3s$, ainsi l'exigence semble satisfaite. Cependant, l'exigence ne peut pas être satisfaite dans cette situation s'il y a moins de 11 laboratoires. De plus, l'incertitude de la valeur assignée sera supérieure par $s/\sqrt{11}$ si les échantillons ne sont pas homogènes ou s'ils sont instables ou s'il existe un facteur provoquant un biais commun dans les résultats des laboratoires (par exemple, si tous les laboratoires utilisent le même étalon de référence).

4.3 Lignes directrices pour choisir le nombre de mesurages à répéter

La variation de répétabilité entraîne une variation entre les biais de laboratoire dans un essai d'aptitude. Si la variation de la répétabilité est trop grande par rapport à l'écart-type pour les essais d'aptitude, les résultats de l'essai d'aptitude risquent d'être irréguliers. Dans cette situation, un laboratoire peut avoir un biais important dans un cycle d'essais, mais pas dans le suivant, et il aura des difficultés à en identifier la cause.

Par conséquent, lorsqu'il s'avère souhaitable de limiter l'influence de la variation de répétabilité, le nombre n de mesurages répétés, effectués par chaque laboratoire lors d'un essai d'aptitude, doit être choisi de façon que:

$$\sigma_r / \sqrt{n} \leq 0,3 \hat{\sigma} \tag{2}$$

où σ_r est l'écart-type de répétabilité établi lors d'une expérience interlaboratoires précédente.

Le facteur 0,3 est justifié par le fait que quand ce critère est satisfait, l'écart-type de répétabilité ne contribue pas à plus de 10 % de l'écart-type pour l'essai d'aptitude.

En outre, tous les laboratoires doivent réaliser le *même* nombre de mesurages répétés. (Les méthodes d'analyse données plus loin dans la présente Norme internationale supposent que cette exigence est satisfaite.) Si l'inégalité (2) n'est pas satisfaite, le nombre de mesurages à répéter doit être augmenté ou bien les résultats de l'essai d'aptitude doivent être interprétés avec prudence.

Cette approche suppose que les laboratoires présentent généralement une répétabilité semblable. Mais ce n'est pas toujours le cas. On peut alors procéder de la façon suivante pour que les méthodes décrites dans la présente Norme internationale puissent s'appliquer: il convient que le coordonnateur fixe le nombre n de mesurages répétés en utilisant une valeur type pour l'écart-type de répétabilité. Ensuite, il convient que chaque laboratoire vérifie qu'il répond à l'inégalité (2) avec son propre écart-type de répétabilité. Dans le cas contraire, il convient alors qu'il modifie sa procédure de mesurage de manière à obtenir un résultat d'essai égal à la moyenne d'un certain nombre de déterminations, nombre choisi pour que l'inégalité (2) soit satisfaite.

4.4 Homogénéité et stabilité des échantillons (voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, 5.6.2 et 5.6.3)

Des méthodes destinées à vérifier que les échantillons à utiliser dans un essai d'aptitude sont suffisamment homogènes et stables sont indiquées à l'Annexe B.

En cas d'utilisation d'une méthode de préparation d'échantillons ne répondant pas au critère d'homogénéité défini à l'Annexe B, des échantillons répétés doivent être essayés par les participants ou bien l'écart-type pour les essais d'aptitude doit tenir compte de l'hétérogénéité des échantillons, telle que spécifiée à l'Annexe B.

4.5 Définition des méthodes opérationnelles de mesure définies

Avec une méthode opérationnelle de mesure définie, le résultat de mesure est déterminé par la procédure de mesure. Par exemple, la granulométrie d'un matériau particulier peut être déterminée à l'aide de tamis à maille carrée ou de tamis à maille ronde. Il n'y a pas forcément de bonnes raisons de préférer l'un ou l'autre type de tamis, mais il se peut que les laboratoires utilisant différents types de tamis obtiennent des résultats différents, ce qui ne peut avoir lieu si le type de tamis est spécifié. Si un participant utilise une méthode différente de celle utilisée pour déterminer la valeur assignée, les résultats peuvent révéler un biais alors qu'il n'y a aucune erreur d'exécution.

Si les participants sont libres de choisir parmi des méthodes opérationnelles de mesure définies, il se peut qu'ils n'aboutissent pas à un consensus valable entre eux. Deux solutions se présentent pour résoudre ce problème:

- a) lorsqu'une méthode normalisée est d'emploi courant par les participants, elle permet de déterminer la valeur assignée et les participants sont priés de l'utiliser pour les essais d'aptitude;
- b) une valeur spécifique de la valeur assignée est fournie pour chacune des méthodes utilisées.

Une situation semblable apparaît lorsque le mesurande est spécifié, mais pas la procédure, un choix de même nature est alors à faire.

4.6 Présentation des données (voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, 6.2.3)

Pour les calculs nécessaires à effectuer dans les essais d'aptitude, il est recommandé que les résultats de mesure individuels ne soient pas arrondis de plus de $\sigma_r/2$.

Il doit être demandé aux participants de consigner les valeurs réelles de leurs résultats de mesure. Les résultats de mesure ne doivent pas être tronqués (c'est-à-dire que les résultats ne doivent pas être présentés sous la forme « < 0,1 » ou « inférieur à la limite de détection »). De même, lorsqu'un résultat négatif est observé, la valeur négative réelle doit être donnée (c'est-à-dire que les résultats ne doivent pas être notés comme étant égaux à zéro, même si, logiquement, le résultat de mesure ne peut pas être négatif). Les participants doivent être informés du fait que, s'ils fournissent des résultats tronqués sur un échantillon ou des zéros lorsque les résultats sont négatifs, l'ensemble des données concernant cet échantillon seront exclues de l'analyse. Si nécessaire, le formulaire utilisé pour consigner les résultats peut contenir un encadré pour permettre à un participant d'indiquer qu'un résultat est au-dessous de la limite de détection.

4.7 Période de validité des résultats d'essais d'aptitude

La période de validité du résultat obtenu par un laboratoire sur un seul cycle d'un programme d'essais d'aptitude se limite à la période de ce cycle d'essais par le laboratoire. Par conséquent, si un laboratoire obtient un résultat satisfaisant sur un seul cycle, ce résultat ne doit pas être utilisé pour soutenir une réclamation selon laquelle le laboratoire a obtenu des données fiables en toute occasion.

Un laboratoire engagé dans un système qualité et enregistrant un historique des résultats satisfaisants pendant plusieurs cycles d'un programme d'essais d'aptitude doit être en droit d'utiliser les résultats comme la preuve qu'il est capable d'obtenir régulièrement des données fiables.

5 Détermination de la valeur assignée et de son incertitude type

5.1 Choix de la méthode de détermination de la valeur assignée

Cinq façons de déterminer la valeur assignée X sont décrites en 5.2 à 5.6. C'est au coordonnateur que doit incomber la responsabilité de choisir entre ces méthodes, après avoir consulté des experts techniques comme spécifié dans l'ISO/CEI Guide 43-1. Il est peu probable que les méthodes décrites en 5.5 et en 5.6 soient applicables lorsque les laboratoires participant au programme sont peu nombreux. Les méthodes de calcul de l'incertitude type u_X de la valeur assignée, données dans le présent paragraphe, seront généralement adaptées aux applications pour lesquelles elles sont utilisées dans la présente Norme internationale. D'autres méthodes peuvent être utilisées dans la mesure où elles sont fondées sur une base statistique éprouvée et où la méthode utilisée est décrite dans le plan documenté du programme.

La détermination de la valeur assignée relève de la responsabilité du coordonnateur. La valeur assignée ne doit pas être dévoilée aux participants tant qu'ils n'ont pas fourni leurs résultats au coordonnateur. Le coordonnateur doit préparer un document détaillant comment la valeur assignée a été obtenue, l'identité des laboratoires intervenant dans la détermination de la valeur assignée et les déclarations de traçabilité et d'incertitude de mesure de la valeur assignée.

Le *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* fournit des lignes directrices sur l'évaluation des incertitudes de mesure.

La présente Norme internationale recommande l'utilisation de méthodes statistiques robustes lorsque l'on considère que ce sont les méthodes les plus appropriées (par exemple, comme en 5.5 et en 5.6). Sinon, des procédures impliquant la détection et la suppression de valeurs aberrantes peuvent être utilisées dans la

mesure où elles sont fondées sur une base statistique éprouvée et où la méthode utilisée est indiquée. L'ISO 5725-2 donne des recommandations sur l'utilisation de tests de recherche de valeurs aberrantes.

5.2 Formulation [voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, A.1.1, alinéa a)]

5.2.1 Généralités

Le matériau d'essai peut être préparé en mélangeant les constituants dans des proportions spécifiées ou en ajoutant une proportion spécifiée d'un constituant à un matériau de base. Dans ce cas, la valeur assignée X est calculée à partir des masses utilisées.

Cette approche est particulièrement adaptée lorsque les échantillons individuels le permettent et qu'il faut déterminer la proportion des constituants ou de l'additif. Il n'est alors pas nécessaire de préparer une quantité en vrac et d'avoir à s'assurer de son homogénéité. Cependant, lorsque la formulation donne des échantillons dans lesquels le mélange est moins homogène que dans les matériaux classiques ou dans une forme différente, il peut être préférable d'utiliser une autre approche.

5.2.2 Incertitude type u_X de la valeur assignée

Lorsque la valeur assignée est calculée à partir de la formulation du matériau d'essai, l'incertitude type est estimée par la combinaison des incertitudes selon l'approche décrite dans le *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*. Par exemple, en analyse chimique, les incertitudes seront généralement associées à des mesurages gravimétriques et volumétriques.

Cette méthode (en analyse chimique) est limitée, car il faut prendre des précautions pour garantir:

- a) que le matériau de base ne comporte effectivement aucune trace de l'additif ou que la proportion de l'additif dans le matériau de base est connue précisément;
- b) que les constituants sont mélangés de manière homogène (si cela est requis);
- c) que toutes les sources d'erreur sont identifiées (par exemple, on ne réalise pas toujours que le verre absorbe les composés du mercure, de sorte que la concentration d'une solution aqueuse d'un composé du mercure peut être altérée par son contenant);
- d) qu'il n'y a aucune interaction entre les constituants et la matrice.

5.2.3 Exemple: Détermination de la teneur en ciment du béton durci

Dans ce cas, les spécimens de béton peuvent être préparés en pesant des quantités de constituants (ciment, granulats et eau) et en les mélangeant pour former chaque échantillon de béton. Cette approche est satisfaisante, car l'exactitude avec laquelle les spécimens peuvent être préparés est bien supérieure à celle de la méthode d'analyse utilisée pour déterminer la teneur en ciment.

5.3 Valeurs de référence certifiées [voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, A.1.1, alinéa b)]

5.3.1 Généralités

Lorsque le matériau utilisé dans un essai d'aptitude est un matériau de référence certifié (MRC), sa valeur de référence certifiée est utilisée comme étant la valeur assignée X .

5.3.2 Incertitude type u_X de la valeur assignée

Lorsqu'un matériau de référence certifié (MRC) est utilisé comme matériau d'essai, l'incertitude type de la valeur assignée est déduite des informations sur l'incertitude figurant sur le certificat.

Cette approche a des limites dans la mesure où il peut être onéreux de fournir un échantillon d'un matériau de référence certifié à chaque participant à un essai d'aptitude.

5.3.3 Exemple: Valeur Los Angeles de granulats

La «valeur Los Angeles» est une mesure de la résistance mécanique des granulats utilisés pour la construction des routes. Les résultats de cette mesure sont exprimés en «unités LA». Dans un processus de certification d'un matériau de référence, un grand nombre d'échantillons d'un granulat particulier ont été préparés et certains de ces échantillons ont été utilisés dans une expérience interlaboratoires à laquelle participaient 28 laboratoires. Une valeur assignée de $X_{CRM} = 21,62$ unités LA a pu être établie avec une incertitude type de $u_{X,CRM} = 0,26$ unités LA. Les échantillons restants de ce granulat ont pu être utilisés dans des essais d'aptitude.

5.4 Valeurs de référence [Voir l'ISO/CEI Guide 43-1:1997, A.1.1, alinéa c)]

5.4.1 Généralités

Dans cette approche, on prépare tout d'abord des échantillons du matériau qui doit devenir le matériau de référence (MR), pour les distribuer aux participants. Un certain nombre de ces échantillons sont ensuite sélectionnés au hasard et soumis à des essais avec des matériaux de référence certifiés, dans un seul laboratoire, avec une méthode de mesure appropriée et dans des conditions de répétabilité (telles qu'elles sont définies dans l'ISO 3534-2). La valeur assignée X_{RM} du matériau d'essai est donc déduite d'un étalonnage par rapport à des valeurs de référence certifiées des MRC.

5.4.2 Incertitude type u_X de la valeur assignée

Lorsque la valeur assignée d'un matériau d'essai est déduite des résultats d'une série d'essais sur ce matériau et sur des MRC, l'incertitude type de la valeur assignée est déduite des résultats d'essai et des incertitudes des valeurs de référence certifiées des MRC. Si le matériau d'essai et les MRC ne sont pas semblables (différence de matrice, de composition, de niveau de résultats), alors l'incertitude qui en découle doit aussi être prise en compte. (standards.iteh.ai)

Cette méthode permet de déterminer la valeur assignée de façon traçable à ces valeurs certifiées de MRC, avec une incertitude type pouvant être calculée, et économise le coût de distribution des MRC à tous les participants. Il y a de bonnes raisons de préférer cette méthode à d'autres. Néanmoins, la méthode suppose qu'il n'y a pas d'interactions entre les matériaux utilisés et les conditions d'essai.

L'exemple donné en 5.4.3 illustre comment l'incertitude requise peut être calculée dans le cas simple où la valeur assignée d'un matériau d'essai est déterminée par comparaison directe à un seul MRC.

5.4.3 Exemple: Valeur Los Angeles de granulats

Le MRC décrit dans l'exemple en 5.3 peut être utilisé pour déterminer la valeur assignée d'un MR qui est un autre granulat semblable. Cette détermination nécessite une série d'essais qui doivent être effectués dans un seul laboratoire, sur des échantillons des deux granulats, en appliquant la même méthode de mesure et dans des conditions de répétabilité. Si

X_{CRM} est la valeur assignée pour le MRC

X_{RM} est la valeur assignée pour le MR

D_i est la différence (MR – MRC) entre la moyenne des résultats du MR et du MRC sur les $i^{\text{èmes}}$ échantillons

\bar{D} est la moyenne des différences D_i

alors

$$X_{RM} = X_{CRM} + \bar{D} \quad (3)$$

L'incertitude type de la valeur assignée du MR peut être calculée ainsi:

$$u_{X, RM} = \sqrt{u_{X, CRM}^2 + u_{\bar{D}}^2} \quad (4)$$