
Matériaux de référence — Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité

Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO Guide 35:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f0f2e22-df41-464e-abc9-da0dc7a7b0fb/iso-guide-35-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f0f2e22-df41-464e-abc9-da0dc7a7b0fb/iso-guide-35-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 35:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f0f2e22-df41-464e-abc9-da0dc7a7b0fb/iso-guide-35-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	vi
Introduction.....	vii
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles	3
5 Conventions	4
6 Vue d'ensemble de la production des matériaux de référence	5
6.1 Généralités.....	5
6.2 Résumé du plan de projet.....	5
6.3 Obtention du matériau de départ.....	6
6.4 Études de faisabilité.....	7
6.5 Procédé de fabrication du matériau de référence.....	7
6.6 Évaluation de l'homogénéité.....	7
6.7 Évaluation de la stabilité.....	7
6.8 Choix des procédures de mesure.....	8
6.9 Traçabilité métrologique.....	8
6.10 Caractérisation et évaluation de l'incertitude.....	8
6.11 Évaluation de la commutabilité.....	8
6.12 Questions relatives au transport.....	9
6.13 Attribution de la valeur.....	9
6.14 Surveillance de la stabilité.....	9
6.15 Matériaux de référence produits en lots répétés.....	9
7 Évaluation de l'homogénéité	10
7.1 Préambule.....	10
7.2 Nécessité d'une étude expérimentale d'homogénéité.....	11
7.3 Propriétés à étudier.....	11
7.4 Programmes d'échantillonnage statistiquement valides.....	12
7.4.1 Nombre minimal d'unités pour une étude d'homogénéité.....	12
7.4.2 Utilisation de l'analyse de puissance statistique.....	13
7.4.3 Stratégie d'échantillonnage d'une étude d'homogénéité.....	14
7.5 Choix et mise en œuvre de la procédure de mesure pour une étude d'homogénéité.....	15
7.5.1 Choix de la procédure de mesure.....	15
7.5.2 Réalisation des mesurages pour les études d'homogénéité.....	15
7.6 Plans d'étude d'homogénéité.....	17
7.6.1 Objectif d'une étude d'homogénéité.....	17
7.6.2 Plan simple d'homogénéité: mesurage en une seule campagne.....	18
7.6.3 Plan en blocs aléatoires.....	19
7.6.4 Plan emboîté équilibré.....	19
7.6.5 Autres stratégies.....	20
7.7 Évaluation d'une étude d'homogénéité.....	20
7.7.1 Examen initial des tendances des mesures et des valeurs aberrantes.....	20
7.7.2 Examen de la dérive de production.....	22
7.7.3 Évaluation du terme inter-unités: plan de base.....	22
7.7.4 Évaluation du terme inter-unités: plan en blocs aléatoires.....	22
7.7.5 Évaluation du terme inter-unités: plan emboîté équilibré.....	23
7.7.6 Autres plans d'homogénéité et autres méthodes d'estimation.....	23
7.8 Répétabilité insuffisante de la procédure de mesure.....	24
7.9 Homogénéité intra-unité.....	24
7.9.1 Évaluation de la nécessité d'une étude d'homogénéité intra-unité.....	24
7.9.2 Essai visant à déceler une hétérogénéité intra-unité significative.....	24
7.9.3 Évaluation de la taille minimale d'échantillon.....	26

7.10	Contrôle d'homogénéité suffisante	27
7.11	Évaluation de l'incertitude à partir d'études d'homogénéité	28
8	Évaluation et surveillance de la stabilité	28
8.1	Préambule	28
8.2	Évaluation de la stabilité	30
8.2.1	Exigence applicable à l'évaluation de la stabilité	30
8.2.2	Types de stabilité (d'instabilité)	30
8.2.3	Méthodes générales d'évaluation de la stabilité	30
8.2.4	Nécessité d'une étude expérimentale de stabilité	31
8.3	Classification des études de stabilité	32
8.3.1	Généralités	32
8.3.2	Classification selon les conditions de mesure	32
8.3.3	Classification selon la durée et les conditions de l'étude de stabilité	33
8.3.4	Classification selon l'objectif de l'étude	33
8.3.5	Plans destinés à différentes conditions de stockage et de traitement	34
8.4	Exigences générales pour des études de stabilité efficaces	35
8.4.1	Vue d'ensemble des exigences	35
8.4.2	Sélection d'unités	35
8.4.3	Procédure(s) de mesure adéquate(s) pour les études de stabilité	35
8.4.4	Plan expérimental approprié	35
8.5	Évaluation des résultats des études de stabilité	36
8.5.1	Considérations générales concernant le traitement des données d'étude de stabilité	36
8.5.2	Étude de stabilité de base: plusieurs points dans le temps pour une seule condition de stockage	37
8.5.3	Plans isochrones	39
8.5.4	Études de stabilité accélérées avec plusieurs conditions d'exposition	42
8.5.5	Autres sources de variation aléatoire dans les études de stabilité	44
8.6	Dispositions à prendre en cas de découverte d'une tendance significative dans une étude de stabilité	45
8.7	Évaluation de l'incertitude à partir des études de stabilité	45
8.7.1	Considérations générales concernant l'évaluation de l'incertitude à partir des études de stabilité	45
8.7.2	Sources d'incertitude pour une évolution prédite dans le temps	46
8.7.3	Évaluation des incertitudes de stabilité en l'absence de tendance significative	46
8.7.4	Évaluation des incertitudes de stabilité en présence d'une tendance significative connue	47
8.8	Estimation de la durée de vie de stockage («durée de conservation») à partir d'une étude de stabilité	48
8.9	Instructions d'utilisation associées à la gestion de la stabilité	48
8.10	Surveillance de la stabilité	48
8.10.1	Exigences en matière de surveillance	48
8.10.2	Choix du premier point de surveillance et de la(des) périodicité(s) de surveillance	49
8.10.3	Approches expérimentales et évaluation pour la surveillance de la stabilité	50
9	Caractérisation du matériau	52
9.1	Préambule	52
9.2	Établissement de la traçabilité métrologique	53
9.2.1	Principe	53
9.2.2	Références métrologiques	53
9.2.3	Types de mesurandes	53
9.2.4	Effet d'une préparation ou d'un prétraitement d'échantillon	54
9.2.5	Vérification de la traçabilité	55
9.3	Caractérisation utilisant une seule procédure de mesure de référence (comme défini dans le Guide ISO/IEC 99) par un seul laboratoire	55
9.3.1	Caractérisation par une procédure de mesure de référence sans comparaison directe avec un MRC du même type	55

9.3.2	Caractérisation par transfert de valeur d'un matériau de référence à un matériau de référence candidat très similaire, à l'aide d'un résultat d'une procédure de mesure réalisé par un seul laboratoire.....	56
9.3.3	Sélection des unités de MR pour caractérisation par un laboratoire.....	57
9.3.4	Méthodes de formulation.....	58
9.4	Caractérisation d'un mesurande à l'aide d'au moins deux procédures validées, dans un ou plusieurs laboratoires compétents.....	58
9.4.1	Concept.....	58
9.4.2	Conception de l'étude.....	59
9.4.3	Évaluation.....	61
9.4.4	Études utilisant plusieurs procédures de mesure dans un seul laboratoire.....	61
9.5	Caractérisation d'un mesurande défini expérimentalement par un réseau de laboratoires compétents.....	62
9.5.1	Concept.....	62
9.5.2	Mise en place d'une étude.....	62
9.5.3	Évaluation.....	63
9.6	Pureté.....	63
9.6.1	Généralités.....	63
9.6.2	Détermination directe de la pureté.....	63
9.6.3	Détermination indirecte de la pureté.....	63
9.7	Identité.....	64
9.7.1	Matériaux certifiés sur la base de leur provenance.....	64
9.7.2	Matériaux d'identité certifiée sur la base de mesurages.....	65
9.8	Présence/absence.....	67
9.9	Échelles ordinales.....	67
9.10	Propriétés qualitatives.....	68
9.11	Caractérisation de valeurs non certifiées.....	68
10	Évaluation de l'incertitude de mesure.....	68
10.1	Base de l'évaluation de l'incertitude d'une valeur de propriété d'un MRC.....	68
10.2	Modèle de base pour une caractérisation de lot.....	68
10.3	Sources d'incertitude.....	69
10.4	Intervalle de dispersion et facteurs d'élargissement.....	70
Annexe A (informative) Conception et évaluation des études pour la caractérisation d'un mesurande ne dépendant pas de la procédure de mesure à l'aide de deux procédures de mesure ou plus d'exactitude démontrable, dans un ou plusieurs laboratoires compétents.....		71
Annexe B (informative) Approches statistiques.....		83
Annexe C (informative) Exemples.....		95
Annexe D (informative) Évaluation de l'incertitude de mesure.....		105
Bibliographie.....		107

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/REMCO, comité pour les matériaux de référence de l'ISO.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (Guide ISO 35:2006).

Introduction

La production de matériaux de référence (MR) joue un rôle primordial dans l'amélioration et le maintien d'un système de mesure cohérent à travers le monde. Comme cela est détaillé dans le Guide ISO 33,^[1] des MR aux caractéristiques différentes sont utilisés lors des mesurages, par exemple pour l'étalonnage, le contrôle de la qualité, les essais d'aptitude et la validation de méthode, ainsi que pour l'attribution de valeurs à d'autres matériaux. Des matériaux de référence certifiés (MRC) sont également employés pour confirmer ou établir la traçabilité métrologique à des échelles de mesure usuelles, comme l'indice d'octane, les échelles de dureté et le pH.

Pour que l'on puisse effectuer des comparaisons d'un pays à un autre et d'un instant à un autre, il faut que les mesures soient traçables à des références établies appropriées. Les MRC jouent un rôle clé dans la mise en œuvre du concept de traçabilité des résultats de mesure pour les sciences des substances et des matériaux, comme la chimie, la biologie et la physique. Les laboratoires utilisent ces MRC, faciles à se procurer, comme étalons pour établir la traçabilité de leurs résultats de mesure à des Normes internationales. Les valeurs de propriétés d'un MRC peuvent être rendues traçables au système international d'unités (SI) ou à d'autres références internationalement reconnues pendant la production. Le présent document explique comment mettre au point des approches conduisant à des valeurs de propriétés bien établies qui seront rendues traçables à des références établies appropriées.

Les producteurs de matériaux de référence (PMR) peuvent consulter une Norme internationale et les trois Guides ISO qui traitent de la production et de la certification des MR pour s'assurer que la qualité des MR satisfait aux exigences des utilisateurs finaux.

- L'ISO 17034 spécifie les exigences générales auxquelles un PMR doit satisfaire pour démontrer sa compétence.
- Le Guide ISO 35 donne des lignes directrices plus spécifiques concernant des questions techniques et explique les concepts de processus, tels que l'évaluation de l'homogénéité, l'évaluation de la stabilité et la caractérisation pour la certification des MR.
- Le Guide ISO 31^[2] décrit le contenu des certificats pour les MRC, et des documents d'accompagnement pour les autres MR.
- Le Guide ISO 30^[68] contient les termes et définitions ayant trait aux matériaux de référence.

Parallèlement aux développements que connaissent les approches pour la production de MR, le nombre de classes de MR croît au rythme des avancées technologiques, augmentant ainsi le besoin en termes de lignes directrices techniques plus largement applicables à la production de MR. En outre, les laboratoires étant de plus en plus nombreux à s'appuyer sur l'ISO/IEC 17025^[52] et l'ISO 15189,^[71] des déclarations claires de traçabilité métrologique sont de plus en plus souvent demandées.

Le présent document fournit des lignes directrices détaillées concernant une plus grande diversité de plans d'étude d'homogénéité, et décrit un éventail plus complet de stratégies de gestion de la stabilité que dans le Guide ISO 35:2006. Il contient également des dispositions spécifiques sur l'établissement de la traçabilité métrologique dans la production de MR.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO Guide 35:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f0f2e22-df41-464e-abc9-da0dc7a7b0fb/iso-guide-35-2017>

Matériaux de référence — Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité

1 Domaine d'application

Le présent document explique des concepts et offre des approches concernant les aspects suivants de la production de matériaux de référence:

- l'évaluation de l'homogénéité;
- l'évaluation de la stabilité et la gestion des risques associés aux problèmes potentiels de stabilité liés aux propriétés d'intérêt;
- la caractérisation et l'attribution de valeurs pour les propriétés d'un matériau de référence;
- l'évaluation de l'incertitude pour des valeurs certifiées;
- l'établissement de la traçabilité métrologique des valeurs de propriétés certifiées.

Les lignes directrices données viennent appuyer la mise en œuvre de l'ISO 17034. D'autres approches peuvent également être utilisées tant que les exigences de l'ISO 17034 sont satisfaites.

Le présent document donne des lignes directrices succinctes concernant la nécessité d'évaluer la commutabilité (6.11), mais ne procure aucun détail technique à ce sujet. Une courte introduction sur la caractérisation des propriétés qualitatives (9.6 à 9.10) est fournie avec des lignes directrices succinctes concernant l'échantillonnage de tels matériaux pour les essais d'homogénéité (Article 7). Néanmoins, le présent document ne traite pas des méthodes statistiques pour l'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux de référence en ce qui concerne les propriétés qualitatives. Le présent document ne s'applique pas non plus aux grandeurs à plusieurs variables, telles que les données spectrales.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3534-2, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 2: Statistique appliquée*

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

Guide ISO 30, *Matériaux de référence — Termes et définitions choisis*

Guide ISO/IEC 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

NOTE Le «Vocabulaire international de métrologie» sera par la suite dénommé «VIM».

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans le Guide ISO 30, le Guide ISO/IEC 99, l'ISO 3534-2 et l'ISO 3534-3 ainsi que les suivants s'appliquent. Les définitions du Guide ISO 30 doivent primer lorsque plusieurs définitions existent pour le même terme.

ISO GUIDE 35:2017(F)

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 matériau de référence MR

matériau, suffisamment homogène et stable quant à une ou plusieurs propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue dans un processus de mesure

Note 1 à l'article: MR est un terme générique.

Note 2 à l'article: Les propriétés peuvent être quantitatives ou qualitatives, par exemple l'identité de substances ou d'espèces.

Note 3 à l'article: Les utilisations prévues peuvent être l'étalonnage d'un système de mesure, l'évaluation d'une méthode de mesure, l'assignation de valeurs à d'autres matériaux et le contrôle de la qualité.

Note 4 à l'article: Le Guide ISO/IEC 99:2007^[3] donne une définition analogue (5.13), mais restreint l'utilisation du terme «mesurage» à des valeurs quantitatives. Cependant, le Guide ISO/IEC 99:2007, 5.13, Note 3 (VIM), inclut spécialement les «propriétés qualitatives».

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.1.1]

3.2 matériau de référence certifié MRC

MR caractérisé par une procédure métrologiquement valide applicable à une ou plusieurs propriétés spécifiées et accompagné d'un certificat de MR qui indique la valeur de la propriété spécifiée, son incertitude associée, et une expression de la traçabilité métrologique

Note 1 à l'article: Le concept de valeur inclut une propriété nominale ou un attribut qualitatif tels que l'identité ou la séquence. Les incertitudes concernant ces propriétés peuvent être exprimées par des probabilités ou des niveaux de confiance.

Note 2 à l'article: Des procédures métrologiquement valides applicables à la production et à la certification de MR sont données, entre autres, dans l'ISO 17034 et le Guide ISO 35.

Note 3 à l'article: Le Guide ISO 31^[2] donne des indications sur le contenu des certificats de MR.

Note 4 à l'article: Le Guide ISO/IEC 99:2007^[3] donne une définition analogue (5.14).

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.1.2]

3.3 modèle de mesure

relation mathématique entre toutes les grandeurs qui interviennent dans un mesurage[SOURCE: Guide ISO/IEC 99:2007, 2.48^[3]]

3.4 valeur de propriété

<d'un matériau de référence (MR)> valeur correspondant à une grandeur qui représente une propriété physique, chimique ou biologique d'un MR

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.2.1]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.5**valeur certifiée**

valeur, assignée à une propriété d'un matériau de référence (MR) accompagnée d'une incertitude et d'une déclaration de traçabilité métrologique, identifiée comme telle dans le certificat du MR certifié

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.2.3]

3.6**valeur indicative**

valeur informative

valeur d'une grandeur ou propriété d'un matériau de référence, donnée uniquement à titre d'information

Note 1 à l'article: Une valeur indicative ne peut pas être utilisée comme référence dans une chaîne de traçabilité métrologique.

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.2.4]

3.7**étalon**

matériau de référence utilisé pour l'étalonnage de l'équipement ou un mode opératoire de mesurage

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.1.21]

3.8**matériau de contrôle de la qualité**

matériau de référence utilisé pour le contrôle de la qualité d'un mesurage

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.1.22]

3.9**étude de stabilité isochrone**

étude expérimentale de stabilité d'un matériau de référence, au cours de laquelle plusieurs unités exposées à des conditions et des durées de stockage différentes sont analysées sur un court intervalle de temps

3.10**production**

<d'un matériau de référence (MR)> ensemble des activités et tâches nécessaires conduisant à l'émission et à la maintenance d'un MR (certifié ou non certifié)

Note 1 à l'article: Il s'agit, par exemple, d'activités de planification, de contrôle, de manutention et stockage du matériau, de traitement du matériau, d'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité, de caractérisation, d'attribution de valeurs de propriétés et leurs incertitudes, d'autorisation et d'émission de certificats de MR et autres déclarations.

[SOURCE: Guide ISO 30:2015, 2.3.7]

4 Symboles

a	nombre d'unités de matériau de référence incluses dans une étude d'homogénéité
d	biais de mesure
k	facteur ou indice d'élargissement
L_d	limite de détection (valeur minimale détectable de la variable nette d'état) calculée à l'aide des méthodes de l'ISO 11843-1[43]
N_{\min}	nombre minimal d'unités de MR pour une étude d'homogénéité menée sur des lots de plus de 100 unités

ISO GUIDE 35:2017(F)

N_{prod}	nombre d'unités de MR produites dans un même lot
n_r	nombre de campagnes d'un plan d'étude d'homogénéité en blocs ou emboîté
p	nombre de moyennes de laboratoire, dans un exercice de certification interlaboratoires
s_{bb}	composante inter-unités de la variance d'une étude d'homogénéité, exprimée sous la forme d'un écart-type
s_r	écart-type de répétabilité
s_R	écart-type de reproductibilité
t_{ts}	durée d'une étude de stabilité à long terme
U_{CRM}	incertitude élargie associée à une valeur de propriété du MRC
u_{bb}	incertitude-type associée à la variabilité inter-unités
u_{char}	incertitude-type associée à une valeur attribuée dans le cadre d'une étude de caractérisation
u_{CRM}	incertitude-type associée à une valeur de propriété du MRC
u_{trg}	incertitude de mesure cible, exprimée sous la forme d'une incertitude-type, pour la valeur d'une propriété à certifier
u_{hom}	incertitude-type associée à l'hétérogénéité
u_{ts}	incertitude-type associée à la stabilité à long terme
u_{mon}	incertitude-type associée à une valeur obtenue par mesurage d'un MR au niveau d'un point de surveillance
u_{trn}	incertitude-type associée à la stabilité de transport du matériau
u_{wb}	incertitude-type associée à l'hétérogénéité intra-unité
x_{CRM}	valeur d'une propriété d'un MRC
\hat{x}	valeur estimée obtenue à partir d'un estimateur statistique robuste
x_{mon}	valeur obtenue par mesurage d'une valeur de propriété de MR au niveau d'un point de surveillance
x	fraction molaire
y_{char}	valeur attribuée à un matériau de référence dans le cadre d'une étude de caractérisation

Les autres symboles utilisés dans certains paragraphes sont définis au niveau de leur première occurrence dans le texte.

5 Conventions

Le présent document emploie les conventions suivantes:

- un mesurande est spécifié de telle façon qu'il n'existe qu'une unique «valeur vraie»;
- sauf mention contraire, toutes les évaluations de probabilité décrites dans le présent document reposent sur l'hypothèse de normalité;

- c) tout au long du présent document, la loi de propagation de l'incertitude est utilisée pour la combinaison des contributions à l'incertitude de mesure. Il est également admis, voire nécessaire dans certains cas, d'utiliser d'autres méthodes d'évaluation de l'incertitude de mesure. Des lignes directrices supplémentaires à ce sujet sont données dans le Guide ISO/IEC 98-3, «*Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*» et ses suppléments (voir Références [5] et [6]).

NOTE 1 Il se peut que la variation inter-unités associée à l'hétérogénéité et aux modifications dues à l'instabilité ne suive pas une loi normale et aboutisse à des distributions asymétriques.

NOTE 2 Le «*Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*» sera par la suite dénommé «GUM».

6 Vue d'ensemble de la production des matériaux de référence

6.1 Généralités

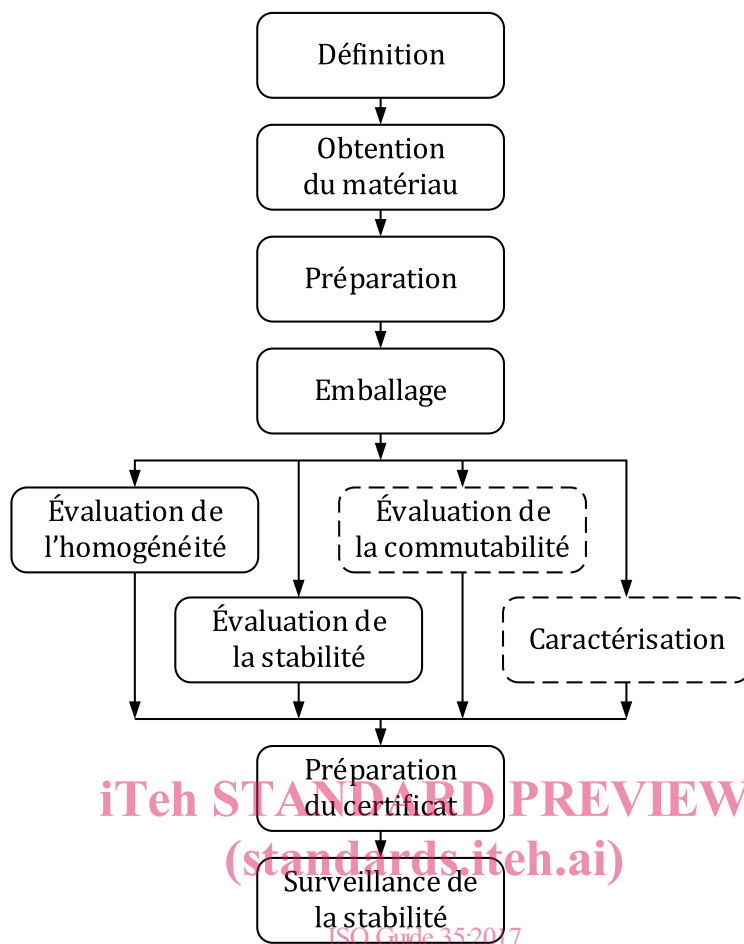
La production et la distribution d'un matériau de référence nécessitent une planification minutieuse préalablement à toute activité réelle dans le cadre du projet. Les paragraphes suivants donnent un rapide aperçu des étapes qui interviennent dans la production d'un matériau de référence, puis une description des principales problématiques rencontrées lors de la planification de chaque étape. Des lignes directrices détaillées sur l'évaluation de l'homogénéité, l'évaluation de la stabilité et la caractérisation sont respectivement données aux [Articles 7, 8 et 9](#).

6.2 Résumé du plan de projet

La production d'un matériau de référence implique la réalisation des étapes suivantes:

- a) définition du MR, c'est-à-dire de la matrice, des propriétés à caractériser et des niveaux souhaités les concernant, de l'usage prévu du matériau et, pour les MRC, de l'incertitude cible [72];
- b) conception d'une procédure pour l'approvisionnement en matériau;
- c) conception d'une procédure de fabrication et/ou préparation du matériau de référence;
- d) sélection de procédures de mesure appropriées pour les études de caractérisation, d'homogénéité et de stabilité;
- e) prise en considération de la traçabilité métrologique pour chaque propriété analysée, en particulier pour les MRC, pour lesquels une déclaration de traçabilité métrologique est requise;
- f) évaluation de l'homogénéité;
- g) évaluation de la stabilité;
- h) évaluation de la commutabilité (si requise);
- i) caractérisation du matériau de référence;
- j) combinaisons des résultats issus des études d'homogénéité, des études de stabilité et, pour le MRC, de l'évaluation des incertitudes de mesure pour les valeurs certifiées;
- k) préparation d'un certificat ou d'une feuille d'information relative au produit et, si approprié, d'un rapport de production et/ou de certification;
- l) spécification des conditions de stockage et de transport;
- m) surveillance de la stabilité après production.

Les principales étapes sont schématisées à la [Figure 1](#).



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO Guide 35:2017

NOTE 1 La figure offre une vue schématique des principales étapes qui interviennent dans la production et la maintenance d'un matériau de référence. Les étapes entourées de pointillés ne sont pas toujours nécessaires.

NOTE 2 Sur ce schéma, l'«emballage» inclut la subdivision en unités individuelles dans des contenants adéquats en vue de la distribution.

NOTE 3 Sur ce schéma, la «préparation du certificat» inclut tous les types de documents qui peuvent être fournis avec un matériau de référence, y compris un certificat, une feuille d'information relative au produit, un rapport de certification, etc.

Figure 1 — Vue schématique d'un projet de production de matériau de référence

6.3 Obtention du matériau de départ

Dans un projet de production de matériau de référence, la première chose à faire est d'obtenir une quantité suffisante de matériau(x) de départ présentant les propriétés souhaitées. Le [paragraphe 6.5](#) évoque rapidement la production de matériaux présentant les propriétés d'intérêt. La quantité de matériau nécessaire est déterminée par les aspects suivants:

- le nombre d'unités de MR nécessaires pour une distribution pendant toute la durée de vie prévue du MR;
- le nombre d'unités nécessaires pour l'étude d'homogénéité;
- le nombre d'unités nécessaires pour l'étude de stabilité;
- le nombre d'unités nécessaires pour la caractérisation du MR candidat;
- le nombre d'unités requises pour surveiller la stabilité sur toute la durée de vie prévue du matériau;

- la taille prévue de chaque unité de MR, qui doit être suffisante pour réaliser au moins un mesurage;
- la nécessité de réaliser une ou plusieurs études de faisabilité;
- éventuellement, la nécessité d'unités supplémentaires pour couvrir les imprévus comme, par exemple, des études de suivi pour répondre à des demandes de clients, un renouvellement de certification requis suite à une modification significative des conditions de stockage ou une augmentation du nombre de propriétés certifiées.

Le nombre d'unités d'un MR candidat qui sont nécessaires pour la distribution représente souvent, au moins en partie, un enjeu commercial et il convient d'examiner attentivement ce point avant d'entamer le recueil et le traitement de ce matériau. En outre, la stabilité à long terme prévue du matériau stocké peut influencer la quantité de matière qui peut être utilement produite. Il peut être sage de limiter le nombre d'unités produites pour les matériaux les moins stables de sorte à éviter tout gaspillage dû à la dégradation inévitable du matériau au fil du temps.

6.4 Études de faisabilité

Les études de faisabilité sont de brèves études destinées à traiter les aspects liés à la faisabilité de la production et de la caractérisation d'un matériau de référence suffisamment homogène et stable. Par exemple, des études de faisabilité à petite échelle menées au début du projet^[Z] peuvent notamment permettre de déterminer la meilleure façon de préparer le MR ou de lui assurer une stabilité suffisante.

S'il est prévu de caractériser le MR via une étude interlaboratoires, une étude de faisabilité peut permettre d'identifier les sources d'erreur possibles et permettre aux participants intervenant dans la caractérisation d'optimiser leurs équipements et leurs procédures.

NOTE Dans le cadre d'une étude de faisabilité visant à évaluer ou à améliorer les aptitudes des participants lors d'un exercice de caractérisation interlaboratoires (voir [Article 9](#)), l'emploi d'un matériau différent du MR candidat peut permettre d'éviter un biais indu des résultats des participants résultant de la connaissance préalable du MR candidat.

6.5 Procédé de fabrication du matériau de référence

Le procédé de fabrication peut faire intervenir divers processus, comme par exemple:

- la synthèse, la fabrication ou la formulation d'un matériau de référence de synthèse;
- le séchage, la lyophilisation, le broyage et/ou la filtration dans le cas de matériaux naturels;
- l'ajout d'agents de stabilisation;
- l'homogénéisation avant emballage.

Les procédures utilisées dépendent du matériau concerné et nécessitent généralement de suivre les recommandations d'un expert.

6.6 Évaluation de l'homogénéité

L'homogénéité est une exigence capitale pour tous les matériaux de référence; elle englobe l'homogénéité intra-unité et l'homogénéité inter-unités. L'homogénéité inter-unités est primordiale pour s'assurer que chaque unité de MR aura la même valeur pour chaque propriété. L'homogénéité intra-unité est cruciale si des sous-échantillons peuvent être prélevés par les utilisateurs du matériau à des fins de mesurage. [L'Article 7](#) donne des lignes directrices détaillées concernant l'évaluation de l'homogénéité.

6.7 Évaluation de la stabilité

Il convient que les matériaux de référence soient suffisamment stables en ce qui concerne leur usage prévu pour permettre à l'utilisateur de se fier à la valeur attribuée pendant toute la période de validité du certificat. En général, il est important d'examiner la stabilité dans des conditions de stockage à long