

---

---

**Produits pétroliers — Fidélité  
des méthodes de mesure et des  
résultats —**

**Partie 2:  
Application des valeurs de fidélité  
relatives aux méthodes d'essai**

*Petroleum and related products — Precision of measurement  
methods and results —*

*Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to  
methods of test*

ISO 4259-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dded4d73-3dfc-48c0-9096-d0638da06b0e/iso-4259-2-2017>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

ISO 4259-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dded4d73-3dfc-48c0-9096-d0638da06b0e/iso-4259-2-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b>	<b>iv</b>
<b>Introduction</b>	<b>v</b>
<b>1 Domaine d'application</b>	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b>	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b>	<b>1</b>
<b>4 Application et signification de la répétabilité (<math>r</math>) et de la reproductibilité (<math>R</math>)</b>	<b>2</b>
4.1 Généralités	2
4.2 Répétabilité, $r$	2
4.2.1 Généralités	2
4.2.2 Acceptabilité des résultats	2
4.2.3 Calculs des intervalles de confiance utilisant les résultats obtenus dans les conditions de répétabilité	3
4.3 Reproductibilité, $R$	4
4.3.1 Acceptabilité des résultats	4
4.3.2 Calculs des intervalles de confiance utilisant les résultats obtenus dans les conditions de reproductibilité	5
4.4 Utilisation de la reproductibilité pour déterminer les biais entre deux méthodes d'essai différentes qui visent à mesurer la même propriété	5
4.4.1 Généralité	5
4.4.2 Processus	6
<b>5 Spécifications</b>	<b>6</b>
5.1 But des spécifications	6
5.2 Établissement des limites de spécifications en liaison avec le domaine d'application et la fidélité de la méthode d'essai spécifiée	7
<b>6 Évaluation de la conformité de la qualité aux spécifications</b>	<b>8</b>
6.1 Généralités	8
6.2 Évaluation de la conformité de la qualité par le fournisseur	9
6.3 Évaluation de la conformité de la qualité par le destinataire	9
6.3.1 Généralités	9
6.3.2 Lot unique de produit	9
6.3.3 Lots multiples de produit	10
6.3.4 Procédure pour le destinataire de l'évaluation de conformité pour un seul lot de produit	11
<b>7 Procédure en cas de litige</b>	<b>12</b>
7.1 Résolution des litiges par la négociation	12
7.2 Utilisation de la méthode d'essai ou de la procédure en cas de litige	13
7.3 Procédure de résolution des litiges	13
7.4 Litige non résolu	14
7.5 Exemple de résolution d'un litige	15
<b>Annexe A (informative) Explication des formules données dans l'Article 4</b>	<b>17</b>
<b>Annexe B (informative) Résolution des litiges pour les spécifications établies à partir d'un degré prescrit de caractère critique</b>	<b>20</b>
<b>Annexe C (informative) Contrôle statistique dans l'exécution des méthodes d'essai par un laboratoire</b>	<b>23</b>
<b>Annexe D (informative) Approche générale de l'évaluation de biais en utilisant plusieurs produits</b>	<b>25</b>
<b>Annexe E (informative) Glossaire</b>	<b>27</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>28</b>

## 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 procédures suivies pour élaborer ce document et celles prévues pour sa maintenance sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il est recommandé, en particulier, que les différents critères d'approbation nécessaires pour les différents types de documents ISO soient notés. Ce document a été rédigé conformément aux règles de rédaction des Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails de tout droit de brevet identifié pendant l'élaboration du document seront dans l'Introduction et/ou dans la liste ISO de déclarations de brevets reçues (voir <https://www.iso.org/fr/iso-standards-and-patents.html>).

Tout nom commercial utilisé dans ce document est donné à titre informatif pour la commodité d'utilisateurs et ne constitue aucunement une approbation.

Pour une explication sur l'aspect volontaire des normes, la signification des termes et les expressions spécifiques ISO liés à l'évaluation de conformité, aussi bien que pour des informations concernant l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation Mondiale du Commerce (OMC) relatifs aux Obstacles Techniques au Commerce (OTC), voir l'URL suivante: <https://www.iso.org/fr/foreword-supplementary-information.html>.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes, carburants et lubrifiants d'origine naturelle ou synthétique*.

Cette première édition de l'ISO 4259-2 annule et remplace, avec l'ISO 4259-1, l'ISO 4259:2006 qui a fait l'objet d'une révision technique. Ce document reprend les [Articles 7](#) à 10 de l'ISO 4259 avec ses Annexes H et I. Les autres articles ainsi que les Annexes A à G de l'ISO 4259:2006 sont repris dans l'ISO 4259-1.

Une liste de toutes les parties de la série l'ISO 4259 se trouve sur le site web de l'ISO.

## Introduction

Pour les besoins de l'établissement de spécifications de produits et pour vérifier la conformité de ces produits à ces spécifications, les méthodes d'essai normalisées sont généralement référencées pour les caractéristiques des produits pétroliers commerciaux et des produits connexes. Deux ou plusieurs déterminations de la même caractéristique d'un échantillon donné, selon une méthode d'essai spécifique ou selon des méthodes d'essai différentes qui ont pour objet de mesurer la même caractéristique, ne donneront généralement pas exactement le même résultat. Il est donc nécessaire de tenir compte correctement de ce fait lors de l'établissement des spécifications du produit, de l'évaluation si les différences entre les résultats des essais sont conformes aux attentes statistiques et de la détermination de conformité à une spécification réalisés sur la base d'un nombre limité de résultats d'essais. En utilisant des estimations fondées sur les statistiques de la fidélité d'une méthode, ce qui suit peut être déterminé:

- une mesure objective de la fiabilité des limites des spécifications;
- une décision de conformité à une spécification;
- le degré de concordance attendu entre deux ou plusieurs résultats obtenus dans des conditions données.

Ce document décrit les applications de la fidélité de la méthode d'essai déterminée à partir de l'ISO 4259-1. Elle est destinée à être un document complémentaire de l'ISO 4259-1. Des précisions d'ordre normatives et informatives supplémentaires sur le mode d'utilisation de cette fidélité pour évaluer l'état «en contrôle statistique» et la fiabilité d'un laboratoire spécifique dans l'exécution d'une méthode d'essai sont fournies. En outre, l'approche générale pour juger de la concordance entre deux méthodes d'essai différentes qui visent à mesurer la même caractéristique est donnée.

Les deux parties de l'ISO 4259 regroupent toutes deux la détermination d'évaluations de la fidélité et l'application des données de fidélité. Elles s'alignent autant que possible sur l'ASTM D6300<sup>[1]</sup> concernant la détermination d'évaluations de la fidélité et sur l'ASTM D3244<sup>[2]</sup> pour l'utilisation des données d'essai.

Un glossaire des variables utilisées dans le présent document et dans l'ISO 4259-1 est donné en Annexe I de l'ISO 4259-1:2017.



# Produits pétroliers — Fidélité des méthodes de mesure et des résultats —

## Partie 2:

## Application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai

### 1 Domaine d'application

Le présent document prescrit la méthodologie pour l'application des estimations de fidélité d'une méthode d'essai déterminée selon l'ISO 4259-1. En particulier, il définit les procédures à suivre pour fixer les limites de spécification d'une caractéristique sur la base de la fidélité de la méthode d'essai qui permet de déterminer la caractéristique en utilisant une méthode d'essai spécifique et pour déterminer l'état de conformité à une spécification quand il y a des résultats contradictoires entre le fournisseur et le destinataire. D'autres applications de cette fidélité des méthodes d'essai sont brièvement décrites en principe sans les procédures associées.

Les procédures du présent document ont été conçues spécifiquement pour les produits pétroliers et leurs produits connexes qui sont normalement homogènes. Les procédures décrites dans le présent document peuvent cependant aussi s'appliquer à d'autres types de produits homogènes. Il est nécessaire de procéder à des contrôles attentifs avant d'appliquer le présent document à des produits pour lesquels la présomption d'homogénéité peut être mise en question.

### 2 Références normatives

Le document suivant est mentionné afin que la totalité ou une partie de son contenu constitue des exigences de ce 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 4259-1, *Produits pétroliers et connexes — Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats — Partie 1: Détermination des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 4259-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

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 programme d'essais d'aptitude PTP

programme conçu pour l'évaluation périodique de l'aptitude à pratiquer la méthode d'essai normalisée des laboratoires participants par l'analyse statistique de leurs résultats obtenus sur des aliquotes préparés à partir d'un lot unique de produit homogène

Note 1 à l'article: La fréquence de ces essais varie en fonction de l'objectif du programme. Chaque exécution d'essai consiste à tester un lot unique de produit. Les produits varient généralement d'un essai à l'autre.

Note 2 à l'article: Ceci est également communément appelé Programme de Contrôle croisé Interlaboratoires (ILCP).

### 3.2 destinataire

personne physique ou morale qui reçoit ou accepte le produit livré par le fournisseur

### 3.3 fournisseur

personne physique ou morale responsable de la qualité d'un produit juste avant qu'il ne soit pris en charge par le destinataire

## 4 Application et signification de la répétabilité ( $r$ ) et de la reproductibilité ( $R$ )

### 4.1 Généralités

Les valeurs de la répétabilité et de la reproductibilité sont estimées à partir de l'analyse de variance (plan factoriel à deux facteurs avec répétition) effectuée sur les résultats d'un programme interlaboratoires organisé à des fins statistiques et dans lequel différents laboratoires procèdent chacun à l'essai sur une gamme d'échantillons. Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité déterminées selon l'ISO 4259-1 ou selon une autre procédure de statistiques doivent être incluses dans chaque méthode d'essai publiée.

NOTE Voir l'[Annexe A](#) pour un aperçu du raisonnement statistique sous-jacent aux formules du présent article.

Dans les articles suivants, il est supposé que le(s) résultat(s) sont obtenus à partir d'une méthode d'essai qui est en contrôle statistique. Pour la détermination de «en contrôle statistique», voir l'[Annexe C](#).

### 4.2 Répétabilité, $r$

#### 4.2.1 Généralités

Pour les besoins des contrôles de qualité de routine, la plupart des laboratoires n'effectuent qu'un seul essai par échantillon, sauf dans certains cas, par exemple en cas de litige ou lorsque l'opérateur désire vérifier que sa technicité est correcte. Dans ces cas, lorsque plusieurs résultats sont obtenus, il est utile de contrôler la cohérence des résultats répétés vis-à-vis de la répétabilité de la méthode. La procédure appropriée est exposée en [4.2.2](#). Il est également utile de connaître le degré de confiance qui peut être accordé aux résultats des moyennes et, pour ce faire, la méthode est exposée en [4.2.3](#).

#### 4.2.2 Acceptabilité des résultats

Lorsque deux résultats seulement sont obtenus dans les conditions de répétabilité et que leur différence est inférieure ou égale à  $r$ , l'opérateur peut considérer que son travail est valable et prendre la moyenne des deux résultats comme la valeur estimée de la caractéristique mesurée.

Si les deux résultats diffèrent de plus de  $r$ , ils doivent être considérés comme suspects et il est nécessaire d'obtenir au moins trois résultats supplémentaires. La différence entre le résultat le plus divergent et la



moyenne des autres (les deux premiers compris) doit être calculée et cette différence comparée à une nouvelle valeur,  $r_1$ , au lieu de  $r$ , selon la [Formule \(1\)](#):

$$r_1 = r \sqrt{\frac{k}{2(k-1)}} \quad (1)$$

où  $k$  est le nombre total de résultats obtenus.

Si la différence est inférieure ou égale à  $r_1$ , tous les résultats doivent être acceptés. Si la différence est supérieure à  $r_1$ , le plus divergent doit être rejeté et la procédure prescrite dans le présent paragraphe répétée jusqu'à ce qu'un ensemble de résultats acceptables soit obtenu.

La moyenne des résultats acceptables doit être prise comme la valeur estimée de la caractéristique. Cependant, si deux résultats ou plus, sur un total ne dépassant pas 20, sont rejetés, il est nécessaire de vérifier le mode opératoire et l'appareillage, et d'entreprendre, si possible, une nouvelle série d'essais.

#### 4.2.3 Calculs des intervalles de confiance utilisant les résultats obtenus dans les conditions de répétabilité

Lorsqu'un seul opérateur, travaillant dans les limites de fidélité de la méthode, obtient dans les conditions de répétabilité, une série de  $k$  résultats fournissant une moyenne  $\bar{X}$  et lorsque les résultats sont conformes à l'exigence de répétabilité en [4.2.2](#), il peut être admis au niveau de confiance de 95 %, que la valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique se situe dans les limites suivantes:

$$\left( \bar{X} - \frac{R_1}{\sqrt{2}} \right) \leq \mu \leq \left( \bar{X} + \frac{R_1}{\sqrt{2}} \right) \quad (2)$$

où

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2 \left( 1 - \frac{1}{k} \right)} \quad (3)$$

Lorsque  $k = 1$ , utiliser le résultat d'essai unique comme la valeur pour le terme  $\bar{X}$  comme suit:

$$\left( X - \frac{R}{\sqrt{2}} \right) \leq \mu \leq \left( X + \frac{R}{\sqrt{2}} \right) \quad (4)$$

où  $R$  est la reproductibilité de la méthode d'essai publiée comme indiqué en [4.3](#).

De même, dans le cas d'une seule limite, lorsqu'une seule limite (supérieure ou inférieure) est fixée, il peut être admis, au niveau de confiance de 95 %, que la valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique se situe dans les limites suivantes:

$$\mu \leq \bar{X} + 0,59R_1 \quad (\text{limite supérieure}) \quad (5)$$

ou

$$\mu \geq \bar{X} - 0,59R_1 \quad (\text{limite inférieure}) \quad (6)$$

Le facteur 0,59 est le rapport  $0,84/\sqrt{2}$ , où 0,84 est calculé dans l'[Annexe A](#).

Lorsque  $r$  est beaucoup plus petit que  $R$ , une répétition des essais, dans les conditions de répétabilité, n'apporte qu'une faible amélioration à l'intervalle de confiance de la moyenne.

### 4.3 Reproductibilité, $R$

#### 4.3.1 Acceptabilité des résultats

La procédure décrite en 4.3 est destinée à apprécier, en fonction de la reproductibilité de la méthode d'essai, la compatibilité des résultats obtenus par plusieurs laboratoires dans des opérations de routine et lors des transactions. En cas de litige entre un fournisseur et un destinataire, on doit procéder comme indiqué dans l'Article 5 à l'Article 7.

Lorsque la différence entre deux résultats individuels obtenus dans deux laboratoires est inférieure ou égale à  $R$ , les deux résultats doivent être considérés comme compatibles et utilisés pour calculer la moyenne  $\bar{X}$ . Cette moyenne  $\bar{X}$ , et non pas l'un ou l'autre séparément, doit être utilisée comme la valeur estimée de la caractéristique mesurée.

La valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique est comprise dans l'intervalle défini par les limites suivantes avec un niveau de confiance de 95 %:

$$\left(\bar{X} - \frac{R}{2}\right) \leq \mu \leq \left(\bar{X} + \frac{R}{2}\right) \quad (7)$$

De même, dans le cas d'une seule limite, lorsqu'une seule limite (supérieure ou inférieure) est fixée, la valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique est comprise dans l'intervalle défini par les limites suivantes avec un niveau de confiance de 95%:

$$\mu \leq \bar{X} + 0,42R \quad (\text{limite supérieure}) \quad (8)$$

ou

$$\mu \geq \bar{X} - 0,42R \quad (\text{limite inférieure}) \quad (9)$$

Le facteur 0,42 est le rapport  $0,59/\sqrt{2}$ , étant donné qu'il s'agit d'une moyenne de deux résultats.

Si la différence entre les deux résultats est supérieure à  $R$ , ils doivent, l'un et l'autre, être considérés comme suspects. Chaque laboratoire doit alors obtenir au moins trois autres résultats acceptables (voir 4.2.2).

Dans ce cas, la différence entre la moyenne de tous les résultats acceptables de chaque laboratoire doit être appréciée en utilisant, au lieu de  $R$ , une nouvelle valeur  $R_2$ , telle que donnée par la Formule (10):

$$R_2 = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2k_1} - \frac{1}{2k_2}\right)} \quad (10)$$

où

$R$  est la reproductibilité de la méthode;

$r$  est la répétabilité de la méthode;

$k_1$  est le nombre de résultats du premier laboratoire;

$k_2$  est le nombre de résultats du second laboratoire.

Si la différence entre les moyennes est inférieure ou égale à  $R_2$ , ces moyennes sont alors acceptables et leur moyenne doit être considérée comme la valeur estimée de la caractéristique mesurée. Si la différence entre les moyennes est supérieure à  $R_2$  et s'il y a un litige sur la conformité à une spécification de la caractéristique testée, alors la procédure prescrite dans l'Article 7 doit être adoptée.

S'il y a plus que 2 laboratoires, chacun fournissant un ou plusieurs résultats acceptables, la différence entre la moyenne de laboratoire la plus divergente et la moyenne des autres moyennes de laboratoire  $N$  doit être comparée à  $R_3$  où:

$$R_3 = \sqrt{\frac{R_1^2}{2} + \frac{R_4^2}{2N}} \quad (11)$$

$$R_4 = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{N} \left( N - \frac{1}{k_1} - \frac{1}{k_2} - \dots - \frac{1}{k_N} \right)} \quad (12)$$

$R_1$  est donné dans la [Formule \(3\)](#) et correspond à la moyenne de laboratoire la plus divergente.

Si cette différence est égale ou inférieure à  $R_3$ , en valeur absolue, tous les résultats doivent être considérés comme acceptables et leur moyenne prise comme valeur estimée de la caractéristique.

Si cette différence est plus grande que  $R_3$ , la moyenne de laboratoire la plus divergente doit être éliminée et la comparaison basée sur les [Formules \(11\)](#) et [\(12\)](#) répétée jusqu'à ce qu'un ensemble de moyennes de laboratoire acceptables soit obtenu. La moyenne de ces moyennes de laboratoire doit être prise comme la valeur estimée de la caractéristique. Toutefois, si deux ou plusieurs moyennes de laboratoire, sur un total non supérieur à 20, ont été rejetées, il est nécessaire de vérifier le mode opératoire et l'appareillage et d'entreprendre, si possible, une nouvelle série d'essais.

#### 4.3.2 Calculs des intervalles de confiance utilisant les résultats obtenus dans les conditions de reproductibilité

Lorsque  $N$  laboratoires obtiennent, dans les conditions de répétabilité et de reproductibilité, un ou plusieurs résultats donnant une moyenne de moyennes de laboratoire  $\bar{X}$ , la valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique est comprise dans les limites suivantes à un niveau de confiance de 95 %:

$$\bar{X} - \frac{R_4}{\sqrt{2N}} \leq \mu \leq \bar{X} + \frac{R_4}{\sqrt{2N}} \quad (13)$$

De même, dans le cas d'une seule limite, lorsqu'une seule limite supérieure ou inférieure est fixée la valeur vraie,  $\mu$ , de la caractéristique est comprise dans les limites suivantes à un niveau de confiance de 95 % :

$$\mu \leq \bar{X} + 0,59 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \quad (\text{limite supérieure}) \quad (14)$$

ou

$$\mu \geq \bar{X} - 0,59 \frac{R_4}{\sqrt{N}} \quad (\text{limite inférieure}) \quad (15)$$

#### 4.4 Utilisation de la reproductibilité pour déterminer les biais entre deux méthodes d'essai différentes qui visent à mesurer la même propriété

##### 4.4.1 Généralité

Pour le cas où deux méthodes d'essai différentes sont censées mesurer la même propriété, les estimations de la reproductibilité ( $R$ ) obtenues à partir des méthodes d'essai respectives doivent être utilisées conjointement avec les moyennes obtenues à partir de plusieurs laboratoires pour le même produit afin de déterminer si une correction de biais peut être appliquée pour améliorer statistiquement la concordance entre les deux méthodes pour ce produit. Par exemple, les résultats recueillis par le biais