

---

---

## Caoutchouc — Détermination de la fidélité des méthodes d'essai

*Rubber — Determination of precision of test methods*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 19983:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 19983:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017>



**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.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Symboles et termes abrégés</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Programme d'essais interlaboratoires</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
6.1    Application.....	3
6.2    Conditions de répétabilité.....	4
6.3    Conditions de répétabilité ordinaire.....	4
6.4    Conditions de reproductibilité.....	4
6.5    Éléments d'essai.....	4
6.6    Planning.....	4
6.7    Méthodologie.....	5
6.7.1    Méthode A.....	5
6.7.2    Méthode B.....	6
6.8    Traitement des valeurs aberrantes.....	6
<b>7</b> <b>Rapport</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (normative) Calculs pour la méthode A</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B (normative) Calculs pour la méthode B</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe C (normative) Calcul des valeurs <math>h</math> et <math>k</math> (statistiques de Mandel)</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe D (informative) Exemple de détermination générale de fidélité</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe E (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité</b> .....	<b>20</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>22</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 (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](http://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](http://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](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

## Introduction

Les modes opératoires utilisés depuis plusieurs années par l'ISO/TC 45/SC 2 pour estimer la fidélité des méthodes d'essai au moyen d'essais interlaboratoires (ISO/TR 9272) étaient très proches de ceux de l'ASTM D4483. Il s'est avéré que l'ISO/TR 9272 présentait des défauts importants que les utilisateurs étaient habitués à contourner. Il est devenu évident que l'ISO/TR 9272 devait être remplacé et il a été conclu que la meilleure option était de baser la nouvelle norme sur l'ISO 5725 (toutes les parties) avec des choix spécifiques et des variantes de modes opératoires pour répondre aux besoins spécifiques des caoutchoucs.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 19983:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 19983:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-110e80b8ea5d/iso-19983-2017>

# Caoutchouc — Détermination de la fidélité des méthodes d'essai

## 1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices et spécifie des exigences pour évaluer la fidélité des méthodes d'essai de caoutchouc au moyen de programmes d'essais interlaboratoires sur la base des modes opératoires données dans l'ISO 5725 (toutes les parties).

## 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 3534-1, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Termes statistiques généraux et termes utilisés en calcul des probabilités*

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

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

ISO 5725-2, *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 5725-3, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-4, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-5, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-6, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 3534-1, l'ISO 3534-2 et l'ISO 5725 (toutes les parties), 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:

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

**3.1  
répétabilité ordinaire**

fidélité dans les conditions où des résultats d'essais indépendants sont obtenus avec la même méthode sur des éléments d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même matériel

Note 1 à l'article: Le délai entre des essais répétés est normalement compris entre un et sept jours.

**3.2  
fidélité de type 1**

fidélité déterminée directement sur un matériau cible

Note 1 à l'article: Des éprouvettes ou prises d'essai préparées à partir du matériau cible (classe d'éléments) issu d'une source homogène sont soumises à essais, sans mise en œuvre ou autres traitements nécessaires avant essai.

**3.3  
fidélité de type 2**

fidélité déterminée indirectement pour un matériau cible

Note 1 à l'article: Le matériau cible est généralement combiné avec un certain nombre de matériaux homogènes auxiliaires pour former un matériau composite et des essais sont réalisés sur des échantillons de celui-ci et la réponse de la caractéristique du matériau de la cible est déterminée.

**4 Symboles et termes abrégés**

$D_{ij}$	effet journalier, dont la composante de variance ordinaire est $\sigma_D^2$
valeurs $h$	statistique de cohérence d'essai interlaboratoires de Mandel
valeurs $k$	statistique de cohérence d'essai intralaboratoire de Mandel
$L_i$	effet interlaboratoires, dont la composante de variance interlaboratoires est $\sigma_L^2$
$M_{ijk}$	effet de répétabilité, dont la composante de variance de répétabilité est $\sigma_M^2$
$n$	nombre de mesures
$p$	nombre de laboratoires
$q$	nombre de jours
$r$	répétabilité
$r_D$	répétabilité ordinaire
$R$	reproductibilité
$(r)$	répétabilité relative
$(r_D)$	répétabilité ordinaire relative
$(R)$	reproductibilité relative
$s_M^2$	variance de répétabilité
$s_{rD}^2$	variance de répétabilité ordinaire
$s_R^2$	variance de reproductibilité
$s_D^2$	variance ordinaire
$s_L^2$	variance interlaboratoires
$s$	écart-type des données
$s_r$	écart-type de répétabilité
$s_{rD}$	écart-type de répétabilité ordinaire
$s_R$	écart-type de reproductibilité
$S_T$	somme des carrés des écarts totale
$S_L$	somme des carrés des écarts interlaboratoires
$S_D$	somme des carrés des écarts ordinaires



$S_M$	somme des carrés des écarts de répétabilité
$T$	somme totale des données
$V_L$	moyenne des carrés interlaboratoires
$V_D$	moyenne des carrés ordinaire
$V_M$	répétabilité de la moyenne des carrés
$y_{ijk}$	données $i, j, k$ : chacune des données de laboratoire, jour, répétition
$\bar{y}$	valeurs moyennes des données
$\bar{\bar{y}}$	valeurs moyennes de $\bar{y}$
$\phi_T$	degré de liberté total
$\phi_L$	degré de liberté interlaboratoires
$\phi_D$	degré de liberté ordinaire
$\phi_M$	répétabilité de degré de liberté
$\mu$	moyenne de la population
$\sigma_M^2$	composante de la variance de répétabilité
$\sigma_D^2$	composante de la variance ordinaire
$\sigma_L^2$	composante de la variance interlaboratoires

## 5 Programme d'essais interlaboratoires

Pour évaluer la fidélité des normes de méthode d'essai au moyen de programmes d'essais interlaboratoires (ITP), utiliser l'une des deux méthodes:

- Méthode A, où trois fidélités, à savoir la répétabilité, la répétabilité ordinaire et la reproductibilité, sont calculées conformément à l'ISO 5725-3.
- Méthode B, où deux fidélités, à savoir la répétabilité ordinaire et la reproductibilité, sont calculées conformément à l'ISO 5725-2.

NOTE Si au moins deux résultats d'essais sont disponibles pour des essais répétés sur un jour, la méthode A est applicable pour évaluer la variance des erreurs de mesure.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Application

Une méthode de mesure normalisée signifie une méthode d'essai internationale établie pour le caoutchouc.

La détermination de la fidélité d'une méthode d'essai est normalement effectuée avec un groupe choisi de matériaux types utilisés avec cette méthode, et par un groupe de laboratoires bénévoles ayant l'expérience de la méthode.

Il est nécessaire d'être prudent pour appliquer des résultats de fidélité d'une méthode d'essai particulière à des essais de produits pour des modes opératoires établis de produits commerciaux. A cet effet, il convient que les estimations de fidélité soient obtenues à partir de programmes spéciaux qui sont spécifiques au produit en question et réalisée par les laboratoires intéressés.

## 6.2 Conditions de répétabilité

Les conditions de répétabilité existent lorsque des résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement pendant un court intervalle de temps.

NOTE Un «court intervalle de temps» indique que les essais sont répétés sur un jour.

Les termes «individus d'essais identiques» sont à interpréter comme étant nominalement identiques, c'est-à-dire n'ayant aucune différence intentionnelle.

Pour les caoutchoucs, la répétabilité peut dépendre de l'amplitude ou du niveau de la propriété mesurée et est habituellement enregistrée pour chacun des matériaux ayant des niveaux de propriétés particuliers.

## 6.3 Conditions de répétabilité ordinaire

Les conditions de répétabilité ordinaire existent lorsque des résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement.

Les «délais» entre les mesures répétées de résultats d'essais peuvent être choisis par consensus dans une communauté d'essai particulière. Pour l'ISO/TC 45 et l'industrie internationale du caoutchouc, le délai entre les essais répétés est de l'ordre de un à sept jours, mais le plus souvent sept jours. Toutefois, pour des essais spéciaux (périodes pour vieillissement à long terme), des essais répétés peuvent nécessiter un délai plus long.

NOTE La «répétabilité» traditionnellement utilisée par l'ISO/TC 45/SC 2 est équivalente à la répétabilité ordinaire définie dans le présent document.

## 6.4 Conditions de reproductibilité

Les conditions de reproductibilité existent lorsque des résultats d'essais sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans des laboratoires différents en utilisant des équipements différents.

Les termes «individus d'essais identiques» sont à interpréter comme étant nominalement identiques, c'est-à-dire n'ayant aucune différence intentionnelle.

Pour l'ISO/TC 45, différents équipements signifie un appareillage pouvant avoir différents fabricants, mais conforme aux exigences de la norme d'essai en question, y compris l'étalonnage.

Pour les caoutchoucs, la reproductibilité peut dépendre de l'amplitude ou du niveau de la propriété mesurée et est habituellement enregistrée pour chacun des matériaux ayant des niveaux de propriétés particuliers.

## 6.5 Éléments d'essai

L'élément qui est soumis à essai est soit une éprouvette ou un échantillon d'essai tel que défini dans la méthode d'essai normalisée. La norme de la méthode d'essai permettra également de définir le nombre d'éléments d'essai à soumettre à essai pour obtenir un résultat pour la propriété.

## 6.6 Planning

Choisir soit la fidélité de type 1 soit la fidélité de type 2 telle que définies en [3.2](#) et [3.3](#).

Il est possible qu'un programme de fidélité de type 1 puisse être réalisé sur des éprouvettes ou des prises d'essai qui nécessitent une transformation minimale ou d'autres interventions simples avant l'essai réel.

Sauf circonstances contraires, l'utilisation de la fidélité de Type 1 est à préférer.

Pour une fidélité de type 1, afin que les éprouvettes ou les échantillons d'essai soient nominalement identiques, il est nécessaire qu'ils soient produits à partir du même lot de matériau avec les mêmes modes opératoires, puis stockés et conditionnés de la même manière. Le mieux est de préparer les éprouvettes dans un seul laboratoire et de les distribuer aux autres avec des instructions pour le conditionnement.

Pour une fidélité de type 2, les propriétés du matériau composite sont directement liées à la qualité des propriétés du matériau cible. À titre d'exemple, pour déterminer la qualité d'un grade de SBR, un échantillon du caoutchouc plus des agents vulcanisant, des charges, des antioxygènes, etc. sont mélangés et vulcanisés. La fidélité des éprouvettes en résultant est déterminée et reflète la préparation de l'échantillon et la réponse des propriétés du SBR cible.

L'évaluation de la fidélité des méthodes d'essai pour le caoutchouc est normalement réalisée en utilisant un plan équilibré de niveau uniforme avec au moins trois matériaux envoyés à chaque laboratoire participant aux essais effectués pour obtenir un résultat d'essai indépendant par le même technicien sur chacun des deux jours d'essai.

**NOTE** Un plan équilibré de niveau uniforme est un plan pour un programme d'essais interlaboratoires relatif à la fidélité, où tous les laboratoires soumettent à essai tous les matériaux choisis pour le programme et chaque laboratoire effectue le même nombre d'essais répétés,  $n$ , sur chaque matériau.

La méthode d'essai, les matériaux, les laboratoires participants, l'équipement d'essai et le délai pour l'essai en laboratoire sont traitées du 6.1 au 6.6. D'autres aspects de la planification sont abordés dans l'ISO 5725-1:1994, Article 6.

ITeH STANDARD PREVIEW

## 6.7 Méthodologie (standards.iteh.ai)

### 6.7.1 Méthode A ISO 19983:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f23071f2-da8a-452e-9213-106806ca5d36-19983-2017>

La Méthode A détermine la composante de la variance de répétabilité (composante erreur de mesure)  $\sigma_M^2$ , la composante de la variance d'ordinaire  $\sigma_D^2$  et la composante de la variance interlaboratoires  $\sigma_L^2$ , en calculant le carré moyen attendu conformément à un tableau ANOVA approprié de l'ISO 5725-3, expériences complètement emboîtées.

Alors, la variance de la répétabilité ordinaire  $s_{rD}^2$  et la variance de la reproductibilité  $s_R^2$  sont données par les formules suivantes:

$$s_{rD}^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2$$

$$s_R^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2 + \sigma_L^2$$

La répétabilité,  $r$ , la répétabilité ordinaire,  $r_D$ , et la reproductibilité,  $R$ , sont données par les formules suivantes:

$$r = 2,83 \left( s_M^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 \left( \sigma_M^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_M = 2,83 \sigma_M$$

$$r_D = 2,83 \left( s_{rD}^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_{rD}$$

$$R = 2,83 \left( s_R^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_R$$

Les calculs pour la méthode A doivent être conformes à l'Annexe A. Un exemple est donné en D.3.

Pour les essais sur caoutchouc, il est habituellement possible d'avoir au moins deux essais répétés dans une journée. Dans de tels cas, la méthode A est à préférer.

### 6.7.2 Méthode B

La méthode B détermine la variance ordinaire (variance inter-journalière),  $s_D^2$ , la variance interlaboratoires  $s_L^2$  et la variance de reproductibilité  $s_R^2$  (qui est égale à  $s_L^2 + s_D^2$ ), conformément aux modes opératoires de calcul de l'ISO 5725-2.

La répétabilité ordinaire,  $r_D$ , et la reproductibilité,  $R$ , sont données par les formules suivantes:

$$r_D = 2,83 \left( s_D^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_D$$

$$R = 2,83 \left( s_R^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_R$$

Les calculs pour la méthode B doivent être conformes à l'Annexe B. Un exemple est donné en D.4.

Lorsqu'il y a au moins deux données issues d'essais répétés dans la même journée, estimer les valeurs médianes ou les valeurs moyennes, le cas échéant, et les appliquer dans les modes opératoires de la méthode B.

### 6.8 Traitement des valeurs aberrantes

Pour traiter les valeurs aberrantes, le présent document adopte deux mesures appelées statistiques  $h$  et  $k$  de Mandel. La statistique  $h$  est un paramètre utilisé pour rechercher les différences entre les moyennes, alors que la statistique  $k$  est un paramètre utilisé pour rechercher les différences entre les variances. Il est à noter que, outre la description de la variabilité de la méthode de mesure, celles-ci contribuent à l'évaluation des laboratoires. La façon de calculer les valeurs statistiques  $h$  et  $k$  et d'obtenir le tableau de leurs valeurs critiques à un niveau de confiance de 5 % doit être conforme à l'Annexe C.

Si les valeurs aberrantes se trouvent à un niveau de confiance de 5 %, il y a deux options:

- a) écarter toutes les données provenant des laboratoires suspects, ou
- b) remplacer les données des laboratoires suspects en répétant un essai sur une seule journée dans les mêmes sites.

Un exemple est donné en D.2.

Pour la méthode A, les statistiques  $h$  et  $k$  de Mandel sont calculées par les valeurs moyennes des données d'essais répétés dans la même journée. Pour la méthode B, les données sont calculées sans moyenne ou autre traitement.

## 7 Rapport

Il convient que chaque tableau récapitulatif de fidélité des données ait un en-tête pour indiquer:

- le type de fidélité utilisé, type 1 ou type 2;
- la propriété mesurée et ses unités de mesure.

Pour chaque matériau soumis à essai, ce qui suit doit être enregistré:

- a) l'identification du matériau;
- b) le niveau moyen de la propriété mesurée;