
**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**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and
results* — ISO 5725-2:2019

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/b7787c4b-0810-4db3-a210-f6789e21ad71/iso-5725-2-2019>
*Part 2: Basic method for the determination of repeatability and
reproducibility of a standard measurement method*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5725-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-f6789e2aadbb/iso-5725-2-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos..... | v |
| Introduction..... | vi |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 2 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Symboles | 2 |
| 5 Estimations des paramètres dans le modèle de base | 4 |
| 6 Exigences relatives à une expérience de fidélité | 5 |
| 6.1 Schéma de l'expérience..... | 5 |
| 6.2 Recrutement des laboratoires..... | 6 |
| 6.3 Préparation des matériaux..... | 6 |
| 7 Personnel impliqué dans une expérience de fidélité | 8 |
| 7.1 Panel d'experts..... | 8 |
| 7.2 Fonctions statistiques..... | 9 |
| 7.3 Fonctions exécutives..... | 9 |
| 7.4 Superviseurs..... | 10 |
| 7.5 Opérateurs..... | 10 |
| 8 Analyse statistique d'une expérience de fidélité | 11 |
| 8.1 Considérations préliminaires..... | 11 |
| 8.2 Tabulation des résultats et notations utilisées..... | 12 |
| 8.2.1 Cellules..... | 12 |
| 8.2.2 Données redondantes..... | 12 |
| 8.2.3 Données manquantes..... | 12 |
| 8.2.4 Valeurs aberrantes..... | 12 |
| 8.2.5 Laboratoires aberrants..... | 12 |
| 8.2.6 Données erronées..... | 12 |
| 8.2.7 Résultats d'essai à niveau uniforme équilibrés..... | 13 |
| 8.2.8 Recueil des données et des valeurs intermédiaires..... | 13 |
| 8.2.9 Résultats d'essai d'origine..... | 13 |
| 8.2.10 Moyennes de cellule (Formulaire B de la Figure 2)..... | 13 |
| 8.2.11 Mesures de la dispersion de cellule (Formulaire C de la Figure 2)..... | 14 |
| 8.2.12 Données corrigées ou rejetées..... | 14 |
| 8.3 Examen des résultats pour la cohérence et les valeurs aberrantes..... | 14 |
| 8.3.1 Approches pour l'examen des données..... | 14 |
| 8.3.2 Technique graphique de cohérence..... | 15 |
| 8.3.3 Technique numérique pour les valeurs aberrantes..... | 18 |
| 8.3.4 Test de Cochran..... | 18 |
| 8.3.5 Tests de Grubbs..... | 20 |
| 8.3.6 Tests répétés relatifs aux moyennes aberrantes ou données aberrantes..... | 22 |
| 8.3.7 Méthodes alternatives de contrôle et de test de valeurs aberrantes..... | 22 |
| 8.4 Calcul de la moyenne générale et des variances..... | 23 |
| 8.4.1 Méthode d'analyse..... | 23 |
| 8.4.2 Données de base..... | 23 |
| 8.4.3 Cellules non vides..... | 23 |
| 8.4.4 Calcul de la moyenne générale, \hat{m} | 23 |
| 8.4.5 Calcul des variances..... | 23 |
| 8.4.6 Méthodes alternatives de calcul pour les variances..... | 25 |
| 8.4.7 Dépendance des variances par rapport à m | 25 |
| 8.5 Établissement d'une relation fonctionnelle entre les valeurs de fidélité, s , et le niveau moyen, m | 25 |
| 8.5.1 Choix de la relation fonctionnelle..... | 25 |

| | | |
|----------------------|---|-----------|
| 8.5.2 | Relations d'ajustement I et II | 26 |
| 8.5.3 | Relation d'ajustement III..... | 28 |
| 8.5.4 | Relation d'ajustement IV..... | 29 |
| 8.6 | Analyse statistique selon une procédure étape par étape..... | 31 |
| 8.7 | Rapport destiné au panel d'experts et décisions à prendre par le panel d'experts..... | 33 |
| 8.7.1 | Rapport de l'expert statisticien..... | 33 |
| 8.7.2 | Décisions à prendre par le panel d'experts..... | 35 |
| 8.7.3 | Rapport complet..... | 36 |
| 9 | Tables statistiques..... | 36 |
| Annexe A | (informative) Nombre de laboratoires requis pour une estimation de la fidélité | 41 |
| Annexe B | (informative) Calculs alternatifs des composantes de la variance..... | 44 |
| Annexe C | (informative) Exemples d'analyse statistique d'expériences de fidélité | 47 |
| Annexe D | (informative) Calcul des valeurs critiques et indicateurs..... | 70 |
| Bibliographie | | 73 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5725-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-f6789e2aadbb/iso-5725-2-2019>

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.

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/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5725-2:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle intègre également le Rectificatif technique ISO 5725-2:1994/Cor 1:2002.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'utilisation de tests alternatifs pour l'examen des résultats et la détection des valeurs aberrantes est admise, sous réserve que la performance soit similaire;
- l'application des méthodes statistiques récentes disponibles est admise, pour le calcul des caractéristiques applicables de fidélité et de justesse;
- des recommandations relatives au nombre de laboratoires requis pour une étude de fidélité ont été incluses;
- des informations sur le calcul des valeurs critiques ont été incluses.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 5725 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

L'ISO 5725 utilise deux termes, «justesse» et «fidélité», pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» désigne l'écart entre la moyenne arithmétique obtenue à partir d'une large série de résultats d'essai et la valeur de référence acceptée ou vraie. La «fidélité» désigne l'écart entre les résultats d'essai.

Des considérations générales relatives à ces grandeurs sont données dans l'ISO 5725-1 et ne sont donc pas reprises dans le présent document. Il convient de consulter l'ISO 5725-1 conjointement à toutes les autres parties de l'ISO 5725, y compris la présente partie, car elle spécifie les définitions sous-jacentes et principes généraux.

Le présent document vise seulement à estimer l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité, en se basant sur un plan d'expérience interlaboratoires dans lequel chaque laboratoire effectue un certain nombre de mesures indépendantes du même échantillon, dans les conditions de répétabilité. Il existe d'autres plans (par exemple les expériences imbriquées, les expériences factorielles ou les expériences à niveau fractionné) pouvant être utilisés pour estimer la fidélité: ceux-ci ne sont pas abordés dans le présent document, mais sont le sujet d'autres parties de l'ISO 5725. De la même manière, le présent document ne tient pas compte des mesures de fidélité intermédiaires, entre les deux mesures principales; celles-ci sont couvertes par l'ISO 5725-3.

Dans certaines circonstances, les données obtenues à partir d'une expérience visant à estimer la fidélité sont également utilisées pour estimer la justesse, et peuvent aussi être utilisées pour évaluer l'incertitude de mesure. L'estimation de la justesse n'est pas prise en compte dans le présent document; tous les aspects relatifs à l'estimation de la justesse sont couverts dans l'ISO 5725-4. L'évaluation de l'incertitude de mesure, en utilisant des estimations interlaboratoires de la justesse et de la fidélité, est couverte dans l'ISO 21748.

L'[Annexe C](#) donne des exemples pratiques de l'estimation de la fidélité de méthodes de mesure. Ces exemples sont donnés pour décrire des plans uniformes équilibrés de résultats d'essai, bien que dans un exemple un nombre variable de répétitions par cellule soit fourni (plan non équilibré), et que dans un autre exemple, certaines données soient manquantes. Cela est dû au fait qu'une expérience planifiée pour être équilibrée peut devenir non équilibrée. Les valeurs isolées et les valeurs aberrantes sont également prises en compte.

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

1 Domaine d'application

1.1 Le présent document:

- souligne les principes généraux applicables à la planification d'expériences pour l'estimation numérique de la fidélité des méthodes de mesure au moyen d'une expérience collaborative interlaboratoires;
- fournit une description pratique détaillée de la méthode de base d'une utilisation courante pour l'estimation de la fidélité des méthodes de mesure;
- fournit des recommandations pour l'ensemble du personnel concerné par la planification, l'exécution ou l'analyse des résultats des essais pour l'estimation de la fidélité.

NOTE Des modifications de cette méthode de base pour des cas particuliers sont données dans les autres parties de l'ISO 5725.

1.2 Il traite exclusivement des méthodes de mesure qui fournissent des mesures sur une échelle continue et qui donnent comme résultat d'essai une seule valeur, bien que cette valeur unique puisse être le résultat d'un calcul effectué à partir d'un ensemble d'observations.

1.3 Il prend pour hypothèse que pour la planification et l'exécution de l'expérience de fidélité, tous les principes donnés dans l'ISO 5725-1 sont suivis. La méthode de base utilise le même nombre de résultats d'essai dans chaque laboratoire, chacun analysant les mêmes niveaux d'échantillons d'essai, c'est-à-dire une expérience à niveau uniforme équilibrée. La méthode de base s'applique à des procédures qui ont été normalisées et qui sont régulièrement utilisées dans un certain nombre de laboratoires.

1.4 Le modèle statistique de l'ISO 5725-1:1994, Article 5, est considéré comme une base appropriée pour l'interprétation et l'analyse des résultats d'essai dont la distribution est approximativement normale.

1.5 La méthode de base, telle que décrite dans le présent document, estime (généralement) la fidélité d'une méthode de mesure:

- a) lorsqu'il est nécessaire de déterminer l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité tels qu'ils sont définis dans l'ISO 5725-1;
- b) lorsque les matériaux à utiliser sont homogènes ou lorsque les effets de l'hétérogénéité peuvent être inclus dans les valeurs de fidélité; et
- c) lorsque l'utilisation d'un plan de niveau uniforme équilibré est admise.

1.6 Une approche similaire peut être appliquée à l'estimation préliminaire de la fidélité pour des méthodes de mesure qui n'ont pas atteint le stade de normalisation ou qui ne sont pas d'utilisation courante.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 3534-3, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 3: Plans d'expériences*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions de l'ISO 3534-1, l'ISO 3534-2, l'ISO 3534-3 et l'ISO 5725-1 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/>.

4 Symboles

| | |
|--|--|
| α | Probabilité associée à une valeur critique d'une statistique de test, également désignée comme niveau de signification |
| a | Ordonnée à l'origine dans la relation $s = a + bm$ |
| a_v | Paramètre d'ordonnée à l'origine dans la relation $s_j^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$ |
| A | Facteur utilisé pour calculer l'incertitude d'une estimation |
| b | Pente dans la relation $s = a + bm$ |
| b_v | Paramètre de pente dans la relation $s_j^2 = a_v^2 + (b_v m)^2$ |
| B | Composante laboratoire du biais dans les conditions de répétabilité |
| c | Ordonnée à l'origine dans la relation $\lg s = c + d \lg m$ |
| C, C', C'' | Statistiques de test |
| $C_{\text{crit}}, C'_{\text{crit}}, C''_{\text{crit}}$ | Valeurs critiques pour les tests statistiques |
| d | Pente dans la relation $\lg s = c + d \lg m$ |

| | |
|-----------------------------------|--|
| e | Composante dans un résultat d'essai représentant l'erreur aléatoire dans chaque résultat d'essai |
| G | Statistique de test de Grubbs |
| h | Statistique de test de cohérence interlaboratoires de Mandel |
| k | Statistique de test de cohérence intralaboratoire de Mandel |
| $L(\theta)$ | Log-vraisemblance pour les composantes de la variance θ |
| m | Moyenne générale de la propriété de l'essai; niveau |
| \hat{m} | Estimation de la moyenne générale de la propriété de l'essai |
| \mathbf{M} | Matrice de transformation utilisée dans l'estimation REML |
| N | Nombre d'itérations |
| n | Nombre de résultats d'essai obtenus dans un laboratoire à un niveau (c'est-à-dire par cellule) |
| n_j | Nombre total de résultats d'essai obtenus au niveau j de l'expérience interlaboratoires |
| p | Nombre de laboratoires participant à l'expérience interlaboratoires |
| P | Probabilité |
| q | Nombre de niveaux de la propriété de l'essai dans l'expérience interlaboratoires |
| r | Limite de répétabilité ISO 5725-2:2019 |
| R | Limite de reproductibilité https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-10789c2a40bb/iso-5725-2-2019 |
| s | Estimation de l'écart-type |
| \hat{s} | Écart-type prédit |
| T | Total ou somme d'une expression |
| t | Nombre d'objets ou de groupes d'essai |
| $\mathbf{V}(\boldsymbol{\theta})$ | Matrice de covariance utilisée dans l'estimation REML |
| W | Facteur de pondération utilisé dans le calcul d'une régression pondérée |
| w | Facteur de pondération utilisé dans le calcul d'une moyenne pondérée |
| x | Donnée utilisée pour le test de Grubbs |
| \mathbf{X} | Matrice de planification pour les estimations REML |
| y | Résultat d'essai |
| $\bar{\bar{y}}$ | Moyenne générale des résultats d'essai |
| \mathbf{Y} | Vecteur de toutes les observations à un niveau j |

| | |
|----------|---|
| θ | Vecteur des composantes de la variance utilisé dans l'estimation REML |
| μ | Valeur vraie ou valeur de référence acceptée d'une propriété d'essai |
| σ | Valeur vraie d'un écart-type |

Indices

| | |
|------------------|--|
| i | Identificateur pour un laboratoire spécifique Utilisé comme indice de sommation dans l' Annexe A |
| j | Identificateur pour un niveau spécifique Utilisé comme indice de sommation dans l' Annexe A |
| k | Identificateur pour un résultat d'essai spécifique dans un laboratoire i au niveau j |
| L | Interlaboratoires |
| P | Probabilité |
| r | Répétabilité |
| R | Reproductibilité |
| REML | Estimation découlant du calcul du maximum de vraisemblance restreint (REML, Restricted Maximum Likelihood) |
| v | Termes utilisés dans le calcul d'une relation entre variance moyenne et variance combinée (voir 8.5.1.3 , relation III) |
| W | Intralaboratoire |
| 1, 2, 3... | Pour les résultats d'essai, numérotation dans l'ordre de leur obtention; pour les autres cas (laboratoires), identificateurs arbitraires |
| (1), (2), (3)... | Pour les résultats d'essai, (1), (2)... désignent la 1 ^{re} , 2 ^e , etc. statistique d'ordre, c'est-à-dire la 1 ^{re} , 2 ^e , etc. valeur numérotée dans l'ordre d'amplitude croissante |

5 Estimations des paramètres dans le modèle de base

5.1 Les procédures données dans le présent document sont basées sur le modèle donné à l'Article 5 de l'ISO 5725-1:1994, et sont élaborées conformément à l'ISO 5725-1:1994, 1.2. Plus particulièrement, ces procédures sont basées sur les [Formules \(2\)](#) à [\(6\)](#) données dans l'ISO 5725-1:1994, Article 5.

Le modèle est le suivant:

$$y = m + B + e$$

où, pour le matériau spécifique soumis à essai:

m désigne la moyenne générale (espérance);

B désigne la composante laboratoire du biais dans les conditions de répétabilité;

e désigne l'erreur aléatoire survenant dans chaque mesure dans des conditions de répétabilité.

NOTE La composante laboratoire du biais, B , représente l'écart d'une moyenne de laboratoire par rapport à la moyenne générale, m .

5.2 Les [Formules \(2\)](#) à (6) de l'ISO 5725-1:1994 sont exprimées en fonction des écarts-types vrais des populations considérées. Dans la pratique, les valeurs exactes de ces écarts-types ne sont pas connues et il faut que des estimations des valeurs de fidélité soient établies à partir d'un échantillon relativement petit de tous les laboratoires possibles, et à l'intérieur de ces laboratoires, à partir d'un petit échantillon de tous les résultats d'essai possibles.

5.3 Dans la pratique statistique, lorsque la valeur vraie d'un écart-type, σ , n'est pas connue et qu'elle est remplacée par une estimation basée sur un échantillon, le symbole σ est alors remplacé par s pour signaler qu'il s'agit d'une estimation. Cela s'applique à chacune des [Formules \(2\)](#) à (6) de l'ISO 5725-1:1994, d'où les symboles suivants:

- s_L^2 désigne l'estimation de la variance interlaboratoires;
 - s_W^2 désigne l'estimation de la variance intralaboratoire;
 - s_r^2 est la moyenne arithmétique de s_W^2 et désigne l'estimation de la variance de répétabilité. Cette moyenne arithmétique est calculée en tenant compte de tous les laboratoires participant à l'expérience d'exactitude, et après avoir exclus les valeurs aberrantes;
 - s_R^2 désigne l'estimation de la variance de reproductibilité:
- $$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad (1)$$

6 Exigences relatives à une expérience de fidélité

6.1 Schéma de l'expérience

6.1.1 Dans le schéma utilisé dans la méthode de base, des échantillons provenant de q lots de matériaux, représentant q niveaux différents de l'essai, sont envoyés à p laboratoires qui effectuent chacun exactement n résultats d'essai répétés, dans des conditions de répétabilité à chacun des q niveaux. Ce type d'expérience est appelé une expérience à niveau uniforme équilibrée.

6.1.2 L'exécution de ces mesures doit être organisée et les instructions fournies comme suit:

- a) tout contrôle préliminaire des équipements doit être effectué comme spécifié dans la méthode normalisée;
- b) chaque groupe de n mesures appartenant à un niveau donné doit être effectué dans des conditions de répétabilité, c'est-à-dire dans un court intervalle de temps et par le même opérateur, et sans aucun réétalonnage intermédiaire de l'appareillage, à moins que ceci ne fasse partie intégrante de l'exécution de la mesure;
- c) il est essentiel qu'un groupe de n essais, menés dans des conditions de répétabilité, soit exécuté indépendamment, comme s'il y avait n essais sur des matériaux différents. L'opérateur sait cependant qu'il réalise des essais sur un matériau identique, mais il convient d'insister, dans les instructions, sur le fait que tout l'objectif de l'expérience est de déterminer quelles différences peuvent survenir dans les résultats lors d'essais réels. S'il est à craindre que, en dépit de cet avertissement, des résultats précédents puissent influencer les résultats d'essai suivants, et donc la variance de répétabilité, il convient de considérer s'il faut ou non utiliser n échantillons indépendants à chacun des q niveaux, codés de telle façon que l'opérateur ne sache pas quelles sont les répétitions pour un niveau donné. Cependant, une telle procédure peut poser des problèmes quant à l'assurance que les conditions de répétabilité s'appliquent entre les répétitions. Cela n'est possible que si les mesures sont effectuées de façon que les qn mesures puissent être exécutées dans un court intervalle de temps;

- d) il n'est pas essentiel que tous les q groupes de n mesures chacun soient effectués strictement dans un court intervalle de temps; différents groupes de mesures peuvent être effectués à des jours différents;
- e) les mesures de tous les q niveaux doivent être effectuées par un seul et même opérateur. En outre, les n mesures à un niveau donné doivent être effectuées en utilisant constamment le même équipement;
- f) si, durant les mesures, un opérateur devenait indisponible, un autre opérateur peut terminer les mesures, sous réserve que le changement n'intervienne pas au sein d'un groupe de n mesures à un niveau donné, mais seulement entre deux des q groupes. Un tel changement doit être consigné avec les résultats;
- g) un temps limite doit être donné, au bout duquel toutes les mesures doivent être terminées. Cela peut s'avérer nécessaire pour limiter le temps alloué entre le jour de réception des échantillons et le jour d'exécution des mesures;
- h) tous les échantillons doivent être clairement étiquetés avec le nom de l'expérience et l'identification de l'échantillon.

6.1.3 En [6.1.2](#), et partout ailleurs dans le présent document, il est fait référence à l'opérateur. Pour certaines mesures, il peut s'agir en fait d'une équipe d'opérateurs, chacun d'entre eux effectuant une partie spécifique de la procédure. Dans ce cas, l'équipe doit être considérée comme l'«opérateur», et tout changement dans l'équipe doit être considéré comme donnant un «opérateur» différent.

6.1.4 Dans un cadre commercial, les résultats d'essai peuvent être arrondis sans trop de précision, mais dans une expérience de fidélité, les résultats d'essai doivent être consignés avec au moins une décimale de plus que ce qui est spécifié dans la méthode normalisée. Si la méthode ne spécifie pas le nombre de décimales, l'arrondissement ne doit pas être plus imprécis que la moitié de l'estimation de l'écart-type de répétabilité. Lorsque la fidélité dépend du niveau m , différentes règles d'arrondissement peuvent être nécessaires pour les différents niveaux.

6.2 Recrutement des laboratoires

6.2.1 Les principes généraux concernant le recrutement des laboratoires amenés à participer à une expérience interlaboratoires sont donnés dans l'ISO 5725-1. Des recommandations relatives au nombre de laboratoires sont données dans l'[Annexe A](#). Lors de l'enregistrement du nombre de laboratoires requis à des fins de coopération, les responsabilités de ceux-ci doivent être clairement énoncées. Un exemple de questionnaire d'enregistrement approprié est représenté à la [Figure 1](#).

6.2.2 Dans le cadre du présent document, un «laboratoire» est considéré comme étant la combinaison de l'opérateur, de l'équipement et du site d'essai. Un même site d'essai (ou laboratoire dans le sens conventionnel) peut donc fournir plusieurs «laboratoires», s'il peut disposer de plusieurs opérateurs, chacun avec des ensembles indépendants d'équipement et de situations dans lesquels ils effectuent le travail.

6.3 Préparation des matériaux

6.3.1 Des informations sur les points à prendre en considération lors de la sélection des matériaux à utiliser dans une expérience de fidélité sont données dans l'ISO 5725-1.

6.3.2 Lors de la détermination de la quantité de matériau à fournir, une marge de manœuvre doit être prévue pour tenir compte des accidents ou erreurs dans l'obtention de certains résultats d'essai, qui peuvent nécessiter l'utilisation de matériau supplémentaire. La quantité de matériau préparée doit être suffisante pour couvrir l'expérience et permettre de constituer un stock adéquat.

6.3.3 Il convient de déterminer s'il est préférable pour certains laboratoires d'obtenir des résultats d'essai préliminaires afin de se familiariser avec la méthode de mesure avant d'obtenir les résultats d'essai officiels, et si tel est le cas, s'il convient que du matériau supplémentaire (mais pas des échantillons de l'expérience de fidélité) soit fourni pour cet objectif.

6.3.4 Lorsqu'un matériau est à homogénéiser, cela doit être fait de la façon la plus appropriée pour ce matériau. Lorsque le matériau soumis à essai n'est pas homogène, il est important de préparer les échantillons comme spécifié par la méthode, en commençant de préférence avec un lot de matériau commercial pour chaque niveau. Dans le cas de matériaux non stables, des instructions spécifiques sur le stockage et le traitement doivent être données.

NOTE Le Guide ISO 35 donne des informations sur l'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité des matériaux de référence.

6.3.5 Pour les échantillons à chaque niveau, n contenants indépendants doivent être utilisés pour chaque laboratoire, s'il existe un danger de détérioration des matériaux une fois que le contenant a été ouvert (par exemple par oxydation, par perte de composants volatiles ou en présence d'un matériau hygroscopique). Dans le cas de matériaux non stables, des instructions spécifiques sur le stockage et le traitement doivent être données. Des précautions peuvent être nécessaires pour s'assurer que les échantillons restent identiques le temps que les mesures soient effectuées. Si le matériau à mesurer est constitué d'un mélange de poudres présentant des densités relatives différentes ou des grosseurs de grains différentes, des précautions sont nécessaires, car les secousses, par exemple pendant le transport, peuvent entraîner une ségrégation. Lorsqu'une réaction avec l'atmosphère est possible, les spécimens peuvent être enfermés dans des ampoules, soit sous vide, soit remplies avec un gaz inerte. Pour des matériaux périssables, tels que des échantillons de nourriture ou de sang, il peut être nécessaire de les expédier en état de congélation aux laboratoires participants, avec des instructions détaillées sur la procédure de décongélation.

[ISO 5725-2:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-f6789e2aadbb/iso-5725-2-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-f6789e2aadbb/iso-5725-2-2019>

Questionnaire pour une étude interlaboratoires

Titre de la méthode de mesure (copie jointe)

1. Notre laboratoire souhaite participer à l'expérience de fidélité pour cette méthode de mesure normalisée :

OUI NON (cocher la case appropriée)

2. En tant que participant, nous reconnaissons que :

- a) tout appareillage essentiel, tous les produits chimiques et les autres exigences spécifiées dans la méthode doivent être disponibles dans notre laboratoire, dès le début du programme ;
- b) les exigences d'échelonnement dans le temps, telles que la date du début de l'essai, l'ordre d'essai des éprouvettes et la date d'achèvement du programme, doivent être rigoureusement respectées ;
- c) la méthode doit être strictement respectée ;
- d) les échantillons doivent être manipulés conformément aux instructions ;
- e) un opérateur qualifié doit effectuer les mesures.

Ayant étudié la méthode et ayant fait une juste appréciation de nos possibilités et des moyens dont nous disposons, nous estimons que nous sommes convenablement préparés pour participer à l'essai collectif de cette méthode.

3. Remarques.

(Signature)
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/b778f2cb-0810-4db3-a210-16789c00725-2-2019>
 (Société ou laboratoire)

Figure 1 — Questionnaire d'enregistrement pour une étude interlaboratoires

7 Personnel impliqué dans une expérience de fidélité

NOTE Il n'est pas escompté que les méthodes fonctionnelles dans les différents laboratoires soient identiques. Le contenu du présent article n'a donc pour seul objectif que d'être un guide modifiable le cas échéant pour s'adapter à une situation spécifique.

7.1 Panel d'experts

7.1.1 Il convient que l'expérience de fidélité soit supervisée par un panel d'experts, dont il convient qu'il soit constitué d'experts familiarisés avec la méthode de mesure et son application.

7.1.2 Les tâches du panel d'experts sont les suivantes:

- a) planifier et coordonner l'expérience de fidélité;
- b) décider du nombre de laboratoires, du nombre de niveaux et du nombre de mesures à effectuer, et du nombre de chiffres significatifs requis;
- c) nommer une personne pour les fonctions statistiques (voir 7.2);
- d) nommer une personne pour les fonctions exécutives (voir 7.3);

- e) considérer les instructions à fournir aux superviseurs de laboratoire, en plus de la méthode de mesure normalisée;
- f) décider si certains opérateurs peuvent être autorisés à effectuer quelques mesures non officielles afin de maîtriser à nouveau la méthode après une longue période (de telles mesures ne doivent jamais être effectuées sur les échantillons collectifs officiels);
- g) discuter du rapport d'analyse statistique à l'issue de l'analyse des résultats d'essai;
- h) établir les valeurs finales pour l'écart-type de répétabilité et l'écart-type de reproductibilité;
- i) décider s'il est nécessaire de mener des actions complémentaires, pour améliorer la méthode de mesure normalisée ou par rapport aux laboratoires dont les résultats ont été rejetés pour cause de valeurs aberrantes.

7.2 Fonctions statistiques

Il convient qu'au moins un membre du panel d'experts dispose d'une expérience préalable en planification et analyse statistique des expériences. Ses tâches sont les suivantes:

- a) contribuer de par ses connaissances spécifiques à la planification de l'expérience;
- b) analyser les données;
- c) rédiger un rapport à soumettre au panel d'experts, en respectant les instructions données en [8.7](#).

7.3 Fonctions exécutives

7.3.1 Il convient que l'organisation concrète de l'expérience ne soit confiée qu'à un seul laboratoire. Il convient qu'un membre du personnel de ce laboratoire en assume l'entière responsabilité; il est appelé le responsable exécutif et est nommé par le panel d'experts.

7.3.2 Les tâches du responsable exécutif sont les suivantes:

- a) s'assurer de la coopération du nombre de laboratoires nécessaires et s'assurer que des superviseurs ont bien été nommés;
- b) organiser et superviser la préparation des matériaux et des échantillons, et la distribution des échantillons; il convient de mettre de côté une quantité adéquate de matériau, afin de constituer un stock de réserve;
- c) élaborer des instructions couvrant l'ensemble des alinéas a) à h) de [6.1.2](#), et les envoyer suffisamment en avance aux superviseurs pour qu'ils puissent les commenter ou poser des questions à leur sujet, et s'assurer que les opérateurs retenus sont ceux qui devront normalement effectuer les mesures lors des opérations de routine;
- d) mettre au point des formulaires qui soient adaptés à l'opérateur, pour qu'il puisse les utiliser comme enregistrement de travail, et adaptés au superviseur, pour qu'il puisse y consigner les résultats d'essai avec le nombre de décimales nécessaires (ou de chiffres significatifs, selon le cas). De tels formulaires peuvent inclure le nom de l'opérateur, les dates auxquelles les échantillons ont été reçus et mesurés, l'équipement utilisé et toute autre information pertinente;
- e) traiter toutes les questions provenant des laboratoires concernant la mise en œuvre des mesures;
- f) vérifier le respect du planning;
- g) collecter les formulaires de données et les présenter à l'expert statisticien.

NOTE Les formulaires cités à l'alinéa d) de [7.3.2](#) peuvent être au format électronique; par exemple une feuille de calcul protégée de manière appropriée contre les modifications indésirables.