
**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**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and
results —*

*Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a
standard measurement method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/02511a01-8900-4b75-9ba6-1bbd831c73c8/iso-5725-4-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5725-4:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d25f1a01-89b0-4b75-9ba6-1bbd831c73c8/iso-5725-4-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles	2
5 Détermination du biais d'une méthode de mesure normalisée par une expérience interlaboratoires	3
5.1 Considérations relatives au plan d'expérience.....	3
5.1.1 Objectif.....	3
5.1.2 Schéma de l'expérience.....	4
5.1.3 Références à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2.....	4
5.2 Modèle statistique.....	4
5.3 Nombre de laboratoires et de mesurages requis.....	4
5.4 Exigences relatives à la valeur de référence acceptée.....	6
5.4.1 Approches d'attribution de la valeur de référence acceptée.....	6
5.4.2 Matériaux utilisés dans l'expérience.....	6
5.4.3 Exigences relatives à l'incertitude de mesure de la valeur de référence acceptée.....	7
5.5 Mise en œuvre de l'expérience.....	8
5.5.1 Évaluation de la fidélité.....	8
5.5.2 Contrôle de la fidélité.....	8
5.5.3 Estimation du biais de la méthode de mesure normalisée.....	10
5.5.4 Exemple.....	10
6 Détermination du biais de laboratoire d'un laboratoire utilisant une méthode de mesure normalisée	10
6.1 Considérations relatives au plan d'expérience.....	10
6.1.1 Objectif.....	10
6.1.2 Schéma de l'expérience.....	10
6.1.3 Références à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2.....	11
6.2 Modèle statistique.....	11
6.3 Nombre de résultats de mesure.....	11
6.4 Exigences relatives aux valeurs de référence acceptées.....	12
6.5 Mise en œuvre de l'expérience.....	12
6.5.1 Contrôle de l'écart-type intralaboratoire.....	12
6.5.2 Estimation du biais de laboratoire.....	13
7 Rapport destiné au panel d'experts et décisions du panel	14
7.1 Références à l'ISO 5725-2.....	14
7.2 Rapport de l'expert statisticien.....	14
7.3 Décisions du panel d'experts.....	14
Annexe A (informative) Établissement des formules	15
Annexe B (informative) Exemple d'une expérience d'exactitude	18
Bibliographie	27

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, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5725-4:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- reconnaissance claire des exigences relatives aux valeurs de référence acceptées qui sont utilisées dans les expériences d'évaluation du biais et introduisent les incertitudes des valeurs de référence acceptées;
- modification des exemples avec une méthode de mesure utilisée actuellement.

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'étroitesse de l'accord entre l'espérance d'un résultat de mesure et une valeur vraie. La «fidélité» désigne l'étroitesse de l'accord entre des résultats de mesure indépendants obtenus dans des conditions déterminées.

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 le présent document, car elle spécifie les définitions sous-jacentes et principes généraux.

La «justesse» d'une méthode de mesure présente un intérêt lorsqu'il est possible de concevoir une valeur vraie pour la propriété mesurée. Bien que la valeur vraie ne puisse pas être connue exactement, il peut être possible d'avoir une valeur de référence acceptée pour la propriété mesurée, par exemple, si des étalons ou des matériaux de référence appropriés sont disponibles, ou si la valeur de référence acceptée peut être établie par référence à une autre méthode de mesure ou par préparation d'un échantillon connu. La justesse de la méthode de mesure peut être recherchée en comparant la valeur de référence acceptée avec le même niveau des résultats donnés par la méthode de mesure. La justesse est normalement exprimée en termes de biais. Un biais peut survenir, par exemple, dans une analyse chimique, si la méthode de mesure n'arrive pas à extraire la totalité d'un élément, ou si la présence d'un élément interfère avec la détermination d'un autre.

Deux mesures de la justesse présentent un intérêt et toutes deux sont étudiées dans le présent document.

- iTeh STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)
- a) Biais de la méthode de mesure: lorsqu'il existe une possibilité que la méthode de mesure puisse donner lieu à un biais qui persiste, quels que soient le moment et le lieu où la mesure est réalisée, il peut être utile d'étudier le «biais de la méthode de mesure». Cela exige de réaliser une expérience impliquant de nombreux laboratoires.
- b) Biais du laboratoire: les mesurages au sein d'un seul laboratoire peuvent révéler le «biais du laboratoire» (comme défini dans l'ISO 5725-1). S'il est proposé de réaliser une expérience pour estimer le biais du laboratoire, il convient de garder à l'esprit que l'estimation n'est valable qu'au moment de réalisation de l'expérience et au(x) niveau(x) étudié(s) pour la propriété. D'autres essais réguliers sont requis pour montrer que le biais du laboratoire ne varie pas; la méthode décrite dans l'ISO 5725-6 peut être utilisée à cette fin.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5725-4:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d25f1a01-89b0-4b75-9ba6-1bbd831c73c8/iso-5725-4-2020>

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

1 Domaine d'application

1.1 Le présent document

- spécifie des méthodes de base pour l'estimation du biais d'une méthode de mesure et du biais du laboratoire lors de l'application d'une méthode de mesure;
- fournit une approche pratique d'une méthode de base appliquée en routine pour l'estimation du biais des méthodes de mesure et des biais de laboratoire;
- fournit des recommandations succinctes à l'attention de l'ensemble du personnel concerné par la planification, l'exécution ou l'analyse des résultats des mesurages pour l'estimation du biais.

1.2 Elle traite exclusivement des méthodes de mesure qui fournissent des mesures sur une échelle continue et qui donnent comme résultat de mesure 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 Le présent document s'applique lorsque la méthode de mesure a été normalisée et que tous les mesurages sont effectués selon cette méthode de mesure.

NOTE Dans le Guide ISO/IEC 99:2007 (VIM), «procédure de mesure» (2.6) est un terme analogue connexe au terme «méthode de mesure» utilisé dans le présent document.

1.4 Le présent document s'applique uniquement si une valeur de référence acceptée peut être établie pour remplacer la valeur vraie en utilisant la valeur, par exemple:

- d'un matériau de référence approprié;
- d'un étalon approprié;
- se rapportant à une méthode de mesure appropriée;
- d'un échantillon connu correctement préparé.

1.5 Le présent document s'applique uniquement aux cas où il suffit d'estimer le biais pour une propriété à la fois. Il n'est pas applicable si le biais correspondant au mesurage d'une propriété est affecté par le niveau de toute autre propriété (c'est-à-dire qu'il ne tient pas compte des interférences provoquées par d'autres grandeurs d'influence). La comparaison de la justesse de deux méthodes de mesure est traitée dans l'ISO 5725-6.

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 5725-1, *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*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 3534-1, l'ISO 3534-2, l'ISO 5725-1 et du Guide ISO 30, 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/>.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Symboles

ISO 5725-4:2020

A	Facteur utilisé pour calculer l'incertitude de mesure d'une estimation
B	Composante laboratoire du biais
C, C', C''	Statistiques de test
$C_{crit}, C'_{crit}, C''_{crit}$	Valeurs critiques pour les tests statistiques
e	Erreur aléatoire survenant à chaque mesurage dans des conditions de répétabilité
G	Statistique du test de Grubbs
h	Statistique du test de cohérence interlaboratoires de Mandel
k	Statistique du test de cohérence intralaboratoire de Mandel
n	Nombre de résultats de mesure obtenus dans un laboratoire à un niveau de la propriété mesurée (c'est-à-dire par cellule)
p	Nombre de laboratoires participant à l'expérience interlaboratoires
P	Probabilité
s	Estimation d'un écart-type
u	Incetitude-type; quantile de la loi normale centrée réduite
y	Résultat de mesure
\bar{y}	Moyenne des résultats de mesure

\bar{y}	Moyenne générale des résultats de mesure
α	Niveau de signification (α est fixé à 0,05 dans le présent document)
β	Probabilité d'erreur de type II
Φ	Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite
γ	Rapport de l'écart-type de reproductibilité à l'écart-type de répétabilité (σ_R/σ_r)
δ	Biais de la méthode de mesure étudiée
$\hat{\delta}$	Estimation du biais de la méthode de mesure étudiée
Δ	Biais de laboratoire
$\hat{\Delta}$	Estimation du biais de laboratoire
μ	Valeur de référence acceptée d'une propriété mesurée
ν	Nombre de degrés de liberté
σ	Valeur vraie d'un écart-type
$\chi^2_P(\nu)$	Quantile d'ordre P de la distribution χ^2 avec ν degrés de liberté

Indices

i	Identificateur pour un laboratoire participant; identificateur pour un laboratoire individuel (intralaboratoire)
k	Identificateur pour un résultat de mesure particulier d'un laboratoire
L	Interlaboratoires
m	Identificateur pour un biais détectable
P	Probabilité
r	Répétabilité
R	Reproductibilité
y	Identificateur pour le résultat de mesure
0	Identificateur pour la valeur de référence acceptée

5 Détermination du biais d'une méthode de mesure normalisée par une expérience interlaboratoires

5.1 Considérations relatives au plan d'expérience

5.1.1 Objectif

L'objectif de l'expérience est d'estimer la valeur du biais de la méthode de mesure et de déterminer s'il est statistiquement significatif. Si le biais ne se révèle pas statistiquement significatif, l'objectif est alors de déterminer la valeur absolue maximale du biais qui, dans une certaine probabilité, peut rester non détecté par les résultats de l'expérience.

5.1.2 Schéma de l'expérience

Le schéma de l'expérience est presque le même que pour une expérience sur la fidélité, comme décrit dans l'ISO 5725-2. Les différences sont:

- le nombre de laboratoires participants et le nombre de résultats de mesure doivent également satisfaire aux exigences données en 5.3; et
- une exigence supplémentaire, donnée en 5.4, impose d'utiliser une valeur de référence acceptée de la propriété mesurée.

5.1.3 Références à l'ISO 5725-1 et à l'ISO 5725-2

Les exigences relatives au plan d'expérience données dans l'ISO 5725-1 et l'ISO 5725-2 s'appliquent. Lors de la lecture de l'ISO 5725-1 et de l'ISO 5725-2 dans ce contexte, «justesse» doit être inséré à la place de «fidélité» ou de «répétabilité et reproductibilité», suivant le cas.

5.2 Modèle statistique

Le modèle de base d'un résultat de mesure, y , peut être exprimé comme:

$$y = \mu + \delta + B + e \quad (1)$$

où

μ est la valeur de référence acceptée d'une propriété mesurée;

δ est le biais de la méthode de mesure étudiée;

B est la composante laboratoire du biais; [ISO 5725-4:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d25fla01-89b0-4b75-9ba6-11bd831c73c8/iso-5725-4-2020)

e est l'erreur aléatoire survenant à chaque mesurage dans des conditions de répétabilité.

NOTE Dans le présent document, le biais est évalué à un niveau à la fois; pour des raisons pratiques, l'indice j , défini dans l'ISO 5725-1, pour le niveau de propriété a été supprimé.

Lorsque tous les résultats de mesure sont obtenus conformément aux exigences énoncées en 5.3 et 5.4 à partir d'un nombre suffisant de laboratoires participants et d'un nombre suffisant de mesurages dans des conditions de répétabilité dans chaque laboratoire en utilisant la même méthode de mesure, le biais de la méthode de mesure à chaque niveau de la propriété est estimé par:

$$\hat{\delta} = \bar{\bar{y}} - \mu \quad (2)$$

où

$\hat{\delta}$ est une estimation du biais de la méthode de mesure étudiée;

$\bar{\bar{y}}$ est la moyenne générale des résultats de mesure de tous les laboratoires participants;

μ est la valeur de référence acceptée de la propriété mesurée.

5.3 Nombre de laboratoires et de mesurages requis

Le nombre de laboratoires et le nombre de résultats de mesure requis dans chaque laboratoire sont interdépendants. Des recommandations relatives à la détermination de ces nombres sont fournies ci-dessous. Bien qu'il soit présumé que les biais de laboratoire puissent être considérés comme étant issus d'une distribution approximativement normale, en pratique ces recommandations s'appliquent à la plupart des distributions unimodales.

Afin que les résultats d'une expérience permettent de détecter, avec une forte probabilité, une valeur absolue maximale prédéterminée de biais, δ_m , la formule suivante doit être respectée:

$$A\sigma_R \leq \frac{\delta_m}{1,84} \quad (3)$$

où

A est un facteur utilisé pour calculer l'incertitude de mesure de l'estimation d'un biais (voir ci-dessous);

σ_R est l'écart-type de reproductibilité de la méthode de mesure;

δ_m est la valeur absolue maximale prédéterminée du biais que l'expérimentateur souhaite détecter à partir des résultats de l'expérience;

1,84 est un facteur dérivé (voir l'[Annexe A](#)).

Dans la [Formule \(3\)](#), A est une fonction du nombre de laboratoires, du nombre de résultats de mesure dans chaque laboratoire, de l'écart-type de reproductibilité de la méthode de mesure et de l'incertitude de mesure de la valeur de référence acceptée. A est donné par:

$$A = 1,96 \sqrt{A_0^2 + A_y^2} = 1,96 \sqrt{\frac{u^2(\mu)}{\sigma_R^2} + \frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}} \quad (4)$$

où

1,96 est le quantile d'ordre 0,975 de la loi normale centrée réduite (voir l'[Annexe A](#));

A_0 est le rapport de l'incertitude-type de la valeur de référence acceptée à l'écart-type de reproductibilité de la méthode de mesure;

A_y est le rapport de l'écart-type de la moyenne générale de cette expérience à l'écart-type de reproductibilité de la méthode de mesure;

$u(\mu)$ est l'incertitude-type de la valeur de référence acceptée;

n est le nombre de résultats de mesure dans chaque laboratoire;

p est le nombre de laboratoires participants;

γ est le rapport de l'écart-type de reproductibilité à l'écart-type de répétabilité.

Dans la [Formule \(4\)](#), A_0 , A_y et γ sont donnés respectivement par:

$$A_0 = u(\mu) / \sigma_R \quad (5)$$

$$A_y = \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}} \quad (6)$$

$$\gamma = \sigma_R / \sigma_r \quad (7)$$

où σ_r est l'écart-type de répétabilité de la méthode de mesure.

Si l'incertitude de mesure de la valeur de référence acceptée est suffisamment faible pour être négligée, ce qui suppose $A_0 \leq 0,3A_y$ (c'est-à-dire $u(\mu) \leq 0,3A_y\sigma_R$), la [Formule \(4\)](#) peut être simplifiée et donner:

$$A = 1,96A_y \tag{8}$$

Les valeurs de A calculées à l'aide de la [Formule \(8\)](#) sont données dans le [Tableau 1](#).

Idéalement, il convient que la combinaison du nombre de laboratoires et du nombre de répétitions de résultats de mesure par laboratoire satisfasse à l'exigence décrite par la [Formule \(3\)](#), la valeur δ_m étant prédéterminée par l'expérimentateur. Cependant, la plupart du temps, pour des raisons pratiques, le choix du nombre de laboratoires est un compromis entre la disponibilité des ressources et la volonté de réduire la valeur de δ_m à un niveau satisfaisant. Si la reproductibilité de la méthode de mesure est faible, il n'est pas facile d'estimer le biais avec un degré élevé de certitude. Lorsque σ_R est plus grand que σ_r (c'est-à-dire que γ est plus grand que 1) comme c'est souvent le cas, il y a peu à gagner d'obtenir plus de $n = 2$ résultats de mesure par laboratoire et par niveau.

Tableau 1 — Valeurs de A , le facteur utilisé pour calculer l'incertitude de mesure d'une estimation de biais lorsque l'incertitude de mesure de la valeur de référence acceptée est suffisamment faible pour être négligée

Nbre de laboratoires p	Valeur de A calculée par la Formule (8)								
	$\gamma = 1$			$\gamma = 2$			$\gamma = 5$		
	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5	0,62	0,51	0,44	0,82	0,80	0,79	0,87	0,86	0,86
10	0,44	0,36	0,31	0,58	0,57	0,56	0,61	0,61	0,61
15	0,36	0,29	0,25	0,47	0,46	0,46	0,50	0,50	0,50
20	0,31	0,25	0,22	0,41	0,40	0,40	0,43	0,43	0,43
25	0,28	0,23	0,20	0,37	0,36	0,35	0,39	0,39	0,39
30	0,25	0,21	0,18	0,33	0,33	0,32	0,35	0,35	0,35
35	0,23	0,19	0,17	0,31	0,30	0,30	0,33	0,33	0,33
40	0,22	0,18	0,15	0,29	0,28	0,28	0,31	0,31	0,31

5.4 Exigences relatives à la valeur de référence acceptée

5.4.1 Approches d'attribution de la valeur de référence acceptée

La valeur de référence acceptée de la propriété d'intérêt, μ , doit être fiable et métrologiquement traçable par rapport à une référence acceptée pouvant remplacer la valeur vraie. Elle fait référence à la valeur associée au matériau utilisé dans cette expérience, qui a été soit attribuée dans le cadre d'une autre étude indépendante, telle que la caractérisation du matériau de référence, l'étalonnage d'étalon de mesure à l'aide de procédures d'étalonnage appropriées mises en œuvre par des laboratoires compétents, l'attribution par une autre méthode de mesure (de préférence une méthode de mesure de référence), soit calculée à partir des valeurs de propriété des matériaux utilisés pour la préparation de l'échantillon connu.

NOTE Des recommandations pour la caractérisation et l'utilisation de matériaux de référence sont fournies respectivement dans le Guide ISO 35 et le Guide ISO 33. Se reporter à la définition des autres étalons dans le Guide ISO/IEC 99 (VIM).

5.4.2 Matériaux utilisés dans l'expérience

5.4.2.1 Le matériau utilisé dans l'expérience, qu'il soit acheté ou préparé, peut être un matériau de référence, un étalon ou un échantillon connu préparé et doit avoir la même propriété que celle à laquelle la méthode de mesure normalisée est destinée à être appliquée, par exemple la concentration.