

---

---

**Plans d'expériences pour l'évaluation  
de l'incertitude — Utilisation de plans  
factoriels pour la détermination des  
fonctions d'incertitude**

*Experimental designs for evaluation of uncertainty — Use of factorial  
designs for determining uncertainty functions*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 23471:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d933ef4-dfd1-4bc9-8a1b-b52c85f8e0d0/iso-ts-23471-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 23471:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d933ef4-dfd1-4bc9-8a1b-b52c85f8e0d0/iso-ts-23471-2022>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2022

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  
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 Symboles</b> .....	<b>3</b>
<b>5 Principes généraux</b> .....	<b>5</b>
5.1 Généralités .....	5
5.2 Principes de l'approche conventionnelle .....	5
5.3 Principes de l'approche factorielle .....	5
<b>6 Approche conventionnelle</b> .....	<b>6</b>
6.1 Considérations d'ordre général .....	6
6.2 Sélection des échantillons et des niveaux .....	6
6.3 Plan d'expérience .....	6
6.4 Analyse statistique .....	6
6.4.1 Modèle statistique .....	6
6.4.2 Calcul de la répétabilité interne et de la reproductibilité interne .....	7
6.4.3 Calcul de l'incertitude de mesure .....	9
<b>7 Approche factorielle</b> .....	<b>9</b>
7.1 Considérations d'ordre général .....	9
7.2 Sélection des matériaux d'échantillon, des facteurs et des niveaux de facteur .....	10
7.3 Plan d'expérience .....	10
7.4 Analyse statistique .....	11
7.4.1 Modèle statistique .....	11
7.4.2 Calcul de la répétabilité interne et de la reproductibilité interne .....	12
7.4.3 Calcul de l'incertitude de mesure .....	13
<b>Annexe A (informative) Estimation par la méthode REML</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe B (informative) Plan orthogonal à 8 combinaisons de niveaux de facteur pour 7 facteurs à 2 niveaux de facteur</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe C (informative) Plan orthogonal à 12 combinaisons de niveaux de facteur pour 3 facteurs à 2 niveaux de facteur et 1 facteur à 3 niveaux de facteur</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe D (informative) Plan orthogonal à 9 combinaisons de niveaux de facteur pour 4 facteurs à 3 niveaux de facteur</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe E (informative) Intervalle d'incertitude de mesure asymétrique</b> .....	<b>22</b>
<b>Annexe F (informative) Exemple</b> .....	<b>23</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>27</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.

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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/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*.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Le présent document a été élaboré en réponse au besoin de plans intralaboratoires normalisés pour déterminer l'incertitude de mesure (JCGM 100<sup>[1]</sup>) au moyen d'expériences. Il s'applique aux situations dans lesquelles l'écart-type des observations n'est pas constant mais dépend du mesurande, et où l'incertitude de mesure est dérivée en utilisant une méthode descendante. Ce besoin a été exprimé dans des secteurs tels que la protection des consommateurs, la sécurité alimentaire, l'analyse environnementale et le diagnostic médical.

L'évaluation de l'incertitude requiert habituellement la quantification et la combinaison subséquente d'incertitudes ayant pour origine une variation aléatoire et d'incertitudes associées à des corrections. Une variation aléatoire peut survenir au sein d'une expérience spécifique sous les mêmes conditions ou sur toute une plage de conditions. Dans le premier cas, la variation apparaît dans des conditions de répétabilité et est, de ce fait, généralement qualifiée d'écart-type de répétabilité ou coefficient de variation de répétabilité; la fidélité sur toute une plage de conditions est en général appelée «fidélité intermédiaire» ou «reproductibilité» (ISO 5725 (toutes les parties)<sup>[3]</sup>).

Le plan d'expérience le plus courant pour l'estimation de la variance de laboratoire et de la variance de répétabilité est le plan ANOVA, décrit dans l'ISO 5725-2. Dans ce plan, un nombre égal d'observations est recueilli dans des conditions de répétabilité pour chaque laboratoire participant. D'autres plans destinés aux études interlaboratoires, dans lesquels d'autres facteurs sont modifiés en plus du facteur «laboratoire», sont décrits dans l'ISO 5725-3. L'évaluation des incertitudes fondée sur un tel plan de l'étude est traitée dans l'ISO 21748<sup>[6]</sup>. De manière similaire, lorsque les observations ne sont pas rassemblées dans différents laboratoires mais selon des groupes de différentes conditions de mesure (par exemple semaines ou techniciens différents) au sein du même laboratoire, la composante inter-groupes de la variance peut être considérée comme représentative de la contribution à l'incertitude ayant pour origine la variation aléatoire de la condition de mesure représentée par le facteur «groupe». Par exemple, si des résultats d'essai sont obtenus dans des conditions de répétabilité une fois par semaine, l'analyse de variance peut fournir une estimation de l'effet de la variation inter-semaines.

S'ils comptent parmi les plans d'estimation de la variation aléatoire les plus courants; les plans emboîtés ne sont pas pour autant les seuls à présenter une utilité. Considérons par exemple une expérience menée en utilisant trois instruments, trois lots de réactifs et trois lots de cartouches d'extraction en phase solide (SPE, de l'anglais «solid phase extraction»), où chaque combinaison possible est prise en compte dans le plan, soit un total de  $3 \times 3 \times 3 = 27$  traitements. Étant donné que chaque combinaison possible comprend le même nombre d'observations, ce plan est dit «équilibré» et, les facteurs n'étant pas emboîtés les uns dans les autres, les facteurs «instrument», «réactif» et «cartouche SPE» sont dits «croisés». Ce type d'expérience est traité dans l'ISO/TS 17503<sup>[5]</sup> relative à l'évaluation de l'incertitude de la moyenne des modèles à deux facteurs croisés. Tout comme dans le cas du plan emboîté, l'objectif est d'extraire les composantes de la variance correspondant aux trois facteurs. Il existe dans la littérature statistique des modèles appropriés appelés «modèles à effets aléatoires» ou (si un des facteurs a un effet fixe) «modèles à effets mixtes». Cette approche peut être étendue à plus de trois facteurs. Cependant, si toutes les combinaisons de niveaux de facteur sont prises en compte dans le plan, le nombre de mesurages correspondant peut devenir très élevé. Par exemple, cinq facteurs ayant chacun trois niveaux donnent déjà  $3^5 = 243$  combinaisons de niveaux de facteur. S'il est nécessaire d'inclure au moins cinq facteurs dans l'expérience, il convient que le nombre de niveaux soit aussi faible que possible (deux niveaux) et il est recommandé de mettre en œuvre un plan orthogonal, incluant une sélection limitée de combinaisons de niveaux de facteur.

Il est supposé, dans le présent document, que les valeurs mesurées sont des nombres non négatifs et que toutes les composantes de la variance comportent deux parties: l'une qui est proportionnelle au niveau du mesurande et l'autre qui est constante pour tous les niveaux. Plusieurs méthodes permettent d'estimer les composantes de la variance. Pour les plans équilibrés, le calcul des carrés moyens attendus à partir d'une analyse de variance classique s'effectue directement. Le recours à l'estimation du maximum de vraisemblance restreint (parfois également dit «résiduel» [REML, de l'anglais «restricted maximum likelihood estimation»]) est largement recommandé pour l'estimation des composantes de la variance; cette méthode s'applique aussi bien aux plans équilibrés qu'aux plans non équilibrés.



# Plans d'expériences pour l'évaluation de l'incertitude — Utilisation de plans factoriels pour la détermination des fonctions d'incertitude

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les modes opératoires expérimentaux et les analyses statistiques pour la détermination de l'incertitude de mesure dans les situations où les conditions suivantes sont remplies:

- Condition 1: le niveau du mesurande est non négatif, par exemple un niveau de concentration d'un contaminant dans un échantillon.
- Condition 2: l'erreur de mesure comporte deux composantes indépendantes: pour l'une de ces composantes, l'écart-type relatif est constant (c'est-à-dire que l'écart absolu est proportionnel au niveau du mesurande), tandis que pour l'autre composante, l'écart-type absolu est constant (c'est-à-dire indépendant du niveau du mesurande).
- Condition 3: des échantillons présentant différents niveaux du mesurande peuvent être préparés; si le niveau du mesurande est la concentration d'une substance chimique, ces échantillons peuvent être obtenus, par exemple, en fortifiant (dopant) des échantillons à blanc.

Les conditions 1 et 2 sont respectées pour la plupart des applications d'analyses chimiques instrumentales. La condition 3 peut être respectée pour des analyses chimiques si des échantillons à blanc sont disponibles.

Le présent document peut également être utilisé pour déterminer les données de fidélité relatives à un laboratoire spécifique, pour différents techniciens, différentes conditions d'environnement, des objets d'essai identiques ou similaires, avec le même niveau du mesurande, sur une période donnée.

## 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 3534-4, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 4: Échantillonnage d'enquête*

Guide ISO/IEC 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

## 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 3534-3, l'ISO 3534-4 et le Guide ISO/IEC 98-3, 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 <https://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### **bloc**

groupe de configurations qui sont réalisées en parallèle ou dans un court intervalle de temps et qui sont utilisées pour les mêmes échantillons

EXEMPLE Deux configurations:

Technicien 1 + milieu de culture 2 + température 1 + incubateur 1

ET

Technicien 2 + milieu de culture 1 + température 2 + incubateur 2

### 3.2

#### **facteur**

paramètre qualitatif ou quantitatif qui est modifié dans le but d'évaluer son effet sur la variable de réponse

Note 1 à l'article: Un facteur peut constituer une cause assignable pour le résultat d'une expérience.

Note 2 à l'article: L'utilisation du terme «facteur» est plus spécifique, ici, que ne l'est son utilisation générique comme synonyme de variable de prédiction.

Note 3 à l'article: Un facteur peut être associé à la création de blocs.

### 3.3

#### **niveau de facteur**

valeur ou affectation d'un facteur

EXEMPLE Les niveaux d'échelle ordinale d'un catalyseur peuvent être la présence ou l'absence. Quatre niveaux d'un traitement thermique peuvent être 100 °C, 120 °C, 140 °C et 160 °C. La variable d'échelle nominale d'un laboratoire peut avoir des niveaux A, B et C, correspondant à trois installations.

Note 1 à l'article: La «valeur d'une variable de prédiction» est un synonyme de ce terme.

Note 2 à l'article: Le terme «niveau» est normalement associé à une caractéristique quantitative. Cependant, il s'agit également du terme utilisé pour décrire la version ou la valeur de caractéristiques qualitatives.

Note 3 à l'article: Les réponses obtenues aux différents niveaux d'un facteur fournissent des informations permettant de déterminer l'effet de ce facteur dans le domaine de variation étudié du plan d'expérience. Une extrapolation hors de ce domaine est généralement inadéquate, à moins que l'on ait de solides raisons d'admettre l'existence d'un modèle de relation fonctionnelle. L'interpolation à l'intérieur peut dépendre du nombre de niveaux et de leur répartition. Elle est généralement raisonnable, bien qu'il puisse exister des relations discontinues ou multimodales entraînant des changements brusques à l'intérieur même du domaine étudié. Les niveaux peuvent être soit limités à certaines valeurs délibérément choisies (que celles-ci soient ou non connues), soit résulter d'une sélection purement aléatoire à l'intérieur du domaine à étudier.

### 3.4

#### **répétabilité interne**

fidélité de mesure dans un ensemble de conditions de répétabilité interne des mesurages dans un laboratoire spécifique

Note 1 à l'article: Les conditions de répétabilité interne comprennent le même mode opératoire de mesure, les mêmes techniciens, le même système de mesure, les mêmes conditions de fonctionnement, le même lieu, et des mesurages répétés sur des objets identiques ou similaires sur une courte période de temps dans un laboratoire spécifique.



**3.5****reproductibilité interne**

fidélité de mesure dans des conditions de reproductibilité interne des mesurages dans un laboratoire spécifique

Note 1 à l'article: Les conditions de reproductibilité interne comprennent différents techniciens, différentes conditions de fonctionnement et des mesurages répétés sur des objets d'essai identiques ou similaires sur une période de temps donnée dans un laboratoire spécifique.

**3.6****matériau d'échantillon**

matériau dans lequel les échantillons sont fabriqués

Note 1 à l'article: Le choix du matériau d'échantillon peut avoir un effet sur le biais de la procédure de mesure.

**3.7****combinaison de niveaux de facteur**

combinaison de différents niveaux de facteur

EXEMPLE      Technicien 1 + milieu de culture 2 + température 1 + etc.

Note 1 à l'article: Ces conditions peuvent être décrites par la combinaison des niveaux de facteur correspondant aux facteurs modifiés lors de l'étude.

**3.8****prise d'essai**

quantité de matériau, prélevée dans l'échantillon pour essai, suffisante pour permettre le mesurage de la concentration ou de toute autre propriété étudiée, utilisée pour un mesurage spécifique

[SOURCE: ISO 11074:2015<sup>[4]</sup>, 4.3.15, modifiée — Le terme «la mesure» a été remplacé par «le mesurage» et l'expression «utilisée pour un mesurage spécifique» a été ajoutée et les Notes 1 et 2 à l'article ont été supprimées.]

ISO/TS 23471:2022

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d933ef4-dfd1-4bc9-8a1b-b52c85f8e0d0/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d933ef4-dfd1-4bc9-8a1b-b52c85f8e0d0/iso-ts-23471-2022)

[ts-23471-2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d933ef4-dfd1-4bc9-8a1b-b52c85f8e0d0/iso-ts-23471-2022)

**4 Symboles**

$A_j$	Composante absolue de l'effet de bloc linéaire $j$
$A(j)$	Composante absolue de l'effet de combinaison de niveaux de facteur $j$
$a_{ijk}$	Composante absolue de l'erreur de répétabilité pour le résultat de mesure $Y_{ijk}$
$B_j$	Composante relative de l'effet de bloc linéaire $j$
$B(j)$	Composante relative de l'effet de combinaison de niveaux de facteur $j$
$b_{ijk}$	Composante relative de l'erreur de répétabilité pour le résultat de mesure $Y_{ijk}$
$df(x)$	Degrés de liberté effectifs au niveau $x$
$i$	Identificateur pour un niveau particulier Identificateur pour un mesurage spécifique (voir <a href="#">Annexe F</a> )
$j$	Identificateur pour un échantillon ou un bloc particulier ou une combinaison de niveaux de facteur particulière Identificateur pour un mesurage particulier (voir <a href="#">Annexe F</a> )
$L(\theta)$	Log-vraisemblance pour les composantes de la variance $\theta$

$k$	Identificateur pour un résultat de mesure spécifique au niveau $i=1,\dots,m$ dans le bloc $j=1,\dots,n$
	Facteur d'élargissement pour l'incertitude de mesure
$M$	Matrice de transformation utilisée dans l'estimation REML
$m$	Nombre de niveaux du mesurande
$n$	Nombre d'échantillons ou de blocs ou de combinaisons de niveaux de facteur à un niveau du mesurande
$p$	Nombre de résultats de mesure obtenus à un niveau, pour un échantillon, un bloc ou une combinaison de niveaux de facteur
$q$	Nombre de facteurs
REML	Estimation résultant d'un calcul du maximum de vraisemblance restreint
$s_f(j)$	Niveau de facteur du facteur $f=1,\dots,q$ à la combinaison de niveaux de facteur $j$
$u(\hat{x}_{ij})$	Incertitude-type de la valeur estimée du niveau $x$
$u(Y)$	Incertitude-type de la valeur mesurée $Y$ pour le niveau vrai $x$
$U(Y)$	Incertitude élargie de la valeur mesurée $Y$ pour le niveau vrai $x$
$V(\theta)$	Matrice de covariance utilisée dans l'estimation REML
$X$	Matrice de plan pour l'estimation REML
$x$	Valeur vraie du niveau du mesurande
$\hat{x}$	Valeur estimée du niveau du mesurande
$x_{ij}$	Valeur vraie du niveau de l'échantillon au niveau $i=1,\dots,m$ dans le bloc $j=1,\dots,n$
$x_L$	Limite inférieure de l'intervalle d'incertitude de mesure
$x_U$	Limite supérieure de l'intervalle d'incertitude de mesure
$Y_{ijk}$	Résultat de mesure de la prise d'essai $(i,j,k)$ au niveau $i=1,\dots,m$ dans le bloc $j=1,\dots,n$ pour la répétition $k=1,\dots,p$
$Y$	Valeur mesurée
$Y$	Vecteur des valeurs mesurées pour l'estimation REML
$Y_{\text{corr}}$	Valeur mesurée corrigée (correction du taux de récupération)
$\alpha$	Valeur vraie de la composante absolue du biais de la méthode
$\hat{\alpha}$	Valeur estimée de la composante absolue du biais de la méthode
$\beta$	Valeur vraie de la composante relative du biais de la méthode plus 1 (taux de récupération relatif)
	Vecteur de la valeur vraie de la composante absolue du biais de la méthode et de la valeur vraie de la composante relative du biais de la méthode plus 1 pour l'estimation REML

$\hat{\beta}$	Valeur estimée de la composante relative du biais de la méthode plus 1 (taux de récupération relatif)
$\theta$	Vecteur des composantes de la variance utilisé dans l'estimation REML
$\mu(x)$	Valeur mesurée attendue au niveau $x$ , $\mu(x) = \alpha + \beta x$
$\sigma$	Valeur vraie d'un écart-type
$\sigma^2$	Valeur vraie d'une variance
$\hat{\sigma}$	Valeur estimée d'un écart-type
$\hat{\sigma}^2$	Valeur estimée d'une variance
$\sigma_{ri}^2(x)$	Valeur vraie d'une fonction de variance dans des conditions de répétabilité interne au niveau $x$
$\sigma_{Ri}^2(x)$	Valeur vraie d'une fonction de variance dans des conditions de reproductibilité interne au niveau $x$
$\sigma_{\mu}^2(x)$	Valeur vraie de la variance type de la fonction linéaire de la valeur mesurée attendue

## 5 Principes généraux

### 5.1 Généralités

Les procédures descendantes de détermination de l'incertitude de mesure dépendent du choix de l'approche, selon qu'il s'agit d'une approche conventionnelle (voir 5.2) ou d'une approche factorielle (voir 5.3). Dans un cas comme dans l'autre, tous les résultats sont valables uniquement pour le laboratoire au sein duquel l'étude a été menée.

### 5.2 Principes de l'approche conventionnelle

L'approche conventionnelle suppose que tous les mesurages peuvent être regroupés en blocs. Pour les mesurages d'un bloc, les conditions de répétabilité interne sont remplies. Pour les mesurages inter-blocs, les conditions de reproductibilité interne sont remplies. Ainsi, dans le cas des mesurages inter-blocs, il existe des variations en ce qui concerne, par exemple, l'heure du mesurage, le technicien, les conditions d'environnement, les lots de réactifs ou les instruments de mesure.

### 5.3 Principes de l'approche factorielle

L'approche factorielle se différencie de l'approche conventionnelle, dans laquelle les conditions de mesure varient aléatoirement d'un bloc de mesure à l'autre, par le fait qu'au moins certaines des conditions de mesure sont contrôlées. Par exemple, la moitié des mesurages est effectuée avec des réactifs du lot A et l'autre moitié avec des réactifs du lot B; contrairement à l'approche conventionnelle où, hormis le facteur de groupement (par exemple jour 1 et jour 2), les conditions de mesure ne sont pas contrôlées. L'approche factorielle permet d'évaluer l'incertitude de mesure des résultats d'essai obtenus dans diverses conditions d'essai caractéristiques (telles que différents analystes, différents instruments, différents lots de réactifs, différentes durées d'essai et différentes températures d'essai) au sein d'un laboratoire donné. L'approche factorielle vise à établir des données de fidélité et des données de mesure fiables en appliquant simultanément une variation contrôlée aux facteurs choisis. Cela permet d'évaluer l'impact combiné des effets factoriels.

## 6 Approche conventionnelle

### 6.1 Considérations d'ordre général

L'approche conventionnelle comporte les parties suivantes:

- sélection des niveaux du mesurande (par exemple niveaux de concentration) et des matériaux d'échantillon;
- plan de l'étude et répartition des prises d'essai dans différents blocs;
- réalisation du mesurage;
- analyses statistiques.

Les résultats (tableaux et calculs), y compris les résultats divergents, le cas échéant, doivent être présentés dans un rapport d'étude.

### 6.2 Sélection des échantillons et des niveaux

L'étude est généralement menée avec  $m = 4, \dots, 8$  matériaux d'échantillon homogènes à différents niveaux du mesurande, prélevés sur le même type d'échantillon. Il convient que les échantillons ne diffèrent que par le niveau du mesurande. Il convient que le rapport du niveau maximal sur le niveau minimal soit égal à au moins 1,5, sans toutefois dépasser 50. Si le rapport dépasse 4, il est nécessaire de procéder à des essais supplémentaires d'hypothèses de modèles statistiques (linéarité, homoscedasticité) et à l'examen des degrés de liberté effectifs.

### 6.3 Plan d'expérience

Le matériau d'échantillon est disponible en  $m$  différents niveaux du mesurande. Pour chaque niveau,  $n$  échantillons sont répartis aléatoirement dans  $n$  blocs (avec  $n \geq 8$ ). Chacun des  $n$  blocs comprend ainsi  $m$  échantillons, chaque échantillon ayant un niveau différent du mesurande. Chaque échantillon est composé de  $p$  prises d'essai, c'est-à-dire que  $p$  représente le nombre de répétitions à chaque niveau et dans chaque bloc. Il n'y a pas de limite fixée au nombre de répétitions  $p$ ; même sans répétition ( $p = 1$ ), il est possible de calculer la fidélité et l'incertitude, bien que le résultat soit plus fiable avec  $p \geq 2$  répétitions.

Chaque bloc comprend  $m \times p$  prises d'essai, soit un total de  $m \times n \times p$  prises d'essai en tout. Les  $m \times p$  prises d'essai de chaque bloc doivent être analysées dans des conditions de répétabilité interne. Différents blocs doivent être analysés sous différentes conditions, de préférence avec un équipement différent, une personne différente et au cours de semaines différentes. Ainsi, si le facteur de mise en blocs (groupement) est la *semaine*, un total de  $n$  semaines, par exemple, est nécessaire pour mesurer  $m \times n \times p$  prises d'essai. Il convient que le facteur de mise en blocs soit choisi de sorte à pouvoir exclure toute auto-corrélation temporelle, c'est-à-dire qu'il vaut mieux privilégier, en général, une période plus longue qu'une période plus courte.

NOTE 1 La fiabilité des données de fidélité dépend en grande partie du nombre de blocs (voir ISO 5725-1). L'erreur-type relative des données d'incertitude peut dépasser 29 % s'il y a moins de  $n = 8$  blocs.

### 6.4 Analyse statistique

#### 6.4.1 Modèle statistique

$Y_{ijk}$  désigne le résultat de mesure de la prise d'essai  $(i, j, k)$  au niveau  $i = 1, \dots, m$  dans le bloc  $j = 1, \dots, n$  pour la répétition  $k = 1, \dots, p$ .

$x_{ij}$  désigne la valeur vraie du niveau de la prise d'essai correspondante au niveau  $i = 1, \dots, m$  dans le bloc  $j = 1, \dots, n$ .