

ISO/TC 28

Secrétariat: NEN

Début de vote:
2021-09-03

Vote clos le:
2021-10-29

Produits pétroliers et connexes — Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats —

Partie 4: Utilisation de cartes de contrôle statistique pour valider l'état 'sous maîtrise statistique' pour l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un seul laboratoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17d04cb4-85ed-453e-a403->

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

*Part 4: Use of statistical control charts to validate 'in-statistical-
control' status for the execution of a standard test method in a single
laboratory*

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 4259-4:2021(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 4259-4
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17d04cb4-85ed-453e-a403-e79dd2cdf6f1/iso-fdis-4259-4>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
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, définitions, symboles et termes abrégés	1
3.1 Termes spécifiques et définitions.....	2
3.2 Symboles et termes abrégés.....	2
4 Maîtrise statistique dans l'exécution par un laboratoire d'une méthode d'essai normalisée	3
4.1 Généralités.....	3
4.2 Description des cartes de contrôle.....	4
4.2.1 Généralités.....	4
4.2.2 Cartes I et MR.....	4
4.2.3 Stratégie d'amélioration de la sensibilité de la carte I.....	4
4.2.4 Conditions de maîtrise statistique.....	5
4.3 Processus opératoire des cartes de contrôle.....	5
4.3.1 Généralités.....	5
4.3.2 Phase 1 du processus opératoire des cartes de contrôle.....	6
4.3.3 Phase 2 du processus opératoire des cartes de contrôle.....	9
4.4 Transition pour le changement de lot de matériau QC.....	12
4.4.1 Généralités.....	12
4.4.2 Procédure 1, essai simultané.....	12
4.4.3 Procédure 2, carte Q.....	12
4.4.4 Procédure 3, carte I actualisée dynamiquement avec l'EWMA.....	13
5 Recommandations en cas de variation insuffisante ou de données non normales	13
5.1 Exigence générale.....	13
5.2 Procédé en cas de variation insuffisante ou de données non normales.....	13
5.2.1 Variation insuffisante.....	13
5.2.2 Données non normales.....	15
Annexe A (informative) Détails du processus opératoire des cartes de contrôle	16
Annexe B (normative) Procédures de vérification	35
Bibliographie	37

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 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*, en collaboration avec le Comité européen de normalisation (CEN), comité technique CEN/TC 19, *Combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes d'origine pétrolière, synthétique et biologique*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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

Tout commentaire ou question sur ce document doit être adressé à l'organisme national de normalisation de l'utilisateur. Une liste complète de ces organismes est disponible sur www.iso.org/members.html.

Introduction

Dans l'environnement économique mondial actuel, la fiabilité des données de mesure représente un facteur essentiel pour les entreprises et une attente implicite de la part des clients et des entités de réglementation. La fiabilité des données signifie que la qualité des données satisfait aux attentes et est adaptée à l'usage. La fiabilité des données ne peut être obtenue qu'au moyen de systèmes de mesure ayant fait la preuve de leur stabilité et soumis uniquement à des variations de cause courante.

Le présent document décrit les applications de cartes de contrôle statistique spécifiques sélectionnées parmi celles dont l'utilisation est largement répandue dans le secteur industriel à des fins de contrôle et de preuve de l'état «sous maîtrise statistique» d'un laboratoire dans l'exécution d'une méthode d'essai normalisée pour produire des données fiables.

Dans l'ISO 4259-2^[9], l'exigence d'évaluation de la conformité de la qualité du produit aux spécifications doit être interprétée de façon à ce que chaque résultat d'essai d'un laboratoire soit obtenu au moyen d'une méthode d'essai sous maîtrise statistique en matière de fidélité et de biais, et doive être corroboré en interne par des cartes de contrôle statistique de la qualité (CSQ) ou d'autres techniques statistiques équivalentes. Tandis que de nombreux laboratoires utilisent des techniques internes pour l'assurance de la qualité des méthodes d'essai, la normalisation des modalités d'établissement de la maîtrise statistique est nécessaire pour assurer l'uniformité de l'application de l'ISO 4259-2.^[9] L'objet du présent document, qui repose sur l'ASTM D6299^[1], est de répondre à la nécessité susmentionnée.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 4259-4](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17d04cb4-85ed-453e-a403-e79dd2cdff6f/iso-fdis-4259-4)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17d04cb4-85ed-453e-a403-e79dd2cdff6f/iso-fdis-4259-4>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 4259-4

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17d04cb4-85ed-453e-a403-e79dd2cd96f1/iso-fdis-4259-4>

Produits pétroliers et connexes — Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats —

Partie 4:

Utilisation de cartes de contrôle statistique pour valider l'état 'sous maîtrise statistique' pour l'exécution d'une méthode d'essai normalisée dans un seul laboratoire

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le processus et la méthodologie pour la construction, l'exploitation et la maintenance de cartes de contrôle statistique afin d'évaluer si l'exécution par un laboratoire d'une méthode d'essai normalisée est sous maîtrise statistique et comment établir et valider cet état «sous maîtrise statistique».

Il spécifie les cartes de contrôle les plus appropriées pour les méthodes d'essai de l'ISO/TC 28 dans lesquelles les principales variations de cause courante sont associées aux conditions de long terme et d'opérateurs multiples. Les cartes de contrôle spécifiées pour la détermination de la maîtrise statistique sont les suivantes: carte individuelle (I), carte à étendue mobile de 2 (MR_2), et soit la moyenne mobile pondérée exponentiellement (EWMA) soit les règles de zone (similaires aux règles de Western Electric (WE)^[3]) comme stratégie d'amélioration de la sensibilité en soutien de la carte I.

Les procédures décrites dans le présent document ont été principalement conçues pour les résultats numériques obtenus à partir d'essais d'échantillons de contrôle préparés à partir d'une source homogène de produits pétroliers et connexes de manière à préserver l'homogénéité des propriétés d'intérêt entre les échantillons de contrôle.

Si la méthode de test le permet, un échantillon de matériau de référence certifié (CRM) est utilisé comme échantillon de contrôle à condition que la composition de l'échantillon soit représentative du matériau testé et qu'il ne s'agisse pas d'un composé pur; si cela est fait, alors le laboratoire établit au mieux sa propre moyenne pour l'échantillon CRM. Le présent document s'applique aux propriétés d'intérêt connues pour leur stabilité au fil du temps, et pour des ensembles de données dont la résolution est suffisante pour permettre la validation de l'hypothèse selon laquelle la distribution des données peut être approchée par le modèle normal (de Gauss). Des stratégies d'atténuation sont suggérées pour les situations où l'hypothèse ne peut pas être validée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour une 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 4259-1:2017, *Produits pétroliers et connexes — Fidélité des méthodes de mesure et de leurs résultats — Partie 1: Détermination des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai*

3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

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

3.1 Termes spécifiques et définitions

3.1.1

cause courante

facteurs contribuant aux *variations de cause courante* (3.1.2)

Note 1 à l'article: Voir l'illustration à la [Figure 1](#).

3.1.2

variation de cause courante

variation des résultats obtenus dans les *conditions de fidélité du site* (3.1.4) par l'exécution répétée d'une méthode d'essai sur le même matériau d'essai, attribuable à des facteurs connus, inconnus ou impossibles à connaître qui ne sont pas contrôlés de façon intentionnelle ou ne peuvent l'être de façon rigoureuse dans le cadre de l'exécution normale et correcte de tous les aspects de la méthode d'essai

3.1.3

sous maîtrise statistique

situation dans laquelle les résultats d'essai produits par l'utilisateur sur les échantillons de contrôle sont raisonnablement conformes aux attentes au fil du temps, avec une variation de cause courante dispersée autour d'une valeur centrale présumée équilibrée

3.1.4

conditions de fidélité du site

conditions dans lesquelles des résultats d'essai uniques sont obtenus par intervalles de temps d'au moins 8 h par les opérateurs d'essai dans un seul laboratoire, en exécutant la même méthode d'essai à l'aide du même appareillage sur des éprouvettes prélevées aléatoirement à partir du même matériau sur l'enveloppe opérationnelle quotidienne normale

3.1.5

échantillon de contrôle de qualité

échantillon QC

éprouvette prélevée à partir d'un matériau stable et homogène dont la composition et les propriétés sont similaires à l'échantillon normalement soumis à essai par le laboratoire, préparée de manière à préserver l'homogénéité des propriétés d'intérêt entre les éprouvettes, stockée de manière à préserver les propriétés d'intérêt au fil du temps, et disponible en quantité suffisante pour une mise à l'essai répétée sur le long terme

3.2 Symboles et termes abrégés

AD	Anderson Darling
ARV	valeur de référence acceptée
CRM	matériau de référence certifié
EWMA	moyenne mobile pondérée exponentiellement
GESD	déviations généralisées extrêmes studentisées
MR_2	étendue mobile de 2
\overline{MR}_{connue}	moyenne de l'étendue mobile associée à s_{connu}
PT	essais d'aptitude
QC	contrôle de la qualité

q-q	quantile-quantile, terme utilisé pour décrire le type de tracé comparant le z-score d'un point de données avec sa valeur numérique
s_{connu}^a	écart-type cumulé statistiquement, calculé à partir des écarts-types finaux obtenus à partir d'un groupe de cartes de contrôle retirées où toutes les moyennes finales des cartes de contrôle obtenues sont déterminées comme n'étant pas statistiquement significativement différentes en utilisant la ou les clauses appropriées à l'étape 1
^a La plage des moyennes finales obtenues des cartes de contrôle est appelée étendue de mesure associée à s_{connu} . Le concept est représenté dans le Tableau 1 .	

Tableau 1 — Concept de l'écart-type cumulé statistiquement

Matériau	Propriété (unité)	s_{connu}	ddl	Étendue de mesure	$\overline{MR}_{\text{connue}}$
carburant d'été	pression de vapeur (kPa)	0,55	60	de 49,85 à 50,68	0,62
carburant d'hiver	pression de vapeur (kPa)	0,83	85	de 104,67 à 105,91	0,93

4 Maîtrise statistique dans l'exécution par un laboratoire d'une méthode d'essai normalisée

4.1 Généralités

Dans le présent document, l'exécution par un laboratoire d'une méthode d'essai normalisée est vue comme étant l'exécution d'une série de processus opératoire interconnectés. Chaque processus opératoire est soumis à des variations provoquées par des causes connues, inconnues ou parfois impossibles à connaître, qui sont inhérentes à un processus sur le long terme, de telle manière que tous les résultats du processus sont affectés. Ces causes sont appelées causes courantes. Les effets sur les résultats finaux du processus, provoqués par des causes courantes, sont appelés variations de cause courante.

Les causes courantes de variations peuvent être regroupées en cinq catégories (environnement, opérateur, équipement, procédure et réactifs) selon une technique connue sous le nom de diagramme en arête de poisson. En raison des variations de cause courante, l'exécution répétée de la même méthode d'essai sur le même matériau sur le long terme produira des résultats numériquement non identiques. Cet effet est représenté à la [Figure 1](#).

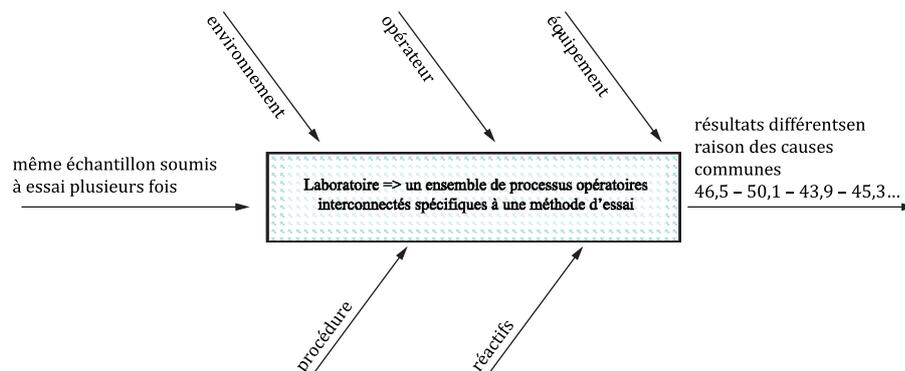


Figure 1 — Représentation par un diagramme en arête de poisson des variations de cause courante dans l'exécution d'une méthode d'essai

Le processus complet associé à l'exécution de la méthode d'essai spécifique est dit «sous maîtrise statistique» si les résultats du processus (résultats d'essai) de l'analyse répétée des échantillons de contrôle (QC) préparés à partir du même matériau sont raisonnablement conformes aux attentes au fil

du temps, avec une variation aléatoire dispersée autour d'une valeur centrale équilibrée uniquement en raison des causes courantes.

Pour déterminer l'état «sous maîtrise statistique», un processus opératoire intégré et en plusieurs étapes impliquant l'utilisation de cartes de contrôle statistique et d'un échantillon de contrôle de la qualité (QC) est nécessaire.

NOTE Par souci de simplicité, le mot «statistique» sera omis et il sera simplement fait mention de «cartes de contrôle» dans la suite du document.

4.2 Description des cartes de contrôle

4.2.1 Généralités

Les cartes de contrôle appropriées à la plupart des méthodes d'essai de l'industrie du pétrole qui produisent des résultats numériques sont la carte individuelle (I) et la carte à étendue mobile de 2 (MR_2).

NOTE 1 La carte I est également connue sous les appellations «carte X» ou «carte de Shewhart»^[2].

NOTE 2 Par souci de simplicité, la carte MR_2 est appelée carte à étendue mobile (MR) dans la suite du document.

4.2.2 Cartes I et MR

La carte I est une représentation graphique des résultats d'essai individuels des échantillons de contrôle (X) obtenus dans les conditions de fidélité du site, représentés dans l'ordre chronologique, superposés d'une ligne centrale et des limites de décision inférieure et supérieure qui exigent une intervention si elles sont dépassées. Dans le présent document, ces limites sont dénommées limites de contrôle inférieure et supérieure de carte I ($LCL_{I(X)}$, $LCS_{I(X)}$). L'objectif principal de la carte I est de surveiller la stabilité du processus autour d'une valeur centrale au fil du temps.

NOTE Puisque l'intérêt principal consiste à surveiller la stabilité et la variation de cause courante du processus d'essai dans les conditions de fidélité du site sur le long terme, l'analyse dupliquée obtenue dans des conditions de répétabilité (voir l'ISO 4259-1) ne contribue pas à cet objectif, étant donné que les variations provoquées par des causes courantes d'intérêt ne sont pas contenues dans les résultats dupliqués obtenus dans des conditions de répétabilité.

La carte MR est la différence successive (sans signe arithmétique) de deux résultats individuels dans la carte I, représentée dans l'ordre chronologique, également superposée d'une ligne centrale et d'une limite de décision supérieure d'intervention, dénommée limite de contrôle supérieure de carte MR (LCS_{MR}) dans le présent document. L'objectif principal de la carte MR est de surveiller la stabilité des variations de cause courante entre les résultats de contrôle successifs sur les échantillons au fil du temps.

Les limites de décision d'intervention des deux cartes ainsi que les conditions exigeant une intervention en 4.2.3 reposent sur une probabilité théorique très faible (<0,3 %) de la décision «intervention requise» pour un processus sous maîtrise statistique, utilisant la loi normale (carte I) et la loi de Weibull (carte MR) comme modèles statistiques de référence. Par conséquent, ces limites représentent les limites attendues pour les résultats du processus s'il est sous maîtrise statistique.

4.2.3 Stratégie d'amélioration de la sensibilité de la carte I

En conséquence directe de la détermination des limites d'intervention de la carte I sur la base d'une faible probabilité de dépassement pour un processus sous maîtrise statistique, ces limites ne sont pas sensibles à la détection des petites variations de la valeur centrale du processus. Il est donc nécessaire d'accompagner la carte I de stratégies supplémentaires d'amélioration de la sensibilité afin de pallier ce défaut.

Le présent document exige le recours à l'une des stratégies suivantes conjointement avec la carte I:

- a) Stratégie 1: Règles de zone. L'intervention est exigée si l'une des conditions de règles suivantes est constatée. Pour les définitions des zones, voir 4.3.2:
- deux résultats individuels consécutifs sur trois situés dans la zone A d'un même côté de la ligne centrale;
 - quatre résultats individuels consécutifs sur cinq situés au-delà de la zone C d'un même côté de la ligne centrale;
 - neuf résultats individuels consécutifs situés du même côté de la ligne centrale (au-dessus ou au-dessous);
- ou,
- b) Stratégie 2: la moyenne mobile pondérée exponentiellement (EWMA). L'intervention est exigée si l'une des conditions suivantes se produit:
- tout dépassement des limites d'intervention EWMA;
 - neuf résultats individuels consécutifs situés du même côté de la ligne centrale (au-dessus ou au-dessous).

L'EWMA est une moyenne mobile pondérée dans le temps, calculée à partir de tous les points de données jusqu'au point le plus récent, la pondération de chaque donnée diminuant de façon exponentielle avec l'âge. Le taux de décroissance de cette pondération est contrôlé par λ . Elle est recalculée à l'arrivée de chaque nouvelle donnée, et est évaluée par rapport à ses propres limites d'intervention (dénommées limites d'intervention EWMA dans le présent document). Une EWMA avec $\lambda = 0,4$ possède un pouvoir de détection similaire à celui de la Stratégie 1^[4].

L'utilisation de la Stratégie 2 est recommandée en raison de la facilité de sa mise en œuvre et d'un taux de fausses alertes inférieur à celui de la Stratégie 1.

4.2.4 Conditions de maîtrise statistique

Le processus complet associé à l'exécution d'une méthode d'essai est considéré sous maîtrise statistique si toutes les conditions suivantes sont satisfaites:

- a) tous les résultats individuels d'échantillons de contrôle sont compris dans les limites d'intervention de la carte I;
- b) moins de cinq résultats MR successifs sur douze dépassent la limite de contrôle supérieure de la carte MR; et
- c) aucune intervention n'est exigée pour l'amélioration de la sensibilité choisie (Stratégie 1 ou 2).

4.3 Processus opératoire des cartes de contrôle

4.3.1 Généralités

Pour déterminer si le processus complet associé à l'exécution d'une méthode d'essai est sous maîtrise statistique, un processus opératoire en deux phases et en plusieurs étapes impliquant l'utilisation de cartes de contrôle et de matériau QC est spécifié.

La Phase 1 comprend l'évaluation visuelle et statistique des résultats d'essai initiaux d'un nouveau lot de matériau QC placés dans l'ordre chronologique (diagramme de progression). Ensuite, la carte I et la carte MR sont construites à partir de ces résultats en traçant la moyenne et les limites d'intervention sur les cartes, respectivement. Les limites d'intervention représentent les délimitations au sein desquelles les résultats d'essai en cours et futurs et l'étendue mobile pour ce matériau QC sont présumés se situer, sous l'hypothèse que le processus est sous maîtrise statistique et que le matériau QC reste inaltéré. Les

cartes de contrôle (I et MR) construites en Phase 1 sont déployées en Phase 2 si toutes les conditions de maîtrise statistique (4.2.4) sont respectées.

La Phase 2 comprend deux modes: exploitation et maintenance. Dans le mode «exploitation», les résultats d'essai futurs (pour le matériau QC soumis à essai en phase 1), au fur et à mesure de leur arrivée dans l'ordre chronologique, sont comparés aux limites d'intervention fixées et à la stratégie d'amélioration choisie en Phase 1. Dans le mode «maintenance», les statistiques utilisées dans le calcul des limites d'intervention de la carte de contrôle en Phase 1 sont réévaluées périodiquement à partir des résultats récemment recueillis sous maîtrise statistique, et actualisées le cas échéant.

Dans cette méthode, la technique de la moyenne quadratique est utilisée pour calculer l'écart-type s des échantillons.

4.3.2 Phase 1 du processus opératoire des cartes de contrôle

L'objectif principal de la Phase 1 est d'établir les moyennes et les limites d'intervention initiales pour les cartes de contrôle I et MR, et mettre en œuvre la stratégie d'amélioration choisie (voir 4.3.2) pour un lot spécifique de matériau QC en utilisant les données obtenues chronologiquement et la distribution normale comme modèle de référence. La Figure 2 présente un organigramme du processus en 15 étapes défini dans ce paragraphe. Les principales étapes sont les suivantes:

- 1) Préparer plusieurs échantillons de contrôle (QC) à partir d'un matériau stable et homogène dont la composition et les propriétés sont similaires aux échantillons habituellement soumis à essai par le laboratoire.
- 2) Recueillir au moins vingt résultats d'essai d'échantillons QC dans les conditions de fidélité du site.
- 3) Reporter les résultats individuels dans l'ordre chronologique (ce qui s'appelle un diagramme de progression) et examiner le diagramme pour détecter d'éventuelles erreurs de transcription visibles. Corriger ou écarter les erreurs de transcription visibles.
- 4) Construire un diagramme quantile-quantile (q-q) (présenté dans l'Annexe A) et calculer la statistique d'Anderson-Darling (AD). Examiner ce diagramme conjointement avec les données pour déterminer si la variation est suffisante. Pour une application correcte des cartes de contrôle, le présent document exige au moins six valeurs uniques pour établir une variation de cause courante observable suffisante. Si la variation de l'ensemble de données est insuffisante, elle se traduira par les deux résultats suivants:
 - a) le diagramme q-q présente plusieurs groupements de données horizontaux distincts, qui représentent chacun une donnée numérique identique (voir Article 5);
 - b) la valeur AD dépasse de 1,0, dans une large mesure, à un niveau de signification de 0,01.

Si le nombre total de valeurs uniques est inférieur à six, se reporter directement à l'Article 5 pour des recommandations.

- 5) Réaliser une évaluation statistique formelle des valeurs aberrantes à l'aide de la technique GESD décrite dans l'ISO 4259-1 (ou se référer à l'ASTM D7915[5]). Le nombre maximal recommandé de valeurs aberrantes pour 20 à 25 observations est de 3 à un niveau de signification de 0,01.

Rejeter les valeurs aberrantes identifiées, obtenir des résultats de substitution et revenir à l'étape 4).

Bien que ce ne soit pas toujours possible, il est recommandé que le rejet des valeurs aberrantes soit justifié par la ou les causes premières correspondantes.

- 6) Confirmer la qualité de l'ajustement de la distribution normale à l'aide de la statistique d'Anderson-Darling (AD) calculée à partir d'au moins 20 résultats non aberrants.
 - Si AD est inférieure à 1,0, passer à l'étape 7);
 - si AD est comprise entre 1,0 et 1,5, se reporter à l'Article 5 pour des recommandations;

- si AD est supérieure à 1,5, ne pas tenir compte du présent document étant donné qu'il s'agit d'une preuve statistique forte que le système est hors maîtrise statistique ou que la distribution des résultats du processus est fortement non normale.
- 7) Calculer la moyenne (\bar{x}_{phase1}) et l'écart-type (s_{phase1}) à partir des résultats non rejetés à l'étape 5).
 - 8) Évaluer si des données supplémentaires provenant des résultats historiques de cette méthode de test peuvent être utilisées pour améliorer l'estimation de s_{connu} , cela doit être fait en utilisant un test F au niveau de signification de 0,025 avec le nombre numériquement plus grand dans le numérateur. La fonction établissant la reproductibilité détermine comment cela doit être fait:
 - a) Pour les méthodes avec une reproductibilité publiée constante: utiliser le test F pour évaluer si le s_{phase1} est statistiquement indiscernable par rapport à s_{connu} .
 - b) Pour les méthodes avec une reproductibilité publiée non constante: calculer la reproductibilité au niveau \bar{x}_{phase1} et la reproductibilité à la moyenne de la carte précédente en utilisant \bar{x}_{connu} .

NOTE L'Annexe A présente un exemple concret comprenant le test F pour regrouper les sigmas.

Si le rapport $\text{Reproductibilité}_{\bar{x}_{\text{phase1}}} / \text{Reproductibilité}_{\bar{x}_{\text{connu}}}$ est compris entre 0,85 et 1,15, utiliser le test F pour évaluer si s_{phase1} est statistiquement indiscernable par rapport à s_{connu} .

Si le test F pour grouper s_{phase1} et s_{connu} réussit, regrouper les deux écarts-types (suivre la procédure de l'Annexe B). Définir l'écart-type commun s_{commun} comme étant l'écart-type s_{carte} à utiliser pour construire les limites à l'étape 9).

Si l'on n'a pas d'informations préalables sur s_{connu} pour ce type de matériau, ou, si le test F échoue, utiliser s_{phase1} comme s_{carte} pour l'étape 9).

- 9) Créer la carte I pour ce lot d'échantillons QC en définissant \bar{x}_{phase1} de l'étape 7) comme étant \bar{x}_{carte} pour cette étape. Puis, tracer la ligne centrale représentée par \bar{x}_{carte} , ainsi que les deux limites de contrôle représentées par $\bar{x}_{\text{carte}} \pm 3 \cdot s_{\text{carte}}$ sur le diagramme de progression de l'étape 3). Si la stratégie d'amélioration de la sensibilité EWMA est utilisée, construire et tracer la ligne EWMA sur le diagramme de progression avec également ses limites de contrôle associées situées à $\bar{x}_{\text{carte}} \pm 1,5 s_{\text{carte}}$.
- 10) Classer les zones de la carte I comme suit:
 - Zone C : $\bar{x}_{\text{carte}} \pm 1 \cdot s_{\text{carte}}$ (exclue);
 - Zone B : $\bar{x}_{\text{carte}} + 1 \cdot s_{\text{carte}}$ (incluse) à $2 \cdot s_{\text{carte}}$ (exclue); $\bar{x}_{\text{carte}} - 1 \cdot s_{\text{carte}}$ (incluse) à $-2 \cdot s_{\text{carte}}$ (exclue);
 - Zone A : $\bar{x}_{\text{carte}} + 2 \cdot s_{\text{carte}}$ (incluse) à $3 \cdot s_{\text{carte}}$ (exclue); $\bar{x}_{\text{carte}} - 2 \cdot s_{\text{carte}}$ (incluse) à $-3 \cdot s_{\text{carte}}$ (exclue).
- 11) Calculer les résultats MR à partir de tous les résultats non rejetés à l'étape 5).
- 12) Calculer la moyenne $\overline{MR}_{\text{phase1}}$ à partir de tous les résultats MR.
- 13) Si s_{commun} de l'étape 8) est utilisé, utiliser la moyenne pondérée $\overline{MR}_{\text{pond.}}$, calculée à partir de $\overline{MR}_{\text{connue}}$ correspondant à s_{connu} et $\overline{MR}_{\text{phase1}}$, en tant que $\overline{MR}_{\text{carte}}$ pour construire la carte MR à l'étape 14). Sinon, utiliser $\overline{MR}_{\text{phase1}}$ en tant que $\overline{MR}_{\text{carte}}$ pour ce lot de matériau QC.
- 14) Créer la carte MR en traçant les lignes représentées par $\overline{MR}_{\text{carte}}$ et la limite de contrôle supérieure à $3,27 \cdot \overline{MR}_{\text{carte}}$ sur un diagramme de progression de toutes les valeurs MR calculées à l'étape 11).
- 15) Si toutes les conditions de maîtrise statistique (voir 4.2.4) sont respectées, passer à la phase 2. Sinon, rechercher et atténuer les causes premières d'échec, puis recommencer à l'étape 1).

NOTE Voir les Annexes A et B pour une représentation détaillée des étapes 3) à 15) de la Phase 1, ainsi que les techniques statistiques correspondantes.