

---

---

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

*Rubber — Determination of precision of test methods*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 19983:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c0651aa-6b7b-428f-a7a6-f44b060d9c8f/iso-19983-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 19983:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c0651aa-6b7b-428f-a7a6-f44b060d9c8f/iso-19983-2022>



**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

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Symboles</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Programme d'essais interlaboratoires</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
6.1    Application .....	3
6.2    Conditions de répétabilité .....	4
6.3    Conditions de répétabilité ordinaire .....	4
6.4    Conditions de reproductibilité .....	4
6.5    Éléments d'essai .....	5
6.6    Planning .....	5
6.7    Méthodologie .....	5
6.7.1    Méthode A .....	5
6.7.2    Méthode B .....	6
6.7.3    Méthode A comparée à Méthode B — Valeur de répétabilité ordinaire .....	6
6.7.4    Méthode A comparée à Méthode B — Nombre de répétitions .....	7
6.8    Détection des valeurs aberrantes .....	7
6.9    Traitement des valeurs aberrantes .....	7
<b>7</b> <b>Rapport</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe A</b> (normative) <b>Calculs pour la méthode A</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Calculs pour la méthode B</b> .....	<b>13</b>
<b>Annexe C</b> (normative) <b>Calcul des valeurs <math>h</math> et <math>k</math> (statistiques de Mandel)</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Exemple de détermination générale de fidélité</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité</b> .....	<b>21</b>
<b>Annexe F</b> (informative) <b>Exemple de traitement des valeurs aberrantes pour la méthode B</b> .....	<b>23</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>32</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 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 19983:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- la détection et le traitement des valeurs aberrantes sont expliqués plus en détail en [6.8](#) et [6.9](#);
- une nouvelle [Annexe F](#) a été ajoutée pour fournir un exemple de traitement des valeurs aberrantes pour la méthode B.

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

Les modes opératoires utilisés depuis plusieurs années par l'ISO/TC 45/SC 2 pour estimer la fidélité des méthodes d'essai au moyen d'essais interlaboratoires (ISO/TR 9272) étaient très proches de ceux de l'ASTM D4483. Il s'est avéré que l'ISO/TR 9272 présentait des défauts importants que les utilisateurs étaient habitués à contourner. Les membres de l'ISO TC 45/SC2/WG4 ont souhaité que l'ISO/TR 9272 soit remplacée par une nouvelle norme intégrant l'utilisation de l'ISO 5725 (toutes les parties) avec des choix spécifiques et des variations de modes opératoires pour répondre aux exigences particulières des caoutchoucs.

Le présent document fournit deux méthodes pour déterminer les valeurs de précision d'une méthode d'essai:

- Méthode A basée sur l'ISO 5725 (toutes les parties) pour calculer la répétabilité, la répétabilité ordinaire et la reproductibilité;
- Méthode B basée sur l'ASTM D4483 pour calculer la répétabilité ordinaire et la reproductibilité.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 19983:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c0651aa-6b7b-428f-a7a6-f44b060d9c8f/iso-19983-2022>



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

## 1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices et spécifie des exigences pour évaluer la fidélité des méthodes d'essai de caoutchouc basés sur les modes opératoires donnés dans:

- Méthode A selon l'ISO 5725 (toutes les parties);
- Méthode B selon l'ASTM D4483.

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

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

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

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

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

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

ASTM D4483, *Standard Practice for Determining Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black Industries*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 3534-1, l'ISO 3534-2, l'ISO 5725 (toutes les parties), l'ASTM D4483 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  
répétabilité ordinaire**

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

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

**3.2  
fidélité de type 1**

fidélité déterminée directement sur un matériau cible

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

**3.3  
fidélité de type 2**

fidélité déterminée indirectement pour un matériau cible

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

**3.4  
écart-type regroupé**

racine carrée de la variance moyenne d'un ensemble de variances individuelles déterminées

Note 1 à l'article: L'écart-type regroupé, tout comme la variance moyenne, est destiné à servir de descripteur global ou général d'un ensemble de variances et de leurs écarts-types.

**4 Symboles**

$D_{ij}$	effet journalier, dont la composante de variance ordinaire est $\sigma_D^2$
valeurs $h$	statistique de cohérence d'essai interlaboratoires de Mandel
valeurs $k$	statistique de cohérence d'essai intralaboratoire de Mandel
$L_i$	effet interlaboratoires, dont la composante de variance interlaboratoires est $\sigma_L^2$
$M_{ijk}$	effet de répétabilité, dont la composante de variance de répétabilité est $\sigma_M^2$
$n$	nombre de mesures
$p$	nombre de laboratoires
$q$	nombre de jours
$r$	répétabilité
$r_{DA}$	répétabilité ordinaire telle que déterminée par les calculs de la méthode A
$r_{DB}$	répétabilité ordinaire telle que déterminée par les calculs de la méthode B
$R$	reproductibilité
$(r)$	répétabilité relative
$(r_{DA})$	répétabilité ordinaire relative telle que déterminée par les calculs de la méthode A
$(r_{DB})$	répétabilité ordinaire relative telle que déterminée par les calculs de la méthode B
$(R)$	reproductibilité relative
$s_M^2$	variance de répétabilité
$s_{rD}^2$	variance de répétabilité ordinaire telle que déterminée par les calculs de la méthode A
$s_R^2$	variance de reproductibilité
$s_D^2$	Variance ordinaire telle que déterminée par les calculs de la méthode B
$s_L^2$	variance interlaboratoires

$s$	écart-type des données
$s_r$	écart-type de répétabilité
$s_{rD}$	écart-type de répétabilité ordinaire tel que déterminée par les calculs de la méthode A
$s_R$	écart-type de reproductibilité
$S_D$	écart-type de répétabilité ordinaire tel que déterminée par les calculs de la méthode B
$SS_T$	somme des carrés des écarts totale
$SS_L$	somme des carrés des écarts interlaboratoires
$SS_D$	somme des carrés des écarts ordinaires
$SS_M$	somme des carrés des écarts de répétabilité
$T$	somme totale des données
$V_L$	moyenne des carrés interlaboratoires
$V_D$	moyenne des carrés ordinaire
$V_M$	répétabilité de la moyenne des carrés
$y_{ijk}$	données $i, j, k$ : chacune des données de laboratoire, jour, répétition
$\bar{y}$	valeurs moyennes des données
$\bar{\bar{y}}$	valeurs moyennes de $\bar{y}$
$\phi_T$	degré de liberté total
$\phi_L$	degré de liberté interlaboratoires
$\phi_D$	degré de liberté ordinaire
$\phi_M$	répétabilité de degré de liberté
$\mu$	moyenne de la population
$\sigma_M^2$	composante de la variance de répétabilité
$\sigma_D^2$	composante de la variance ordinaire
$\sigma_L^2$	composante de la variance interlaboratoires

NOTE Les symboles  $r_{DB}$  et  $(r_{DB})$  dans le présent document sont les mêmes que  $r$  et  $(r)$ , respectivement, dans l'ASTM D4483.

## 5 Programme d'essais interlaboratoires

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

- Méthode A, où trois fidélités, à savoir la répétabilité, la répétabilité ordinaire et la reproductibilité, sont calculées conformément à l'ISO 5725-3.
- Méthode B, où deux fidélités, à savoir la répétabilité ordinaire et la reproductibilité, sont calculées conformément à l'ASTM D4483.

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

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Application

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

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

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

## 6.2 Conditions de répétabilité

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

NOTE Un «court intervalle de temps» indique que les essais sont répétés sur un jour, lorsque le temps nécessaire pour effectuer un essai permet de répéter l'essai dans la même journée.

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

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

## 6.3 Conditions de répétabilité ordinaire

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

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

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

## 6.4 Conditions de reproductibilité

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

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

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

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

## 6.5 Éléments d'essai

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

## 6.6 Planning

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

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

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

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

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

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

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

La méthode d'essai, les matériaux, les laboratoires participants, l'équipement d'essai et le délai pour l'essai en laboratoire sont traitées du [6.1](#) au [6.6](#). Les autres aspects de la planification doivent être conformément à l'ISO 5725-1:1994, Article 6.

## 6.7 Méthodologie

### 6.7.1 Méthode A

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

Alors, la variance de répétabilité ordinaire  $s_{rD}^2$  et la variance de reproductibilité  $s_R^2$  sont données par les [Formules \(1\)](#) et [\(2\)](#):

$$s_{rD}^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2 \quad (1)$$

$$s_R^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2 + \sigma_L^2 \quad (2)$$

La répétabilité,  $r$ , la répétabilité ordinaire,  $r_{DA}$ , et la reproductibilité,  $R$ , sont données par les [Formules \(3\)](#), [\(4\)](#), et [\(5\)](#), respectivement:

$$r = 2,83 \left( s_M^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 \left( \sigma_M^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_M = 2,83 \sigma_M \quad (3)$$

$$r_{DA} = 2,83 \left( s_{rD}^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_{rD} \quad (4)$$

$$R = 2,83 \left( s_R^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_R \quad (5)$$

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

Pour les essais sur caoutchouc, il est habituellement possible d'avoir au moins deux essais répétés dans une journée.

### 6.7.2 Méthode B

La méthode B détermine la variance ordinaire (variance inter-journalière),  $s_D^2$ , la variance interlaboratoires  $s_L^2$  et la variance de reproductibilité  $s_R^2$  (qui est égale à  $s_L^2 + s_D^2$ ), conformément aux modes opératoires de calcul de l'ASTM D4483.

La répétabilité ordinaire,  $r_D$ , et la reproductibilité,  $R$ , sont données par les [Formules \(6\)](#) et [\(7\)](#):

$$r_{DB} = 2,83 \left( s_D^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_D \quad (6)$$

$$R = 2,83 \left( s_R^2 \right)^{\frac{1}{2}} = 2,83 s_R \quad (7)$$

Les calculs pour la méthode B doivent être conformes à l'[Annexe B](#) pour 2 résultats d'essai ou à l'ASTM D4483 pour plus de 2 résultats d'essai. Un exemple est donné en [D.4](#).

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

### 6.7.3 Méthode A comparée à Méthode B — Valeur de répétabilité ordinaire

$r_{DA}$  est calculé en utilisant la valeur de l'écart-type de répétabilité ordinaire de la méthode A,  $s_{rD}$ .  $r_{DB}$  est calculé en utilisant la valeur de l'écart-type de répétabilité ordinaire de la méthode B,  $s_D$ .  $s_{rD} \neq s_D$ .  $s_{rD}$  sera toujours supérieur à  $s_D$ . La relation entre  $s_{rD}$  et  $s_D$  est donnée par la [Formule \(8\)](#):

$$s_{rD} = s_D (n)^{1/2} \quad (8)$$

où  $n$  est le nombre de déterminations individuelles utilisées pour obtenir un résultat d'essai. Par conséquent,  $r_{DA}$  sera toujours supérieur à  $r_{DB}$ .

#### 6.7.4 Méthode A comparée à Méthode B — Nombre de répétitions

La méthode A présente des valeurs critiques de  $h$  et  $k$  pour seulement deux répétitions à un niveau de confiance de 5 %. (Voir [Tableau C.2](#)) Deux répétitions sont courantes dans les ITP caoutchouc.

La méthode B présente des valeurs critiques de  $h$  et  $k$  pour deux, trois ou quatre répétitions à des niveaux de confiance de 2 % et 5 %. Deux, trois ou quatre répétitions peuvent être prévues dans le protocole de l'ITP. Dans le cas de plus de deux répétitions, la méthode B est préférable.

#### 6.8 Détection des valeurs aberrantes

Pour détecter les valeurs aberrantes, le présent document adopte deux mesures appelées statistiques  $h$  et  $k$  de Mandel. La statistique  $h$  est un paramètre utilisé pour rechercher les différences entre les moyennes, alors que la statistique  $k$  est un paramètre utilisé pour rechercher les différences entre les variances. Ce traitement est appliqué séparément pour  $h$  et  $k$  pour chaque matériau. Il est à noter que, outre la description de la variabilité de la méthode de mesure, celles-ci contribuent à l'évaluation des laboratoires. Le calcul des valeurs statistiques  $h$  et  $k$  et la détermination de leurs valeurs critiques à un niveau de confiance de 5 % pour deux répétitions ( $n = 2$ ) doit être conforme à l'[Annexe C](#).

Pour certaines méthodes d'essai, un résultat d'essai est défini comme un paramètre statistique, tel que la moyenne ou la médiane, calculé à partir des mesures individuelles. Pour la méthode A, les statistiques  $h$  et  $k$  de Mandel sont calculées à partir des valeurs moyennes et de l'écart-type des données de mesures individuelles répétées généralement au cours de la même journée. Ces mesures individuelles sont utilisées pour calculer un résultat d'essai. Pour la méthode B, les statistiques  $h$  et  $k$  de Mandel sont calculées en utilisant les valeurs moyennes et les écarts-types des données des résultats d'essais réalisés sur deux jours différents.

#### 6.9 Traitement des valeurs aberrantes

Comme pour la détection des valeurs aberrantes, le traitement des valeurs aberrantes est réalisé séparément pour les statistiques  $h$  et  $k$  de chaque matériau. Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour le traitement des valeurs aberrantes, telles que la suppression des données, le remplacement des données, le remplacement des paramètres, la suppression des paramètres et un nouvel essai. Il est également possible de ne pas traiter les valeurs aberrantes et de les conserver dans les calculs de fidélité. Il existe plusieurs méthodes pour obtenir les valeurs de remplacement. Une fois qu'une méthode de traitement des valeurs aberrantes est choisie, cette méthode est appliquée à toutes les valeurs aberrantes à un niveau de confiance donné.

Chaque option de traitement présente des avantages et des inconvénients. Chaque laboratoire/matériau est évalué par les statistiques  $h$  et  $k$ . Un laboratoire/matériau donné peut avoir une valeur aberrante pour  $h$ ,  $k$ , ou pour les deux. La plupart des laboratoires/matériaux n'ont pas de valeurs aberrantes. Un petit pourcentage de laboratoires/matériaux sera aberrant pour  $h$  ou  $k$ , mais pas pour les deux. Quelques rares laboratoires auront des valeurs aberrantes pour tous ou presque tous les matériaux. Lorsqu'un laboratoire a une valeur aberrante pour tous les matériaux, il convient de supprimer toutes les données de ce laboratoire, de recalculer les statistiques critiques  $h$  et  $k$  pour un nombre inférieur de laboratoires, et de répéter la détection  $h$  et  $k$  des valeurs aberrantes aux nouvelles valeurs critiques  $h$  et  $k$ . Lorsqu'un laboratoire a une valeur aberrante pour presque tous les matériaux, l'analyste doit envisager de supprimer toutes les données de ce laboratoire et de procéder comme ci-dessus.

- a) Suppression des données. La plupart des laboratoires qui ont une valeur aberrante ne l'ont que pour  $h$  ou  $k$  mais pas pour les deux. La suppression des données d'un laboratoire qui a une valeur aberrante pour  $h$  ou  $k$  supprime également les données non aberrantes des calculs de fidélité. Par exemple, un laboratoire présente une valeur aberrante pour  $h$  mais pas pour  $k$ . La suppression des données du laboratoire supprime les valeurs de la moyenne et de l'écart-type, de sorte qu'aucune valeur de  $h$  ou de  $k$  n'est calculée. Cependant, seule la moyenne était une valeur aberrante et la valeur de l'écart-type aurait pu être utilisée pour calculer la fidélité. Le remplacement ou la suppression de paramètres pour la valeur aberrante de la moyenne aurait permis de conserver la valeur non aberrante de l'écart-type dans les calculs de fidélité. Une situation similaire se produit avec les valeurs aberrantes de  $k$ .