



**Norme
internationale**

ISO 19983

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

Rubber — Determination of precision of test methods

**Troisième édition
2024-06**

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 19983:2024](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/0ef80eb2-d701-4dfe-8de0-5815f6a3b04f/iso-19983-2024)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/0ef80eb2-d701-4dfe-8de0-5815f6a3b04f/iso-19983-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 19983:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0ef80eb2-d701-4dfe-8de0-5815f6a3b04f/iso-19983-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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 et définitions	1
4 Symboles	2
5 Programme d'essais interlaboratoires	3
6 Mode opératoire	3
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	4
6.6 Planning	4
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	6
6.8 Détection des valeurs aberrantes	6
6.9 Traitement des valeurs aberrantes	7
7 Rapport	8
Annexe A (normative) Calculs pour la Méthode A	10
Annexe B (normative) Calculs pour la méthode B	13
Annexe C (normative) Calcul des valeurs h et k (statistiques de Mandel)	14
Annexe D (informative) Exemple de détermination générale de fidélité	16
Annexe E (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité	21
Annexe F (informative) Un exemple de traitement des valeurs aberrantes pour la Méthode A	23
Annexe G (informative) Exemple de traitement des valeurs aberrantes pour la Méthode B	29
Bibliographie	39

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 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 troisième édition annule et remplace la seconde édition (ISO 19983:2022), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- l'[Annexe F](#) a été modifié afin de fournir un exemple de traitement des valeurs aberrantes pour la Méthode A;
- l'ancienne [Annexe F](#) a été remplacée par l'[Annexe G](#);
- une comparaison entre la Méthode A et la Méthode B est présentée aux [6.7.3](#) et [6.7.4](#).

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

Les modes opératoires utilisés depuis plusieurs années pour estimer la fidélité des méthodes d'essai au moyen d'essais interlaboratoires (ISO/TR 9272¹⁾) 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. Le présent document a donc été élaboré pour remplacer l'ISO/TR 9272 et intègre l'utilisation de l'ISO 5725-1 et de l'ISO 5725-2 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 les ISO 5725-1, ISO 5725-2 et ISO 5725-3 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 Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 19983:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0ef80eb2-d701-4dfe-8de0-5815f6a3b04f/iso-19983-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0ef80eb2-d701-4dfe-8de0-5815f6a3b04f/iso-19983-2024>

1) Annulé et remplacé par l'ISO 19983:2017.

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 les ISO 5725-1, ISO 5725-2 et ISO 5725-3;
- 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 5725-1:2023, *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: Fidélité intermédiaire et plans alternatifs pour les études collaboratives*

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 5725-1, l'ISO 5725-2, l'ISO 5725-3, 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 groupé

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

Note 1 à l'article: L'écart-type groupé, 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 σ_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 σ_L^2
M_{ijk}	effet de répétabilité, dont la composante de variance de répétabilité est σ_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}
ϕ_T	degré de liberté total
ϕ_L	degré de liberté interlaboratoires
ϕ_D	degré de liberté ordinaire
ϕ_M	répétabilité de degré de liberté
μ	moyenne de la population
σ_M^2	composante de la variance de répétabilité
σ_D^2	composante de la variance ordinaire
σ_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'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 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.

Différents équipements signifient 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 éventuellement 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 chaque matériau.

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 traités conformément à l'ISO 5725-1:2023, 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) σ_M^2 , la composante de la variance ordinaire σ_D^2 et la composante de la variance interlaboratoires σ_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):

$$s_{rD}^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2 \tag{1}$$

$$s_R^2 = \sigma_M^2 + \sigma_D^2 + \sigma_L^2 \tag{2}$$

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

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

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

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

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 deux résultats d'essai ou à l'ASTM D4483 pour plus de deux 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

Se référer à la NOTE en [D.4](#) pour savoir pourquoi r_{DA} est plus grand lorsque r_{DA} et r_{DB} sont calculés à partir du même ensemble de données.

Lors du calcul avec la méthode B, même si les données sont répétées au cours d'une journée, la valeur moyenne ou médiane est utilisée pour le calcul sans tenir compte de la variation.

Par conséquent, la variation intra-journalière r ne peut pas être déterminée dans la méthode B.

S'il existe des données sur les répétitions intra-journalières, il convient d'utiliser la méthode A.

6.7.4 Méthode A comparée à Méthode B — Nombre de répétitions

Dans les normes d'exactitude (ISO/TR 9272 et ISO 19983:2017²⁾), les périodes ne peuvent être répétées que deux fois.

En effet, le calcul d'exactitude de s_D^2 dans la méthode B ne peut être répété que 2 fois par jour. Voir la [Formule D.17](#) dans l'[Annexe D](#).

En revanche, dans le calcul de l'exactitude de la méthode A, sur la base d'un tableau ANOVA approprié conformément à l'ISO 5725-3, le nombre de répétitions du mesurage et le nombre de répétitions de jour ne sont pas limités à deux.

Des valeurs supplémentaires avec $n = 3$ à 5 ont été ajoutées à la colonne n du [Tableau C.2](#) (tableau de test de Mandel).

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 répétitions ($n = 2$ à 5) doit être conforme à l'[Annexe C](#).

2) Annulée et remplacée par l'ISO 19983:2022.