



**Norme
internationale**

ISO 4259-1

**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**

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

*Part 1: Determination of precision data in relation to methods of
test*

**Deuxième édition
2026-06**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Étapes de l'organisation d'un essai interlaboratoires pour la détermination de la fidélité d'une méthode d'essai	4
4.1 Généralités	4
4.2 Préparation d'un projet de méthode d'essai	5
4.3 Organisation d'une étude pilote avec au moins deux laboratoires	5
4.4 Organisation de l'ILS	5
4.5 Exécution de l'ILS	6
5 Traitement statistique des résultats de l'ILS	7
5.1 Généralités	7
5.2 Prévisualisation selon la technique GESD	8
5.3 Transformation des données et recherche des valeurs aberrantes	9
5.3.1 Généralités	9
5.3.2 Identification des valeurs aberrantes après prévisualisation	12
5.3.3 Uniformité de la répétabilité	12
5.3.4 Uniformité de la reproductibilité	12
5.4 Rejet de tous les résultats (de tous les laboratoires) concernant un échantillon	12
5.5 Estimation des valeurs manquantes ou rejetées	13
5.5.1 L'une des valeurs d'une paire de résultats répétés est manquante ou rejetée	13
5.5.2 Les deux valeurs répétées sont manquantes ou rejetées	13
5.6 Test de rejet des résultats des laboratoires aberrants	13
5.7 Confirmation de la transformation sélectionnée	14
5.7.1 Généralités	14
5.7.2 Identification des échantillons excessivement influents	14
6 Analyse de la variance, calcul et expression des estimations de fidélité	15
6.1 Généralités	15
6.2 Analyse de la variance	15
6.2.1 Calcul des sommes des carrés pour la somme des carrés de l'interaction entre laboratoires et échantillons	15
6.2.2 Calcul de la somme des carrés pour l'analyse exacte de variance	16
6.2.3 Degrés de liberté	16
6.2.4 Carrés moyens et analyse de la variance	16
6.3 Espérance des carrés moyens et calcul des estimations de fidélité	17
6.3.1 Espérance des carrés moyens sans valeurs estimées	17
6.3.2 Espérance des carrés moyens lorsqu'il y a des valeurs estimées	17
6.3.3 Calcul des estimations de fidélité	18
6.4 Expression de l'estimation de la fidélité dans une méthode d'essai	19
6.5 Spécification du domaine d'application pour la méthode d'essai	20
6.6 Instructions relatives aux limites de déclaration pour la méthode d'essai	21
7 Ratio R/r	21
Annexe A (normative) Détermination du nombre d'échantillons requis	22
Annexe B (informative) Établissement de la formule d'estimation du nombre de laboratoires et d'échantillons requis pour atteindre les 30 degrés de liberté minimum	24
Annexe C (normative) Notation et essais	26
Annexe D (normative) Illustration des procédures utilisant les résultats de l'ILS pour l'indice de brome et tableaux statistiques	31

Annexe E (normative) Types de dépendance et transformations correspondantes	51
Annexe F (normative) Analyse de régression linéaire pondérée	56
Annexe G (normative) Règles d'arrondissement des résultats	63
Annexe H (normative) Technique GESD pour identifier simultanément plusieurs valeurs aberrantes d'un jeu de données	65
Annexe I (informative) Glossaire	73
Bibliographie	77

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 4259-1:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle intègre également les Amendements ISO 4259-1:2017/Amd. 1:2019 et ISO 4259-1:2017/Amd. 2:2020.

Les principaux changements sont les suivants:

- au 4.4, le nombre nécessaire d'échantillons dans l'ILS a été modifié à au moins six;
- au 4.4, la Formule (2) a été modifiée pour garantir qu'aucun échantillon n'a une influence supérieure à $4/n_i$;
- à l'Annexe B, l'explication du choix de 30 comme nombre minimum de degrés de liberté a été améliorée.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Pour les besoins de contrôle de qualité et pour vérifier leur conformité aux spécifications, les caractéristiques des produits pétroliers commerciaux sont contrôlées au moyen de méthodes d'essai normalisées de laboratoire. Deux ou plusieurs déterminations de la même caractéristique d'un échantillon donné, selon une méthode d'essai spécifique ou selon des méthodes d'essai différentes qui prétendent mesurer la même caractéristique, ne donneront généralement pas exactement le même résultat. Il est donc nécessaire de tenir compte correctement de ce fait, en parvenant à des estimations fondées sur les statistiques de la fidélité d'une méthode, qui constituent une mesure objective du degré de concordance attendu entre deux ou plusieurs résultats obtenus dans des conditions données.

La série ISO 4259 regroupe à la fois la détermination d'estimations de fidélité et l'application des données de fidélité. La série ISO 4259 combine les informations de l'ASTM D6300^[4] concernant la détermination d'évaluations de la fidélité et les informations de l'ASTM D3244^[3] pour l'utilisation des données d'essai.

Il convient de mener des études approfondies avant d'appliquer le présent document à des produits pour lesquels l'hypothèse d'homogénéité peut être remise en cause.

Un glossaire des variables utilisées dans ce document et dans l'ISO 4259-2^[1] est inclus pour information en [Annexe I](#) de ce document.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthodologie pour la conception, l'organisation et la réalisation d'un essai interlaboratoires (ILS) et pour le calcul des estimations de fidélité d'une méthode d'essai spécifiée par cet ILS. En particulier:

- il définit les termes statistiques appropriés,
- il spécifie les procédures à suivre dans l'organisation et l'exécution d'un ILS destiné à déterminer la fidélité d'une méthode d'essai, et
- il spécifie la méthode de calcul de la fidélité à partir des résultats d'un tel ILS.

Les procédures du présent document ont été conçues spécifiquement pour les produits pétroliers et connexes qui sont normalement considérés homogènes. Les procédures décrites dans le présent document peuvent cependant aussi s'appliquer à d'autres types de produits homogènes.

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 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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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

analyse de la variance

technique qui permet de décomposer la variance totale d'une méthode en ses différents facteurs composants

3.2

valeur de référence acceptée

valeur de référence convenue pour une propriété spécifique d'un produit déterminé en suivant une méthode et un protocole de référence acceptés, c'est-à-dire provenant d'un *essai interlaboratoires* (3.8)

3.3

variance interlaboratoires

constituant d'une *variance* (3.23) totale attribuable à la différence entre les *moyennes* (3.10) des différents laboratoires

Note 1 à l'article: Lorsque des résultats obtenus par plus d'un laboratoire sont comparés, la dispersion est normalement plus importante que lorsque le même nombre d'essais est effectué par un seul laboratoire, et il y a des écarts entre les moyennes obtenues par les différents laboratoires. Ces écarts donnent lieu à la variance interlaboratoires qui est l'élément de la variance totale dû aux différences entre les moyennes des différents laboratoires.

Note 2 à l'article: Il existe une définition correspondante pour la variance entre opérateurs.

Note 3 à l'article: Le terme «interlaboratoires» est souvent abrégé en «laboratoires» lorsqu'il est utilisé pour qualifier des paramètres représentatifs de la dispersion de la population de résultats, par exemple sous forme de «variance laboratoires».

3.4

biais

<d'une méthode d'essai> différence entre la moyenne des *résultats* (3.19) d'essai d'une population à partir d'un très large nombre de laboratoires différents pour la détermination d'une caractéristique d'un produit obtenue suivant une méthode d'essai spécifique et la *valeur de référence acceptée* (3.2) de cette caractéristique, lorsque celle-ci est disponible

Note 1 à l'article: Voir la Note 1 à l'article en 3.12 pour une interprétation de «moyenne des résultats d'essai d'une population».

3.5

codage à l'aveugle

attribution d'un numéro différent pour chaque échantillon, afin qu'aucune autre identification ou information sur les échantillons ne soit donnée à l'*opérateur* (3.13)

3.6

degrés de liberté

diviseur utilisé dans le calcul de la *variance* (3.23)

Note 1 à l'article: Cette définition n'est strictement applicable que dans les cas les plus simples. Des définitions pour des cas plus complexes sont en dehors du domaine d'application du présent document.

3.7

détermination

exécution de la série d'opérations prescrites dans une méthode d'essai et permettant d'obtenir une valeur unique

3.8

essai interlaboratoires

ILS

étude spécifiquement conçue pour évaluer la répétabilité et la reproductibilité d'une méthode d'essai réalisée à un moment fixé par de multiples laboratoires au moyen de l'analyse statistique de leurs *résultats* (3.19) obtenus sur des échantillons préparés à partir de multiples produits

3.9

valeur connue

valeur quantitative pour une caractéristique qui peut théoriquement être établie ou calculée à partir de la préparation de l'échantillon

Note 1 à l'article: La valeur connue n'existe pas toujours, par exemple dans le cas d'essais empiriques tels que la détermination du point d'éclair.

3.10**moyenne**

somme d'une série de *résultats* (3.19) divisée par le nombre de résultats

3.11**moyenne des carrés**

somme des carrés (3.21) divisée par le nombre de *degrés de liberté* (3.6)

3.12**distribution normale**

distribution de probabilité d'une variable aléatoire continue x , telle que si x est un nombre réel quelconque, la densité de probabilité est telle que donnée dans la [Formule \(1\)](#):

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2\right], -\infty < x < \infty \quad (1)$$

Note 1 à l'article: Dans le cadre d'une modélisation d'une distribution des résultats de l'essai, μ est la *moyenne* (3.10) de la population ou la *valeur vraie* (3.22) de la caractéristique telle que déterminée par une méthode d'essai spécifique; σ est l'*écart-type* (3.20) de la distribution normale utilisé pour décrire la distribution d'un nombre infini de résultats d'essai obtenus suivant la même méthode d'essai pratiquée par un nombre infini de laboratoires ($\sigma > 0$).

3.13**opérateur**

personne qui effectue normalement et régulièrement un essai particulier

3.14**valeur aberrante**

résultat (3.19) dont la valeur est suffisamment éloignée des autres résultats pour qu'il ne soit pas considéré comme faisant partie de l'ensemble des résultats

3.15**fidélité**

étroitesse de l'accord entre les *résultats* (3.19) obtenus en appliquant la même procédure d'essai à plusieurs reprises sur essentiellement les mêmes produits et dans des conditions déterminées

Note 1 à l'article: Plus la part aléatoire de l'erreur expérimentale est faible, plus la procédure est précise.

3.16**erreur aléatoire**

composante de l'erreur de mesure qui dans des mesures dupliquées varie de manière imprédictible

3.17**répétabilité**

expression quantitative de l'*erreur aléatoire* (3.16) associée à la différence entre deux *résultats* (3.19) indépendants obtenus dans des conditions de répétabilité dans le fonctionnement normal et correct de la même méthode, qui devrait être dépassée avec une probabilité approximative de 5 %

Note 1 à l'article: Le paramètre représentatif de la dispersion de la population qui peut être associé à ces résultats est l'*écart-type* (3.20) de répétabilité ou la *variance* (3.23) de répétabilité. La répétabilité se réfère à la différence maximale attribuable à la variation aléatoire entre deux résultats obtenus sous l'état de variabilité aléatoire minimale. Par conséquent, le temps pendant lequel des résultats répétés doivent être obtenus sera suffisamment court pour exclure les écarts qui dépendent du temps, par exemple, variations causées par des changements d'environnement ou par des étalonnages multiples.

Note 2 à l'article: Le terme «répétabilité» ne doit pas être confondu avec les termes «entre répétitions» ou «répétitions».

Note 3 à l'article: Les conditions dans lesquelles des *résultats* (3.19) d'essai indépendants sont obtenus en utilisant la même méthode pour un produit d'essai considéré comme le même dans le même laboratoire, par le même *opérateur* (3.13) utilisant le même équipement dans de courts intervalles de temps sont considérées comme étant identiques. Elles sont aussi appelées «conditions de répétabilité».

3.18 reproductibilité

expression quantitative de l'*erreur aléatoire* (3.16) associée à la différence entre deux *résultats* (3.19) indépendants obtenus dans des conditions de reproductibilité dans le fonctionnement normal et correct de la même méthode, qui devrait être dépassée avec une probabilité approximative de 5 %

Note 1 à l'article: Le paramètre représentatif de la dispersion de la population qui peut être associé à ces *résultats* (3.19) est l'*écart-type* (3.20) de reproductibilité ou la *variance* (3.23) de reproductibilité. La reproductibilité se réfère à la différence maximale attribuable à la variation aléatoire entre deux résultats obtenus sous l'état de variabilité aléatoire maximale.

Note 2 à l'article: Les conditions dans lesquelles des *résultats* (3.19) d'essai indépendants sont obtenus en utilisant la même méthode pour un produit d'essai considéré comme le même dans différents laboratoires, où un laboratoire différent signifie un *opérateur* (3.13) différent, un équipement différent, un emplacement géographique différent et sous un contrôle de supervision différent, sont considérées comme identiques dans différents laboratoires. Elles sont aussi appelées «conditions de reproductibilité».

3.19 résultat

valeur finale obtenue en suivant le mode opératoire complet d'une méthode d'essai

Note 1 à l'article: On suppose que le résultat est arrondi conformément à la procédure spécifiée à l'[Annexe G](#).

3.20 écart-type

mesure de la dispersion d'une série de *résultats* (3.19) autour de leur *moyenne* (3.10), égale à la racine carrée positive de la *variance* (3.23) et estimée par la racine carrée positive de la *moyenne des carrés* (3.11)

3.21 somme des carrés

différence entre une série de *résultats* (3.19) et leur *moyenne* (3.10)

3.22 valeur vraie

pour des besoins pratiques, valeur vers laquelle tend la moyenne des *résultats* (3.19) individuels obtenus par n laboratoires, lorsque n tend vers l'infini

Note 1 à l'article: Une valeur vraie ainsi définie est associée à chaque méthode d'essai particulière.

Note 2 à l'article: Une définition différente et idéalisée est donnée dans l'ISO 3534-2:2006, 3.2.5^[2].

3.23 variance

moyenne des carrés de l'écart d'une variable aléatoire par rapport à sa *moyenne* (3.10), estimée par la *moyenne des carrés* (3.11)

4 Étapes de l'organisation d'un essai interlaboratoires pour la détermination de la fidélité d'une méthode d'essai

4.1 Généralités

Les étapes de l'organisation d'un essai interlaboratoires (ILS) sont les suivantes:

- a) préparation d'un projet de méthode d'essai (voir [4.2](#));
- b) organisation d'une étude pilote avec au moins deux laboratoires, si nécessaire (voir [4.3](#));
- c) organisation de l'ILS (voir [4.4](#));
- d) exécution de l'ILS (voir [4.5](#)).

4.2 Préparation d'un projet de méthode d'essai

Le projet de méthode d'essai doit contenir tous les détails nécessaires pour l'exécution de l'essai et l'expression des résultats. Toute condition susceptible d'avoir une influence sur les résultats doit être spécifiée dans le projet.

L'ILS doit être conçu de manière à couvrir la gamme prévue de la méthode d'essai (voir aussi [6.5](#)). À ce stade, seul le titre de l'article relatif à la fidélité est inclus dans le projet de méthode d'essai.

4.3 Organisation d'une étude pilote avec au moins deux laboratoires

Une étude pilote est nécessaire pour les raisons suivantes:

- a) pour vérifier les détails de l'exécution de l'essai;
- b) pour déterminer dans quelle mesure les opérateurs peuvent observer correctement les instructions de la méthode, et par suite de l'ILS;
- c) pour contrôler les instructions concernant les échantillons;
- d) pour estimer grossièrement la fidélité de l'essai.

Au moins deux échantillons sont nécessaires, couvrant la plage de résultats pour laquelle la méthode d'essai est conçue. Cependant, au moins 12 combinaisons laboratoire/échantillon doivent être incluses. Chaque échantillon est essayé deux fois par chaque laboratoire dans les conditions de répétabilité. Il convient que les échantillons soient également distribués sur l'ensemble de l'intervalle de la méthode d'essai et qu'y soient inclus les groupes de produits majoritaires couverts dans le domaine d'application de la méthode. Si des omissions ou des imprécisions dans le projet de méthode d'essai sont révélées, elles doivent alors être corrigées. Les résultats doivent être analysés sous l'angle du biais et de la fidélité pour des échantillons avec des valeurs de référence acceptées. Si l'un ou l'autre paraît trop important, des modifications à la méthode d'essai doivent être envisagées.

4.4 Organisation de l'ILS

Celui-ci doit recueillir la participation d'au moins six laboratoires, mais il est recommandé que ce soit plutôt huit laboratoires ou plus pour s'assurer que la fidélité finale est établie sur au moins six laboratoires et assurer une meilleure représentativité de la population des utilisateurs.

Le nombre d'échantillons doit être suffisant pour représenter convenablement les types de produits auxquels la méthode d'essai doit être appliquée, pour couvrir la plage de la caractéristique à des intervalles équivalents mesurée et rendre sûres les estimations de fidélité. Au moins six échantillons doivent être utilisés dans l'ILS. Afin d'évaluer correctement la relation de la fidélité et du niveau, il est important que le choix des échantillons couvre à intervalle régulier la gamme et les produits pour la caractéristique mesurée, de sorte qu'une relation estimée ne dépende pas trop de l'influence d'un échantillon ayant une valeur extrême.

Il est fortement recommandé que l'influence de chaque échantillon planifié dans la conception de l'ensemble des échantillons, lev_i , soit évaluée en utilisant la [Formule \(2\)](#) sur la base soit de sa valeur connue, soit d'un

résultat d'essai unique. Aucun échantillon ne doit avoir une influence excédant $4/n_t$. Voir le [Tableau D.11](#) pour un exemple de calcul d'influence (la deuxième colonne en partant de la droite sous l'en-tête «lev_i»).

$$lev_i = \frac{1}{n_t} + \frac{(x_i - \bar{x})^2}{\sum_{k=1}^{n_t} (x_k - \bar{x})^2} \quad (2)$$

où

- lev_i est l'influence de l'échantillon i ;
- n_t est le nombre total d'échantillons planifiés;
- x_i est le logarithme népérien, $\ln(p_i)$, où p_i est le niveau de la caractéristique planifié pour l'échantillon i ;
- \bar{x} est la moyenne générale de tous les x_i .

Dans tous les cas, il est nécessaire d'obtenir au moins 30 degrés de liberté tant pour la répétabilité que pour la reproductibilité (voir l'[Annexe B](#) pour plus d'information). Pour la répétabilité, cela implique d'obtenir un total d'au moins 30 paires de résultats dans l'ILS.

Pour la reproductibilité, le [Tableau A.1](#) doit être utilisé pour déterminer le nombre minimal d'échantillons requis en fonction de L , P et Q , où L est le nombre de laboratoires participants et P et Q sont les rapports des estimations des composantes de variance obtenues dans l'étude pilote. Spécifiquement, P est le rapport de la composante interaction à la composante répétitions et Q est le rapport de la composante laboratoires à la composante répétitions. L'[Annexe B](#) donne le calcul de la formule utilisée. Si Q est beaucoup plus grand que P , les 30 degrés de liberté ne peuvent être atteints; les entrées vides dans le [Tableau A.1](#) correspondent à cette situation (c'est-à-dire lorsque plus de 20 échantillons sont nécessaires). Dans ces cas, il y a vraisemblablement un biais significatif entre laboratoires.

En absence d'informations sur l'étude pilote pour permettre l'utilisation du [Tableau A.1](#), le nombre d'échantillons doit être de 6 au moins et choisi de telle façon que le nombre de laboratoires multiplié par le nombre d'échantillons soit supérieur ou égal à 42.

Quand il est connu ou suspecté que les différents types de produits présentent différentes formes fonctionnelles de fidélité avec la méthode d'essai, il est recommandé de considérer l'organisation d'ILS séparés pour chaque type de produits.

4.5 Exécution de l'ILS

Une personne doit être responsable de l'ILS entier, depuis la distribution des textes de la méthode d'essai et des échantillons jusqu'à l'évaluation finale des résultats. Elle doit bien connaître la méthode d'essai, mais ne doit pas prendre part personnellement aux essais.

Le texte de la méthode d'essai doit être diffusé à tous les laboratoires pour leur permettre de soulever d'éventuelles questions avant le début des essais. Si un laboratoire désire pratiquer la méthode à l'avance, cela doit alors être fait sur des échantillons autres que ceux utilisés dans l'ILS.

Les échantillons doivent être réunis, divisés et distribués par le coordinateur, qui doit également conserver une réserve de chaque échantillon pour les cas urgents. Il est de la plus haute importance que les parties fractionnées pour chaque laboratoire soient homogènes et stables en ce qui concerne la caractéristique évaluée sur l'ensemble de la durée du programme de l'ILS. Avant la distribution, l'ensemble des échantillons de l'ILS doivent être codés à l'aveugle de telle manière que l'anonymat de la nature du produit de l'essai soit préservé ainsi que la valeur attendue de la caractéristique. Les informations suivantes doivent accompagner l'envoi des échantillons.

- a) La méthode ou le projet de méthode choisi pour les essais.
- b) Les instructions pour la manipulation et le stockage des échantillons.
- c) L'ordre dans lequel les échantillons doivent être soumis à essai. Un ordre aléatoire différent pour chaque laboratoire est fortement recommandé. Pour un grand nombre de laboratoires, plusieurs ordres d'essai

uniques peuvent être assignés au hasard à des groupes de laboratoires, avec pas plus de 4 laboratoires par groupe.

- d) Pour des raisons statistiques, les résultats de la répétition doivent être obtenus indépendamment l'un de l'autre, c'est-à-dire que le second résultat ne soit pas influencé par la connaissance du premier. Cela est réalisé au moyen d'un codage à l'aveugle où la répétition pour chaque produit dans la conception de l'ILS est incluse dans l'ensemble de l'essai envoyé aux participants de l'ILS, sans divulguer qu'il s'agit d'une répétition, avec une déclaration jointe précisant qu'un seul résultat doit être obtenu sur chaque échantillon dans l'ensemble de l'essai, dans l'ordre de l'essai spécifié, par le même opérateur avec le même appareil sur un court laps de temps. Si ce codage à l'aveugle est considéré comme impossible à atteindre, alors l'indication doit préciser qu'une paire de résultats associés à un échantillon doit être obtenue par le même opérateur avec le même appareillage dans un court laps de temps, sans divulguer la nature de l'échantillon.
- e) La période durant laquelle tous les échantillons doivent être soumis à essai.
- f) Un formulaire vierge pour le report des résultats. Pour chaque échantillon, il doit être prévu la date de l'essai, les résultats de l'essai et toute circonstance inhabituelle. Le degré d'exactitude pour l'expression des résultats doit être spécifié.
- g) L'indication que l'essai doit être exécuté dans des conditions normales, par des opérateurs qualifiés qui pratiquent ce type d'essai quotidiennement; et que la durée de l'essai doit être conforme à ce qui se fait normalement.
- h) Un questionnaire demandant des informations sur les conditions dans lesquelles la méthode d'essai est appliquée, par exemple des précisions sur l'appareillage, les produits et réactifs, les procédures d'étalonnage et de vérification, la procédure de contrôle qualité, tout écart à la méthode d'essai ou aux instructions fournies, des observations et des suggestions pour l'amélioration future de la méthode d'essai.

Les opérateurs qui ont participé à l'ILS pilote peuvent aussi prendre part à l'ILS. Si le surcroît d'expérience qu'ils ont acquis lors de l'essai de quelques échantillons supplémentaires produit un effet notable, cela sert d'avertissement sur le fait que la méthode d'essais n'est pas satisfaisante. Ils doivent être identifiés dans le compte rendu des résultats de sorte que tout effet puisse être noté.

NOTE Pour des conseils supplémentaires sur le planning et l'exécution d'un ILS, consulter l'ASTM D7778^[5] et l'ASTM D6300^[4].

5 Traitement statistique des résultats de l'ILS

5.1 Généralités

Bien que les procédures définies dans les [Articles 5](#) et [6](#) soient appropriées pour le calcul manuel, il est recommandé de les effectuer par ordinateur avec un logiciel convenablement validé et conçu spécifiquement pour stocker et analyser des résultats d'essais d'ILS basés sur les procédures de ce document. Il est également recommandé que ces procédures soient effectuées sous la direction d'un statisticien.

NOTE Le logiciel D2PP^[14] était utilisé de manière historique pour les calculs d'évaluation de fidélité, mais ses capacités ne répondent pas aux exigences du présent document, car il n'exécute pas la technique de déviation extrême généralisée de Student (GESD) ni la Distance de Cook.

De [5.2](#) à [5.7](#), les procédures sont spécifiées pour réaliser les actions suivantes:

- a) prévisualiser les résultats obtenus de l'ILS sur le principe d'un échantillon par un échantillon pour des résultats particulièrement discordants (valeurs aberrantes);
- b) évaluer l'indépendance ou la dépendance de la fidélité et le niveau des résultats après la prévisualisation;
- c) évaluer l'uniformité de la fidélité d'un laboratoire à un autre en détectant la présence (ou l'absence) de valeurs aberrantes supplémentaires en utilisant le pouvoir de détection sur l'ensemble des données.

Les procédures sont décrites en termes mathématiques en fonction de la notation spécifiée à l'[Annexe C](#).

L'illustration des procédures est fournie à l'[Annexe D](#).

Pour toutes les procédures, il est supposé que tous les résultats, soit appartiennent à une distribution normale unique, soit sont susceptibles d'être transformés en une telle distribution (voir [5.3](#)). Les autres cas (qui sont rares), nécessitent un traitement différent qui sort du domaine d'application du présent document. Se reporter à la Référence [\[7\]](#) pour l'essai statistique de normalité.

5.2 Prévisualisation selon la technique GESD

Avant d'exécuter les étapes spécifiées de [5.3](#) à [5.7](#), examiner toutes les informations fournies par les participants de l'ILS pour déterminer la conformité entre le protocole d'essai convenu et la méthode d'essai. Si l'examen n'a révélé aucune erreur d'écriture, d'échantillonnage ou de procédures, appliquer la technique de déviation extrême généralisée de Student (generalized extreme studentized deviation, GESD), telle qu'elle est décrite dans les étapes 1 à 10, aux résultats reçus pour chaque échantillon de l'ILS pour identifier les résultats inhabituels ou extrêmes. La recherche des causes associées à des résultats inhabituels doit être effectuée. Si des causes acceptables sont trouvées pendant l'examen, les résultats inhabituels doivent être soit corrigés, soit remplacés, soit rejetés. La correction ou le remplacement des résultats inhabituels par un nouvel ensemble de résultats doivent être approuvés par le coordinateur de l'ILS en consultation avec le statisticien de l'ILS. Si aucune cause acceptable n'est trouvée, les résultats inhabituels ou extrêmes tels qu'identifiés selon la technique GESD à un niveau de confiance de 99 % doivent être rejetés. Voir l'[Annexe H](#) et les [Tableaux H.1](#) à [H.9](#) pour une illustration de l'exécution de la technique GESD.

Une présentation globale de cette technique de prévisualisation GESD est décrite ci-dessous.

Pour chaque échantillon de l'ILS, exécuter les étapes suivantes:

- 1) Calculer la médiane de l'échantillon en utilisant tous les résultats reçus pour l'échantillon.
- 2) Calculer la différence pour chaque paire de résultats tels que reçus des laboratoires qui ont reporté les deux résultats.
- 3) Identifier la ou les valeur(s) aberrante(s) dans l'ensemble des différences calculées à l'étape 2) en suivant la méthodologie décrite dans l'[Annexe H](#).
- 4) Pour chaque différence aberrante identifiée, retirer le résultat de la paire qui est le plus éloigné de la médiane de l'échantillon calculée en 1) et le remplacer par la valeur du résultat restant.
- 5) Pour les laboratoires qui n'ont reporté qu'un seul résultat, c'est-à-dire que l'autre résultat manque, attribuer la valeur de l'unique résultat reporté au résultat manquant avant de procéder à l'étape 6).
- 6) Calculer la somme de la paire des résultats pour chaque laboratoire. Pour les laboratoires qui ont rapporté les deux résultats et pour lesquels aucun n'a été rejeté, il s'agira de la somme des deux résultats rapportés. Pour les laboratoires dont un des résultats manque [soit qu'il n'a pas été reporté soit qu'il a été rejeté à l'étape 4)], cette somme consistera en le double de la valeur de l'unique résultat reporté étant donné que la même valeur que le résultat rapporté est assignée au résultat manquant.
- 7) Identifier la ou les valeur(s) aberrante(s) dans l'ensemble des sommes calculées à l'étape 6) en suivant la méthodologie décrite dans l'[Annexe H](#).
- 8) Pour chaque somme de résultats aberrante, exclure les deux résultats pour la suite de l'analyse statistique.
- 9) Pour les paires de résultats dont les sommes n'ont pas été rejetées, retenir les deux résultats reportés pour l'analyse si les deux résultats sont tels que reçus à l'origine des laboratoires. Si un des deux résultats de la paire est une valeur attribuée aux étapes 4) ou 5), retenir le résultat rapporté des laboratoires pour l'analyse, et traiter l'autre résultat comme «manquant».
- 10) L'ensemble des données qui reste après l'exécution de l'étape 9) constitue alors l'ensemble des données qui doivent être analysées suivant la procédure donnée de [5.3](#) à [5.7](#).

5.3 Transformation des données et recherche des valeurs aberrantes

5.3.1 Généralités

Dans de nombreuses méthodes d'essai, la fidélité dépend du niveau du résultat de l'essai, en sorte que la dispersion des résultats diffère d'un échantillon à un autre. La méthode d'analyse décrite dans le présent document indique que ce n'est pas le cas, et la situation doit être corrigée, si nécessaire, par une transformation.

Les écarts-types, D_j , des laboratoires, et les écarts-types, d_j , des répétitions, pour l'échantillon j , (voir l'[Annexe C](#) pour une explication de la notation) doivent être calculés et représentés séparément par rapport aux moyennes, m_j , des échantillons conformément aux [Annexes D](#) et [E](#).

Effectuer une régression linéaire de D en fonction de m et de d en fonction de m pour obtenir la relation linéaire suivante:

$$D = b_0 + b_1 \times m; d = b_0 + b_1 \times m \quad (3)$$

où

b_0 représente le terme constant;
 b_1 représente la pente.

Dans les deux cas, vérifier si la valeur de b_1 est statistiquement différente de zéro (0) au niveau de signification de 5 %. Si la valeur b_1 de chaque régression n'est pas statistiquement différente de zéro, aucune transformation n'est nécessaire. Passer directement au [5.3.2](#) et continuer.

Si, toutefois, au moins une des valeurs de b_1 est significativement différente de zéro, ou si les points représentés sont des courbes de type $D = f_1(m)$ and $d = f_2(m)$, une transformation est alors nécessaire. Procéder comme suit.

Les relations $D = f_1(m)$ et $d = f_2(m)$ ne sont généralement pas identiques. Les procédures statistiques du présent document exigent toutefois que la même transformation soit applicable en même temps à la répétabilité et à la reproductibilité. Pour cette raison, l'[Annexe F](#) doit être utilisée pour combiner les deux relations dans une relation de dépendance unique $D = f(m)$ (où D inclut à présent d) en introduisant une variable fictive T . Cela tient compte de la différence entre les relations, s'il y en a une, et fournit un moyen de soumettre à essai cette différence (voir [F.1](#)).

La relation simple $D = f(m)$ est évaluée au mieux par une analyse de régression linéaire pondérée, même si dans la plupart des cas, une régression non pondérée constitue une approximation suffisante. La dérivation des pondérations est décrite en [F.2](#) et la procédure de calcul pour l'analyse de régression est décrite dans l'[Article F.3](#). Des formes types de dépendance $D = f(m)$ sont données en [E.1](#). Elles sont toutes exprimées en fonction de paramètres de transformation B et B_0 .

L'estimation de B et B_0 et la procédure de transformation qui suit sont résumées en [E.2](#). Celui-ci comporte les essais statistiques pour la signification de la régression (c'est-à-dire, savoir si la relation $D = f(m)$ est parallèle à l'axe m) et pour la différence entre les relations de répétabilité et de reproductibilité basées sur le niveau de signification de 5 %. Si une telle différence est constatée, ou si aucune transformation courante appropriée n'existe, les procédures alternatives échantillon par échantillon de l'ISO 5725-2 doivent être utilisées. Les procédures de transformations séparées pour la répétabilité et la reproductibilité de l'ASTM D6300 peuvent également être utilisées. En pareil cas, il n'est pas possible de soumettre à essai les biais de laboratoire de tous les échantillons (voir [5.6](#)) ni d'évaluer la composante d'interaction de variance (voir [6.2](#)).

S'il a été montré au niveau de signification de 5 % qu'il existe une régression significative de la forme $D = f(m)$, la transformation adéquate $y = F(x)$, où x est le résultat reporté, est donnée par la [Formule \(4\)](#):

$$F(x) = C \int \frac{dx}{f(x)} \quad (4)$$

où C est une constante.