
**Exactitude (justesse et fidélité) des
résultats et méthodes de mesure —**

**Partie 3:
Fidélité intermédiaire et plans
alternatifs pour les études
collaboratives**

*Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and
results —*

*Part 3: Intermediate precision and alternative designs for
collaborative studies*

ISO 5725-3:2023

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/4862d7bc-feba-4baa-857d-94da48ff462f/iso-5725-3-2023>



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

ISO 5725-3:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4862d7bc-feba-4baa-857d-94da48ff462f/iso-5725-3-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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	2
3 Termes et définitions	2
4 Symboles	4
5 Exigences générales	5
6 Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée	5
6.1 Facteurs et niveaux de facteurs	5
6.1.1 Définitions et exemples	5
6.1.2 Sélection des facteurs d'intérêt	6
6.1.3 Effets aléatoires et fixes	6
6.1.4 Modèle statistique	7
6.2 Étude intralaboratoire et analyse des mesures de la fidélité intermédiaire	10
6.2.1 Approche la plus simple	10
6.2.2 Méthode alternative	10
6.2.3 Effet des conditions de mesure sur le résultat final établi	11
7 Plan emboîté	11
7.1 Plan totalement emboîté équilibré	11
7.2 Plan irrégulièrement emboîté	13
7.3 Plan partiellement emboîté équilibré	14
7.4 Plan factoriel à matrices orthogonales	15
8 Plan destiné aux matériaux hétérogènes	17
8.1 Applications du plan destiné à un matériau hétérogène	17
8.2 Structure du plan destiné à un matériau hétérogène	18
8.3 Analyse statistique	18
9 Plan à niveau fractionné	19
9.1 Applications du plan à niveau fractionné	19
9.2 Structure du plan à niveau fractionné	20
9.3 Analyse statistique	21
10 Plan multiniveaux	21
10.1 Applications du plan multiniveaux	21
10.2 Structure du plan multiniveaux	21
10.3 Analyse statistique	22
11 Fiabilité des paramètres interlaboratoires	22
11.1 Fiabilité des estimations de la fidélité	22
11.2 Fiabilité des estimations de la moyenne générale	23
11.2.1 Généralités	23
11.2.2 Plan totalement emboîté équilibré (2 facteurs)	23
11.2.3 Plan irrégulièrement emboîté (2 facteurs)	23
11.2.4 Plan partiellement emboîté équilibré	23
11.2.5 Plan factoriel à matrices orthogonales	23
11.2.6 Plan à niveau fractionné	24
Annexe A (informative) Plans totalement et partiellement emboîtés	25
Annexe B (informative) Analyse de la variance pour le plan totalement emboîté équilibré	27
Annexe C (informative) Analyse de la variance pour un plan irrégulièrement emboîté	32
Annexe D (informative) Analyse de la variance pour les plans partiellement emboîtés équilibrés (trois facteurs)	40

Annexe E (informative) Modèle statistique pour une expérience avec un matériau hétérogène.....	43
Annexe F (informative) Analyse de la variance pour le plan à niveau fractionné.....	44
Annexe G (informative) Exemple pour un plan à niveau fractionné.....	46
Annexe H (informative) Plan multiniveaux.....	49
Annexe I (informative) Maximum de vraisemblance restreint (REML).....	50
Annexe J (informative) Exemples d'analyse statistique de l'expérience de fidélité intermédiaire.....	51
Annexe K (informative) Exemple d'analyse multiniveaux.....	58
Bibliographie.....	60

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

[ISO 5725-3:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4862d7bc-feba-4baa-857d-94da48ff462f/iso-5725-3-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4862d7bc-feba-4baa-857d-94da48ff462f/iso-5725-3-2023>

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 propriété 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 de tels droits de 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 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5725-3:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 5725-3:1994/Cor.1:2001.

Les principales modifications sont les suivantes:

- plusieurs plans d'expériences ont été ajoutés à cette version par rapport à la version précédente, certains d'entre eux provenant de l'ISO 5725-5. Il s'agit des plans factoriels à matrices orthogonales, des plans à niveau fractionné, des plans pour les matériaux d'échantillon hétérogènes, ainsi que des plans multiniveaux;
- de plus, la norme a été complétée par des réflexions sur la sélection de facteurs et la modélisation des effets factoriels, ainsi que par une section s'intéressant à la fiabilité de différents paramètres d'essai interlaboratoires (moyenne et paramètres de fidélité).

Une liste de toutes les parties de la série de normes ISO 5725 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/members.html.

Introduction

0.1 L'ISO 5725 utilise deux termes, «justesse» et «fidélité», pour décrire l'exactitude d'une méthode de mesure. La «justesse» désigne le degré d'accord entre la valeur moyenne d'un grand nombre de résultats d'essai et la valeur de référence acceptée ou vraie. La «fidélité» désigne le degré d'accord entre les résultats d'essai.

0.2 Des considérations générales relatives à ces grandeurs sont données dans l'ISO 5725-1 et ne sont pas répétées ici. Il est à noter que l'ISO 5725-1 fournit les principes généraux et les définitions sous-jacentes et qu'il convient de la lire conjointement avec toutes les autres parties de l'ISO 5725.

0.3 De nombreux facteurs différents (en dehors de l'hétérogénéité du matériau d'essai) peuvent contribuer à la variabilité des résultats d'une méthode de mesure, tels que:

- a) le laboratoire;
- b) l'opérateur;
- c) l'équipement utilisé;
- d) l'étalonnage de l'équipement;
- e) le lot de réactif;
- f) le temps écoulé entre les mesures;
- g) l'environnement (température, humidité, pollution de l'air, etc.);
- h) d'autres facteurs.

0.4 Deux conditions de fidélité, à savoir les conditions de répétabilité et de reproductibilité, se sont révélées nécessaires et, dans de nombreux cas pratiques, utiles pour décrire la variabilité d'une méthode de mesure. Dans des conditions de répétabilité, les facteurs a) à h) en 0.3 sont considérés comme constants, tandis que dans des conditions de reproductibilité, tous les facteurs sont réputés varier et contribuent à la variabilité des résultats d'essai. De ce fait, les conditions de répétabilité et de reproductibilité constituent les deux extrêmes de la fidélité, les premières décrivant la variabilité minimale des résultats et les secondes leur variabilité maximale. Des conditions intermédiaires entre ces deux conditions extrêmes de fidélité sont également concevables, lorsqu'un ou plusieurs facteurs répertoriés de b) à g) sont autorisés à varier.

Afin d'illustrer la nécessité de prendre en compte des conditions intermédiaires dans le cadre de la validation de la méthode, on peut considérer le fonctionnement d'un laboratoire moderne relié à un site de production impliquant, par exemple, un système de travail en trois-huit, où les mesures sont effectuées par différents opérateurs à l'aide de différents équipements. Les opérateurs et l'équipement sont alors quelques-uns des facteurs contribuant à la variabilité des résultats d'essai.

L'écart-type des résultats d'essai obtenus dans des conditions de répétabilité est généralement inférieur à celui obtenu dans des conditions de fidélité intermédiaires. En général, dans le cadre de l'analyse chimique, l'écart-type dans des conditions de fidélité intermédiaire peut être deux ou trois fois plus grand que celui obtenu dans des conditions de répétabilité. Il convient évidemment qu'il ne dépasse pas l'écart-type de reproductibilité.

Par exemple dans le cadre du dosage du cuivre dans du minerai de cuivre, une étude collaborative réunissant 35 laboratoires a révélé que l'écart-type dans des conditions de fidélité intermédiaire (différents temps) était 1,5 fois plus élevé que celui obtenu dans des conditions de répétabilité, que ce soit pour la méthode de gravimétrie électrolytique ou pour la méthode de titrage au $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

0.5 Le présent document se concentre sur la fidélité intermédiaire et les plans alternatifs pour les études collaboratives portant sur une méthode de mesure. Hormis la détermination de mesures de fidélité intermédiaire, ces plans alternatifs ont notamment pour objectif de réduire le nombre de

mesures requises, d'accroître la fiabilité des estimations de la fidélité et de la moyenne générale, ainsi que de tenir compte de l'hétérogénéité des matériaux d'essai.

En effet, une expérience totalement emboîtée à t facteurs avec deux niveaux par facteur (au sein de chaque laboratoire, il y a $t-1$ facteurs) et deux répétitions par configuration nécessite $2 \cdot 2^{t-1}$ résultats d'essai de chaque laboratoire, ce qui peut constituer une exigence excessive pour les laboratoires. C'est pourquoi la précédente version de l'ISO 5725-3 aborde aussi le plan irrégulièrement emboîté. Bien que l'estimation des paramètres de fidélité soit plus complexe et sujette à une incertitude supérieure dans un plan irrégulièrement emboîté, la charge de travail est réduite. Le présent document propose d'autres stratégies pour réduire cette charge de travail sans compromettre la fiabilité des estimations de la fidélité.

Les plans particuliers traitant de l'hétérogénéité des échantillons étaient, quant à eux, abordés dans la précédente version de l'ISO 5725-5. Cependant, il est pratique de consacrer une partie de la présente norme à la question des plans d'expérience.

0.6 La fidélité de la répétabilité, telle que déterminée conformément à l'ISO 5725-2, est calculée comme une moyenne entre les laboratoires participants. Afin de pouvoir être utilisé à des fins de contrôle qualité, l'écart-type de répétabilité doit pouvoir être considéré comme étant constant entre les laboratoires. C'est pourquoi il est important d'obtenir des informations sur la façon dont l'écart-type de répétabilité varie au sein d'un laboratoire et entre les laboratoires dans des conditions différentes.

0.7 Dans de nombreuses études collaboratives, la variabilité interlaboratoires est élevée comparée à la répétabilité, et il serait utile de a) la décomposer en plusieurs composantes de fidélité, b) réduire, si possible, certaines sources de variabilité dues aux conditions de fidélité intermédiaire. Pour ce faire, il est possible d'identifier des facteurs (temps, étalonnage, opérateur ou équipement, par exemple) qui contribuent à la variabilité dans des conditions de fidélité intermédiaire de mesure, en quantifiant les composantes de variabilité correspondantes et, si possible, en réduisant leur contribution. Cela permet d'augmenter la composante de fidélité intermédiaire de la variance globale, tout en réduisant la composante interlaboratoires de la variance globale. Seuls les effets aléatoires sont pris en compte: il est uniquement raisonnable de modéliser un facteur comme un effet fixe après avoir effectué une méthode ou une étude d'optimisation de l'étalonnage. La présente norme tient compte de différentes relations entre les facteurs, par exemple lorsqu'un facteur particulier est inclus dans un autre facteur ou non.

0.8 Les estimations de la fidélité et de la moyenne générale sont soumises à une variabilité aléatoire. Par conséquent, il est important de déterminer l'incertitude associée à chaque estimation et de comprendre les relations entre cette incertitude et le nombre de participants, ainsi que le plan. Une fois ces relations comprises, il est possible de prendre des décisions beaucoup plus avisées concernant le nombre de participants et le plan d'expérience.

0.9 Sous réserve que différents effets factoriels contribuent réellement à la variabilité, la détermination des composantes de fidélité correspondantes peut permettre de réduire le nombre requis de laboratoires participants, pouvant être attendu que la variabilité interlaboratoires soit moins prédominante. Cependant, il est vivement recommandé de choisir un nombre raisonnable de laboratoires participants afin de garantir une évaluation réaliste de la variabilité globale de la méthode obtenue dans des conditions de fonctionnement de routine.

0.10 Le plan à niveau uniforme conformément à la Partie 2 de la présente norme présente le risque qu'un opérateur autorise le résultat d'une mesure sur un échantillon à influencer le résultat d'une mesure ultérieure sur un autre échantillon constitué du même matériau, entraînant un biais dans l'estimation des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité. Lorsque ce risque est considéré comme étant grave, le plan à niveau fractionné décrit dans le présent document peut être privilégié, car il réduit ce risque. Il convient de veiller à ce que les deux matériaux utilisés à un niveau particulier de l'expérience soient suffisamment semblables pour s'assurer de pouvoir obtenir les mêmes résultats de fidélité (en d'autres termes: la question se pose de savoir si la composante de fidélité associée à un facteur particulier reste inchangée sur une gamme de matrices analogues).

0.11 Le plan d'expérience présenté dans l'ISO 5725-2 nécessite la préparation d'un certain nombre d'échantillons identiques de matériau en vue d'être utilisés au cours de l'expérience. Cela peut ne pas