
Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires

*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory
comparison*



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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
0 Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principes généraux	5
4.1 Exigences générales relatives aux méthodes statistiques	5
4.2 Modèle de base	5
4.3 Approches générales pour l'évaluation des performances	6
5 Lignes directrices pour le plan statistique des programmes d'essais d'aptitude	6
5.1 Présentation du plan statistique de programmes d'essais d'aptitude	6
5.2 Base d'un plan statistique	6
5.3 Considérations sur la distribution statistique des résultats	7
5.4 Considérations sur les petits nombres de participants	8
5.5 Lignes directrices pour choisir le format de rendu	9
5.5.1 Exigences générales relatives au format de rendu	9
5.5.2 Consignation des mesurages répétés	9
5.5.3 Consignation sous la forme «inférieur à» ou «supérieur à» une limite (données tronquées)	10
5.5.4 Nombre de chiffres significatifs	10
6 Lignes directrices pour la revue initiale des entités soumises à l'essai d'aptitude et des résultats	11
6.1 Homogénéité et stabilité des entités soumises à l'essai d'aptitude	11
6.2 Considérations sur les différentes méthodes de mesure	12
6.3 Élimination des valeurs aberrantes	13
6.4 Examen visuel des données	13
6.5 Méthodes statistiques robustes	13
6.6 Techniques de détection des valeurs aberrantes pour des résultats individuels	14
7 Détermination de la valeur assignée et de son incertitude-type	15
7.1 Choix de la méthode de détermination de la valeur assignée	15
7.2 Détermination de l'incertitude de la valeur assignée	16
7.3 Formulation	17
7.4 Matériau de référence certifié	18
7.5 Résultats provenant d'un seul laboratoire	18
7.6 Valeur consensuelle déterminée par des laboratoires experts	19
7.7 Valeur consensuelle déterminée à partir des résultats des participants	20
7.8 Comparaison de la valeur assignée avec une valeur de référence indépendante	21
8 Détermination des critères d'évaluation des performances	22
8.1 Approches pour la détermination des critères d'évaluation	22
8.2 Détermination par perception d'experts	23
8.3 Détermination à partir de l'expérience acquise lors des campagnes précédentes d'un programme d'essais d'aptitude	23
8.4 Détermination par l'utilisation d'un modèle général	24
8.5 Utilisation des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité obtenus lors d'une étude collaborative de la fidélité d'une méthode de mesure	24
8.6 Détermination à partir de données obtenues lors d'une même campagne d'un programme d'essais d'aptitude	25
8.7 Surveillance de la concordance interlaboratoires	26
9 Calcul des statistiques de performances	26
9.1 Considérations générales pour la détermination des performances	26
9.2 Limitation de l'incertitude de la valeur assignée	27

9.3	Estimations des écarts (erreur de mesure).....	28
9.4	Scores z	29
9.5	Scores z'	30
9.6	Scores zêta (ζ).....	31
9.7	Scores E_n	32
9.8	Évaluation des incertitudes d'essais des participants.....	33
9.9	Scores composés de performance.....	34
10	Méthodes graphiques de description des scores de performance	35
10.1	Application de méthodes graphiques.....	35
10.2	Histogrammes de résultats ou de scores de performance.....	35
10.3	Diagrammes de densité par la méthode du noyau.....	36
10.4	Diagrammes en bâtons des scores de performance normalisés.....	38
10.5	Graphique de Youden.....	38
10.6	Graphiques d'écarts-types de répétabilité.....	39
10.7	Échantillons fractionnés.....	40
10.8	Méthodes graphiques de combinaison des scores de performance sur plusieurs campagnes d'un programme d'essais d'aptitude.....	41
11	Plan et analyse de programmes d'essais d'aptitude qualitatifs (y compris les propriétés nominales et ordinales)	42
11.1	Types de données qualitatives.....	42
11.2	Plan statistique.....	42
11.3	Valeurs assignées pour les programmes d'essais d'aptitude.....	43
11.4	Évaluation des performances et attribution de scores pour les programmes d'essais d'aptitude qualitatifs.....	45
	Annexe A (normative) Symboles	47
	Annexe B (informative) Homogénéité et stabilité des entités soumises à l'essai d'aptitude	49
	Annexe C (informative) Analyse robuste	57
	Annexe D (informative) Recommandations supplémentaires concernant les procédures statistiques	68
	Annexe E (informative) Exemples illustratifs	73
	Annexe F (Informative) Exemple de code informatique pour la création de la représentation graphique et l'analyse de rééchantillonnage (bootstrapping) des résultats des essais d'aptitude	97
	Bibliographie	98

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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 69, *Application des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

Cette troisième édition de l'ISO 13528 annule et remplace la deuxième édition (ISO 13528:2015), qui a fait l'objet d'une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- ajout de notes en [10.1](#), [10.4.3](#) et [10.5.3](#) pour attirer l'attention sur les méthodes graphiques supplémentaires pouvant contribuer à satisfaire aux dispositions de [10.1](#);
- correction des [Formules B.4](#) et [B.8](#) afin d'utiliser s_t^2 au lieu de w_t^2 ;
- correction de la [Formule B.16](#) de sorte que le terme intégré à la racine carrée soit toujours une valeur non négative;
- dans le [Tableau C.2](#), correction en 0,399 4 du facteur de correction associé à $p = 2$;
- ajout de références documentaires supplémentaires dans la Bibliographie comme source des valeurs du [Tableau C.2](#), qui sont citées en référence dans les Notes 1 et 2 de [C.5.2.1](#);
- harmonisation des styles de police (italique ou police Roman) utilisés dans les formules, sur l'ensemble du document.

0 Introduction

0.1 Objectifs des essais d'aptitude

Les essais d'aptitude impliquent l'utilisation de comparaisons interlaboratoires pour déterminer les performances de participants (qui peuvent être des laboratoires, des organismes de contrôle ou des individus) pour des essais spécifiés ou des mesures et ainsi surveiller la continuité des performances des participants. Il existe un certain nombre d'objectifs pour les essais d'aptitude, tels que décrits dans l'Introduction de l'ISO/IEC 17043. Ces objectifs comprennent l'évaluation des performances des laboratoires, l'identification de problèmes dans les laboratoires, la détermination de l'efficacité et la comparabilité des méthodes d'essai ou de mesure, l'amélioration de la confiance des clients des laboratoires, la validation des incertitudes revendiquées et la formation des laboratoires participants. Le plan et les techniques statistiques appliqués doivent être appropriés à l'objectif ou aux objectifs définis.

0.2 Justification de l'évaluation par scores dans les programmes d'essais d'aptitude

Diverses stratégies d'évaluation par scores sont disponibles et utilisées pour les essais d'aptitude. Bien que les calculs détaillés diffèrent, la plupart des programmes d'essais d'aptitude comparent l'écart du participant par rapport à une valeur assignée avec un critère numérique qui est utilisé pour déterminer si cet écart est préoccupant ou non. Les stratégies utilisées pour les valeurs assignées et pour le choix d'un critère d'évaluation des écarts des participants sont donc critiques. En particulier, il est important de déterminer s'il convient que la valeur assignée et le critère d'évaluation des écarts soient indépendants des résultats des participants ou s'il convient qu'ils soient obtenus à partir des résultats soumis. Dans le présent document, les deux stratégies sont prévues. Toutefois, l'attention est attirée sur la discussion figurant aux [Articles 7](#) et [8](#) concernant les avantages et les inconvénients associés au choix de valeurs assignées ou de critères d'évaluation des écarts qui ne sont pas obtenus à partir des résultats des participants. On verra que, en général, le choix de valeurs assignées et de critères d'évaluation indépendamment des résultats des participants offre des avantages. Cela est notamment le cas pour le critère utilisé pour évaluer les écarts par rapport à la valeur assignée – tel que l'écart-type d'aptitude ou une tolérance sur l'erreur de mesure – pour lequel un choix cohérent fondé sur la pertinence pour une utilisation finale particulière des résultats de mesure est particulièrement utile.

0.3 ISO 13528 et ISO/IEC 17043

Le présent document soutient la mise en œuvre de l'ISO/IEC 17043, notamment les exigences relatives au plan statistique, à la validation des entités soumises à l'essai d'aptitude, à la revue des résultats et au rendu des statistiques résumées. L'Annexe B de l'ISO/IEC 17043:2010 fournit une description succincte des méthodes statistiques générales utilisées dans les programmes d'essais d'aptitude. Le présent document est destiné à être complémentaire de l'ISO/IEC 17043, en fournissant des recommandations détaillées ne figurant pas dans ce document sur des méthodes statistiques particulières pour les essais d'aptitude.

La définition de l'essai d'aptitude donnée dans l'ISO/IEC 17043 est reprise dans le présent document, avec des notes décrivant les différents types d'essais d'aptitude et l'étendue des conceptions pouvant être utilisées. Le présent document ne peut pas couvrir spécifiquement l'ensemble des objectifs, des conceptions, des matrices et des mesurandes. Les techniques présentées dans le présent document sont destinées à être appliquées de façon étendue, notamment pour des programmes d'essais d'aptitude nouvellement établis. Il est attendu que les techniques statistiques utilisées dans le cadre d'un programme d'essais d'aptitude particulier évoluent au fur et à mesure que le programme gagne en maturité; et les scores, les critères d'évaluation et les méthodes graphiques sont affinés afin de mieux répondre aux besoins spécifiques d'un groupe cible de participants, d'organismes d'accréditation et d'autorités réglementaires.

Le présent document incorpore des recommandations publiées pour les essais d'aptitude de laboratoires d'analyses chimiques^[32], mais inclut également une gamme plus étendue de procédures à utiliser avec des méthodes de mesure et d'identifications qualitatives valides. La révision du présent document contient la plupart des méthodes statistiques et recommandations issues de la première édition, complétées autant que nécessaire par les documents précédemment cités en référence et par le

domaine d'application étendu de l'ISO/IEC 17043. L'ISO/IEC 17043 comprend des essais d'aptitude pour les personnes et les organismes de contrôle, incluant l'Annexe B de l'ISO/IEC 17043:2010 qui comprend des éléments d'appréciation pour les résultats qualitatifs.

Le présent document contient des techniques statistiques qui sont conformes à d'autres Normes internationales, notamment à celles du TC69/SC6, et en particulier à la série de normes ISO 5725 portant sur l'Exactitude: justesse et fidélité. Les techniques sont également destinées à refléter d'autres Normes internationales, le cas échéant, et à être en cohérence avec le Guide ISO/IEC 98-3 (GUM) et avec le Guide ISO/IEC 99 (VIM).

0.4 Expertise en statistique

L'ISO/IEC 17043 exige que, pour être compétent, un organisateur d'essais d'aptitude doit avoir accès à l'expertise statistique et doit autoriser du personnel spécifique à mener l'analyse statistique. Ni l'ISO/IEC 17043 ni le présent document ne peuvent définir plus en détail en quoi consiste cette expertise nécessaire. Pour certaines applications, un niveau élevé en statistiques est utile, mais généralement les besoins en expertise peuvent être assurés par des personnes ayant une expertise technique dans d'autres domaines, connaissant les concepts et les techniques statistiques de base et ayant une expérience ou une formation dans les techniques courantes applicables à l'analyse des données issues de programmes d'essais d'aptitude. Si un consultant est responsable du plan et/ou de l'analyse statistique, il est très important que cette personne ait une expérience dans le domaine des comparaisons interlaboratoires, même si elle a un niveau élevé dans le domaine des statistiques. La formation classique en statistiques avancées n'inclut pas l'acquisition de connaissances dans le domaine des comparaisons interlaboratoires, et les causes uniques d'erreur de mesure se produisant durant les essais d'aptitude peuvent sembler obscures. Les recommandations données dans le présent document ne peuvent pas fournir toute l'expertise nécessaire pour prendre en compte toutes les applications, et ne peuvent pas remplacer l'expérience acquise lors de la pratique des comparaisons interlaboratoires.

0.5 Logiciels

Les logiciels nécessaires pour l'analyse statistique des données d'essais d'aptitude peuvent varier de façon importante, allant de l'arithmétique simple d'un tableur pour les petits programmes d'essais d'aptitude utilisant des valeurs de référence connues, jusqu'aux logiciels statistiques sophistiqués utilisés pour les méthodes statistiques faisant appel à des calculs itératifs ou d'autres méthodes numériques avancées. La plupart des techniques mentionnées dans le présent document peuvent être mises en œuvre par des tableurs classiques, éventuellement avec des routines personnalisées pour un programme d'essais d'aptitude ou une analyse spécial(e); certaines techniques nécessitent des logiciels qui sont gratuits. Dans tous les cas, il est attendu des utilisateurs qu'ils vérifient la validité et l'exactitude de leurs calculs, en particulier lorsque des programmes spéciaux ont été entrés par l'utilisateur. Toutefois, même lorsque les techniques traitées dans le présent document sont appropriées et correctement mises en œuvre par des logiciels adéquats, elles ne peuvent pas être appliquées sans la surveillance d'une personne disposant d'une expertise technique et statistique suffisante pour cerner la nature des applications et des hypothèses statistiques, et pour identifier et rechercher des anomalies susceptibles de se produire lors de toute campagne d'un programme d'essais d'aptitude.