

---

---

**Méthodes statistiques utilisées dans les  
essais d'aptitude par comparaisons  
interlaboratoires**

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

**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
<b>0</b> Introduction.....	vi
<b>0.1</b> Objectifs des essais d'aptitude.....	vi
<b>0.2</b> ISO/CEI Guide 43.....	vi
<b>1</b> Domaine d'application.....	1
<b>2</b> Références normatives.....	1
<b>3</b> Termes et définitions.....	1
<b>4</b> Lignes directrices pour la conception et l'interprétation statistiques d'essais d'aptitude.....	2
<b>4.1</b> Signaux d'action et d'avertissement.....	2
<b>4.2</b> Lignes directrices pour limiter l'incertitude de la valeur assignée.....	3
<b>4.3</b> Lignes directrices pour choisir le nombre de mesurages à répéter.....	4
<b>4.4</b> Homogénéité et stabilité des échantillons.....	4
<b>4.5</b> Définition des méthodes opérationnelles de mesure définies.....	4
<b>4.6</b> Présentation des données.....	5
<b>4.7</b> Période de validité des résultats d'essais d'aptitude.....	5
<b>5</b> Détermination de la valeur assignée et de son incertitude type.....	5
<b>5.1</b> Choix de la méthode de détermination de la valeur assignée.....	5
<b>5.2</b> Formulation.....	6
<b>5.3</b> Valeurs de référence certifiées.....	6
<b>5.4</b> Valeurs de référence.....	7
<b>5.5</b> Valeurs consensuelles provenant de laboratoires experts.....	9
<b>5.6</b> Valeurs consensuelles des laboratoires participants.....	9
<b>5.7</b> Comparaison de la valeur assignée.....	14
<b>5.8</b> Valeurs manquantes.....	14
<b>6</b> Détermination de l'écart-type pour l'évaluation de l'aptitude.....	15
<b>6.1</b> Choix de la méthode.....	15
<b>6.2</b> Méthode par prescription.....	15
<b>6.3</b> Méthode par perception.....	15
<b>6.4</b> Détermination à partir d'un modèle général.....	17
<b>6.5</b> Détermination à partir des résultats d'une expérience de fidélité.....	17
<b>6.6</b> Détermination à partir de données obtenues dans un cycle d'un programme d'essais d'aptitude.....	18
<b>6.7</b> Comparaison entre les valeurs de fidélité déduites d'un essai d'aptitude et les valeurs établies.....	18
<b>7</b> Calcul des statistiques de performances.....	19
<b>7.1</b> Estimations du biais de laboratoire.....	19
<b>7.2</b> Différences en pourcentage.....	22
<b>7.3</b> Rangs et rangs en pourcentage.....	24
<b>7.4</b> Scores $z$ .....	25
<b>7.5</b> Nombres $E_n$ .....	27
<b>7.6</b> Scores $z'$ .....	28
<b>7.7</b> Scores zéta ( $\zeta$ ).....	29
<b>7.8</b> Score $E_z$ .....	30
<b>7.9</b> Exemple de l'analyse de données quand des incertitudes sont fournies.....	30
<b>7.10</b> Scores composés de performance.....	35
<b>8</b> Méthodes graphiques de combinaison des scores de performance pour plusieurs mesurandes à partir d'un seul cycle d'un essai d'aptitude.....	36

8.1	Application.....	36
8.2	Histogrammes de scores de performance .....	36
8.3	Diagrammes en bâtons des biais de laboratoire normalisés .....	37
8.4	Diagrammes en bâtons de mesures de répétabilité normalisées.....	38
8.5	Graphique de Youden.....	38
8.6	Graphiques d'écart-types de répétabilité .....	45
8.7	Échantillons partagés.....	47
9	Méthodes graphiques de combinaison des scores de performance sur plusieurs cycles d'un programme d'essais d'aptitude.....	52
9.1	Applications.....	52
9.2	Carte de contrôle de Shewhart pour les scores $z$ .....	52
9.3	Carte de contrôle CUSUM (somme cumulée) pour les scores $z$ .....	55
9.4	Représentations graphiques du biais de laboratoire normalisé par rapport à la moyenne des laboratoires .....	56
9.5	Diagramme en points.....	57
	Annexe A (normative) Symboles .....	59
	Annexe B (normative) Vérification de l'homogénéité et de la stabilité des échantillons .....	60
	Annexe C (normative) Analyse robuste .....	64
	Bibliographie .....	66

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 13528 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 69, *Applications des méthodes statistiques*, sous-comité SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*.

## 0 Introduction

### 0.1 Objectifs des essais d'aptitude

Les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires sont utilisés pour déterminer les performances de laboratoires individuels, relatives à des essais ou à des mesures spécifiques et pour surveiller la continuité des performances des laboratoires. Il convient de consulter l'introduction de l'ISO/CEI Guide 43-1:1997 qui expose intégralement les objectifs des essais d'aptitude. Dans le langage statistique, les performances des laboratoires peuvent être décrites par trois propriétés: le biais de laboratoire, la stabilité et la répétabilité. Le biais de laboratoire et la répétabilité sont définis dans l'ISO 3534-1, dans l'ISO 3534-2 et dans l'ISO 5725-1. La stabilité d'un résultat de laboratoire est mesurée par la fidélité intermédiaire telle que spécifiée dans l'ISO 5725-3.

Le biais de laboratoire peut être évalué par des essais réalisés sur des matériaux de référence, lorsque ceux-ci sont disponibles, en utilisant la procédure décrite dans l'ISO 5725-4. Sinon, les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires fournissent un moyen généralement disponible d'obtenir des informations sur le biais de laboratoire, et l'utilisation de données provenant d'essais d'aptitude, pour obtenir des estimations du biais de laboratoire est un aspect important de l'analyse de ces données. La stabilité et la répétabilité affecteront toutefois les données obtenues dans les essais d'aptitude, de telle sorte qu'un laboratoire pourra obtenir des données pendant un cycle d'un essai d'aptitude indiquant un biais causé en réalité par une stabilité ou une répétabilité insuffisante. Il est donc important que ces aspects de performances des laboratoires soient évalués régulièrement.

La stabilité peut être évaluée en procédant à de nouveaux essais sur des échantillons retenus ou à des mesurages réguliers sur un matériau de référence ou de référence interne (stock de matériaux établi par un laboratoire pour les utiliser comme matériaux de référence privés). Ces techniques sont décrites dans l'ISO 5725-3. La stabilité peut également être évaluée en traçant sur des cartes de contrôle les estimations du biais de laboratoire déduites des essais d'aptitude. Cela peut apporter des informations sur la performance du laboratoire qui ne découlent pas de manière évidente de l'examen des résultats des cycles individuels de programmes d'essais d'aptitude, et il s'agit là d'un aspect important de l'analyse de telles données.

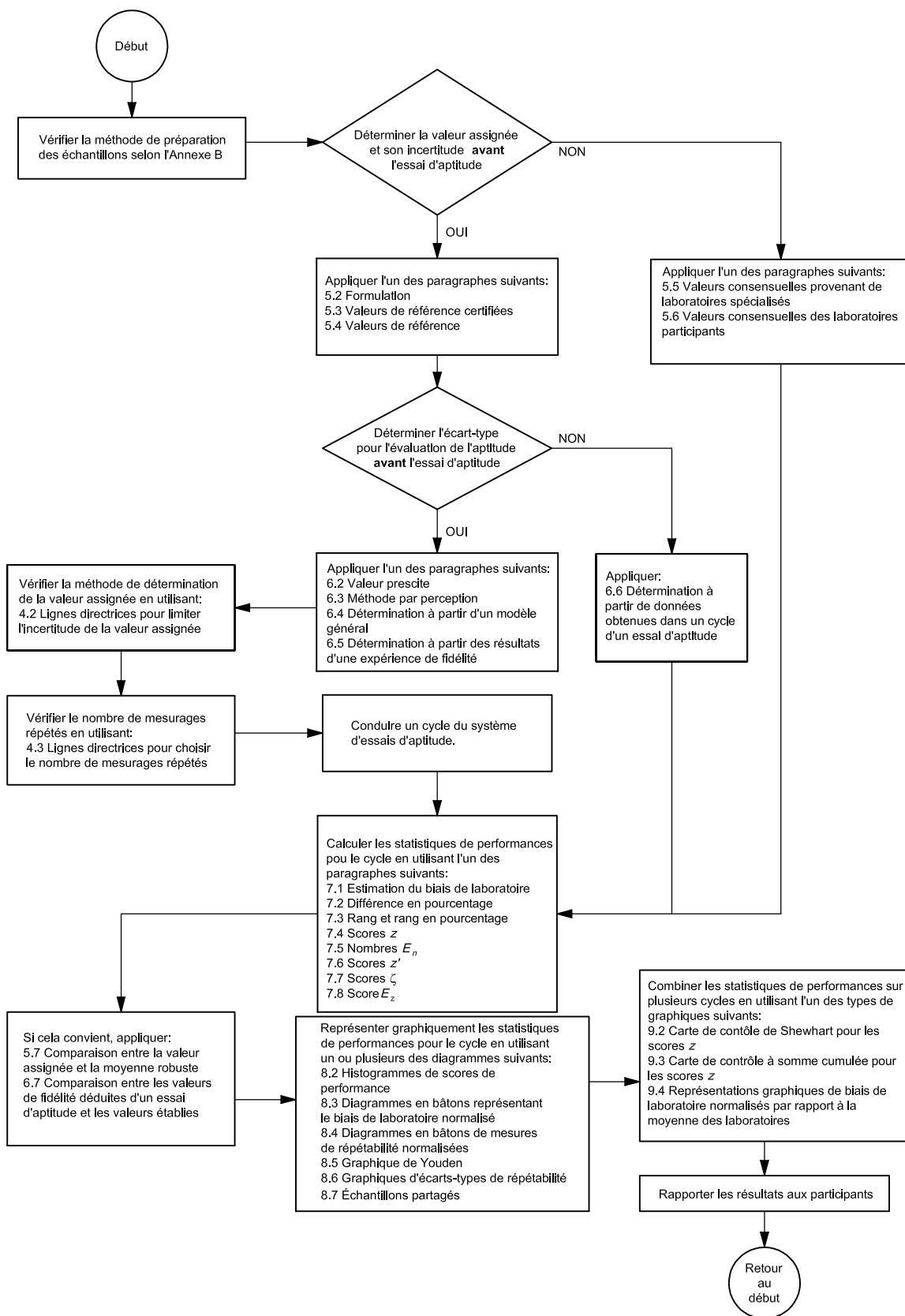
Les données appropriées à l'évaluation de la répétabilité peuvent être générées par des essais réalisés dans le cours normal du travail d'un laboratoire ou par des essais exceptionnels réalisés à l'intérieur d'un laboratoire et destinés spécifiquement à évaluer la répétabilité. Par conséquent, l'évaluation de la répétabilité n'est pas nécessairement un aspect important des essais d'aptitude, même s'il est important que les laboratoires surveillent leur répétabilité d'une certaine manière. La répétabilité peut être évaluée en traçant les étendues de mesurages en double sur une carte de contrôle, comme décrit dans l'ISO 5725-6.

L'organigramme (Figure 1) illustre comment appliquer les techniques décrites dans la présente Norme internationale.

### 0.2 ISO/CEI Guide 43

L'ISO/CEI Guide 43-1 décrit différents types de programmes d'essais d'aptitude et donne des indications sur l'organisation et la conception de programmes d'essais d'aptitude. L'ISO/CEI Guide 43-2 donne des indications sur la sélection et l'utilisation de programmes d'essais d'aptitude par des organismes d'accréditation de laboratoires. Il convient de consulter les deux parties de ce Guide pour avoir des informations détaillées sur ces questions (les informations qui y figurent ne sont pas recopiées ici). L'ISO/CEI Guide 43-1 comprend une annexe qui décrit brièvement les méthodes statistiques utilisées dans les programmes d'essais d'aptitude.

L'ISO 13528 complète l'ISO/CEI Guide 43, donnant des indications détaillées, qui ne figurent pas dans ce Guide, sur l'utilisation de méthodes statistiques dans les essais d'aptitude. Dans une large mesure, l'ISO 13528 est fondée sur un protocole harmonisé pour les essais d'aptitude de laboratoires d'analyses [1], mais elle est destinée à être utilisée avec toutes les méthodes de mesure.



ISO 13528:2005 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

**Figure 1 — Organigramme représentant les activités nécessitant l'utilisation de méthodes statistiques lors de la mise en œuvre d'un programme d'essais d'aptitude**