

REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

G. GRANCHER

Interprétation statistique des résultats d'une chaîne interlaboratoires d'analyses des composants chimiques du lait

Revue de statistique appliquée, tome 37, n° 1 (1989), p. 27-41

http://www.numdam.org/item?id=RSA_1989__37_1_27_0

© Société française de statistique, 1989, tous droits réservés.

L'accès aux archives de la revue « *Revue de statistique appliquée* » (<http://www.sfds.asso.fr/publicat/rsa.htm>) implique l'accord avec les conditions générales d'utilisation (<http://www.numdam.org/conditions>). Toute utilisation commerciale ou impression systématique est constitutive d'une infraction pénale. Toute copie ou impression de ce fichier doit contenir la présente mention de copyright.

NUMDAM

Article numérisé dans le cadre du programme
Numérisation de documents anciens mathématiques

<http://www.numdam.org/>

INTERPRÉTATION STATISTIQUE DES RÉSULTATS D'UNE CHAÎNE INTERLABORATOIRES D'ANALYSES DES COMPOSANTS CHIMIQUES DU LAIT

G. GRANCHER

*Laboratoire de Calcul des Probabilités et Statistique
Unité associée au CNRS 759 Université de ROUEN B.P. 118
76134 Mont-Saint-Aignan cedex*

RÉSUMÉ

Nous proposons une visualisation des résultats d'une chaîne interlaboratoires d'analyses. Chaque laboratoire est représenté par un disque du demi-plan; le centre de disque a pour abscisse la contribution de ce laboratoire à "l'effet laboratoire" et pour ordonnée sa contribution à "l'interaction", le rayon de ce disque est proportionnel à l'écart-type de répétibilité du laboratoire. Nous reprenons là les idées de J. FLESSELLES [3]; sous des hypothèses raisonnables nous déterminons une région du demi-plan où chaque laboratoire devrait, avec une forte probabilité, être représenté en cas d'absence d'effet laboratoires et en cas d'absence d'interaction. Une telle représentation graphique facilite l'interprétation statistique des résultats, mais elle permet surtout de situer rapidement chacun des laboratoires par rapport aux autres.

Mots-clés : Expériences collectives, comparaison entre laboratoires, analyse de la variance, reproductibilité, ajustement, diagramme cible.

1. Origine des données et notations

Le Laboratoire Interprofessionnel de Haute-Normandie (Labilait) réalise n laits de compositions différentes. Il répartit ces laits en différents échantillons. Il est envoyé à une vingtaine de laboratoires un échantillon de chaque lait. Ces laboratoires répartis dans toute la France sont, soit des laboratoires interprofessionnels, soit des laboratoires d'usines de l'industrie laitière. Chacun d'entre eux analysera chacun des échantillons reçus et répétera chacune des analyses k fois. Nous préciserons ultérieurement comment s'assurer de l'homogénéité des échantillons.

Nous noterons p le nombre de laboratoires,
 q le nombre de laits,
 n le nombre de répétitions.

(Pour notre cas, q vaut 4 et n vaut 5).

Pour i variant de 1 à p (i indice de laboratoire),
pour j variant de 1 à q (j indice de lait (ou de niveau)),
pour k variant de 1 à n (k indice de répétition),

Ce thème a fait l'objet d'une communication aux journées de l'ASU (Association des Statisticiens Universitaires) à Montpellier en mai 1984.

nous noterons x_{ijk} le résultat de la k -ième répétition de l'analyse du j -ième lait par le i -ième laboratoire.

Nous nous plaçons sous le modèle suivant :

$$x_{ijk} = M + A_i + B_j + C_{ij} + \epsilon_{ijk}$$

où M est une constante,

les A_i sont des constantes telles que

$$\sum_{i=1}^p A_i = 0,$$

les B_j sont des constantes telles que

$$\sum_{j=1}^q B_j = 0,$$

les C_{ij} sont des constantes telles que, pour tout i ,

$$\sum_{j=1}^q C_{ij} = 0$$

et, pour tout j ,

$$\sum_{i=1}^p C_{ij} = 0,$$

les ϵ_{ijk} sont des variables aléatoires centrées indépendantes qui modélisent l'erreur de mesure.

Dans le cas où les A_i sont nuls, nous dirons qu'il y a *absence d'effet systématique interlaboratoires*.

Dans le cas où tous les C_{ij} sont nuls, nous dirons qu'il y a *absence d'interaction*.

Dans le cas où à la fois tous les A_i et tous les C_{ij} sont nuls nous dirons qu'il y a *absence d'effet total interlaboratoires*.

Dans toute la suite, nous noterons :

- x_{ij} la moyenne des résultats annoncés par le laboratoire i pour le lait j ,
- $x_{i..}$ la moyenne des résultats annoncés par le laboratoire i ,
- $x_{.j}$ la moyenne des résultats annoncés pour le lait j ,
- $x_{...}$ la moyenne de tous les résultats.

Nous avons donc les formules suivantes :

$$x_{ij} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n x_{ijk} \quad x_{.j} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_{ij}$$

$$x_{i..} = \frac{1}{q} \sum_{j=1}^q x_{ij} = \frac{1}{nq} \sum_{j=1}^q \sum_{k=1}^n x_{ijk}$$

Nous noterons s_{ij}^2 l'estimation sans biais de la variance des résultats du laboratoire i pour le lait j .

$$s_{ij}^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - x_{ij.})^2$$

Nous supposons que les lois des ϵ_{ijk} ne dépendent que de i ; et nous noterons s_i^2 l'estimation sans biais de la variance de cette loi. s_i est appelé l'écart-type de répétabilité.

Nous avons donc :

$$s_i^2 = \frac{1}{q(n-1)} \sum_{j=1}^q \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - x_{ij.})^2$$

Il est classique d'estimer M , A_i , B_j et C_{ij} par la méthode des moindres carrés, c'est-à-dire que nous choisissons les estimations \hat{M} , \hat{A}_i , \hat{B}_j , \hat{C}_{ij} qui minimisent ϵ^2 défini par :

$$\epsilon^2 = \frac{1}{npq} \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^q \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - \hat{A}_i - \hat{B}_j - \hat{M} - \hat{C}_{ij})^2$$

Un simple calcul montre que nous obtenons :

$$\begin{aligned} \hat{M} &= x_{...} & \hat{A}_i &= x_{i..} - x_{...} \\ \hat{B}_j &= x_{.j.} - x_{...} & \hat{C}_{ij} &= x_{ij.} - x_{i..} - x_{.j.} + x_{...} \end{aligned}$$

\hat{A}_i sera appelé *le décalage* (ou le défaut d'ajustement) du laboratoire i , \hat{A}_i sera nul si et seulement si la moyenne des résultats (tous laits confondus) du laboratoire i est égale à la moyenne de tous les résultats de tous les laboratoires.

Dans la suite on notera \hat{C}_i la moyenne quadratique des \hat{C}_{ij} .

$$\hat{C}_i = \sqrt{\frac{1}{q} \sum_{j=1}^q \hat{C}_{ij}^2}$$

\hat{C}_i sera nul si et seulement si il existe une constante qui ne dépend que de i (et qui est en fait \hat{A}_i) telle que pour chaque lait j , le laboratoire i annonce comme résultat moyen la valeur moyenne donnée par l'ensemble des laboratoires pour ce lait augmentée de cette constante, c'est-à-dire si, pour tout j , on a :

$$x_{ij.} = x_{.j.} + \hat{A}_i$$

\hat{C}_i sera d'autant plus grand, que l'écart entre les moyennes des résultats annoncés pour un lait donné, par le laboratoire i et les moyennes des résultats, tous laboratoires confondus pour ce même lait, variera d'un lait à l'autre.

\hat{C}_i sera appelé *l'incohérence* (ou défaut de cohérence) du laboratoire i .

Nous noterons \hat{E}_i , appelé *écart du laboratoire i* , la quantité définie par :

$$\hat{E}_i = \sqrt{\hat{C}_i^2 + \hat{A}_i^2}$$

\hat{E}_i est nul si et seulement si \hat{A}_i et \hat{C}_i sont tous deux nuls.

Il est aisé de vérifier que :

$$\hat{E}_i^2 = \frac{1}{q} \sum_{j=1}^q (x_{ij} - x_{.j})^2$$

Nous pouvons représenter les résultats de la manière suivante : chaque laboratoire i est figuré par un disque du demi-plan

- dont le centre a pour abscisse \hat{A}_i , le décalage du laboratoire i , et pour ordonnée \hat{C}_i , l'incohérence du laboratoire i ,
- dont le rayon est proportionnel à son écart-type de répétabilité.

C'est uniquement pour des raisons de lisibilité du graphique que nous n'avons pas choisi un rayon de longueur égale à la répétabilité car alors les disques seraient trop grands.

Ainsi avec les données du tableau 1 (les résultats des calculs des décalages, incohérences, écarts et répétabilités figurant dans le tableau 1 bis) on obtient le graphique 1 où il apparaît clairement que :

- a) le laboratoire 1 présente une plus mauvaise répétabilité que les autres laboratoires,
- b) les laboratoires 4 et 5 présentent une incohérence nettement supérieure aux autres laboratoires,
- c) les laboratoires 3, 4 et surtout 5 présentent un décalage nettement plus important que les autres laboratoires.

Quant au laboratoire 2 sa répétabilité n'est pas estimable puisque pour chacun des laits il annonce 5 résultats identiques.

2. Détection des laboratoires aberrants

Afin de déterminer les laboratoires présentant des résultats aberrants, nous devons préciser les lois statistiques des indicateurs définis ci-dessus. Pour cela il faut que nous restreignons les hypothèses mathématiques de notre modèle. Nous préciserons les conditions expérimentales qui rendent ces hypothèses fortement crédibles.

Hypothèse

Les variables ε_{ijk} sont toutes des variables aléatoires normales indépendantes de même variance (inconnue) notée σ^2 .

Dans le cas d'analyses chimiques du lait (matières grasses, matière protéique, matière sèche), il est bien connu, et aisé de vérifier que l'erreur de mesure peut être assimilée à une variable aléatoire normale. Toutefois il faudra veiller à ce que les erreurs d'arrondis (dues aux calculs ou à l'imprécision de la lecture des résultats) soient

TABLEAU 1

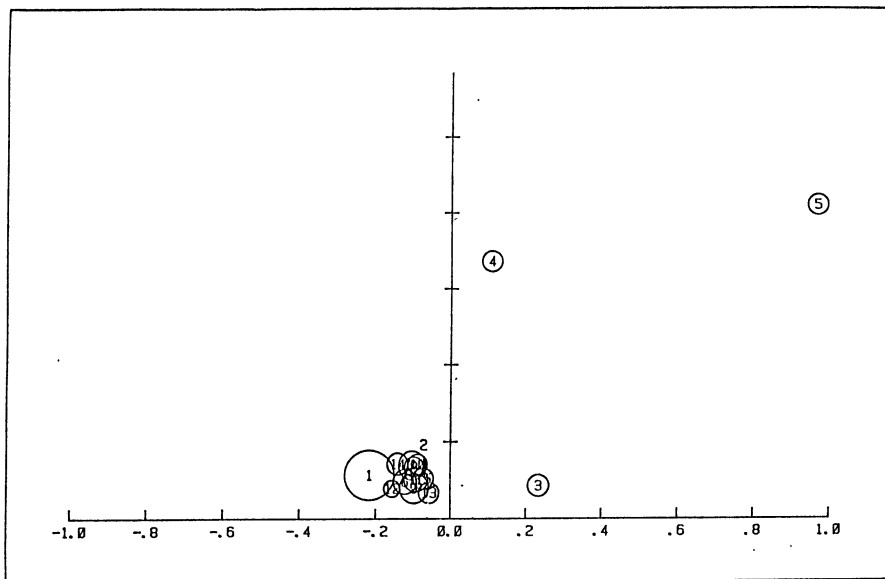
Résultats bruts de la chaîne d'analyse : 15 laboratoires (numérotés de 1 à 15) ont analysé 4 laits (A, B, C et D) chaque analyse étant répétée 5 fois. Pour chacun des laboratoires et chacun des laits, la moyenne et l'écart-type ont été calculés.

RESULTATS POUR LE LAIT A				RESULTATS POUR LE LAIT C			
LABO	RESULTATS	MOYENNE	E-T	LABO	RESULTATS	MOYENNE	E-T
1	48.5 48.2 48.5 48.8 48.4	48.48	0.22	1	42.8 42.8 42.0 42.1 42.3	42.48	0.38
2	48.5 48.5 48.5 48.5 48.5	48.50	0.00	2	42.5 42.5 42.5 42.5 42.5	42.50	0.00
3	49.0 48.9 48.8 49.2 48.9	48.96	0.15	3	42.9 42.8 42.8 42.7 42.8	42.80	0.07
4	49.9 50.0 49.9 50.0 50.0	49.96	0.05	4	41.7 41.9 42.0 42.2 42.0	41.96	0.18
5	51.2 51.2 51.2 51.1 51.5	51.24	0.15	5	42.9 42.9 43.1 43.0 42.8	42.94	0.11
6	48.7 48.5 48.6 48.5 48.7	48.60	0.10	6	42.4 42.7 42.6 42.3 42.4	42.48	0.16
7	48.5 48.6 48.3 48.6 48.7	48.54	0.15	7	42.6 42.0 42.5 42.4 42.5	42.48	0.23
8	48.7 48.4 48.6 48.4 48.6	48.54	0.13	8	42.4 42.6 42.4 42.5 42.4	42.46	0.09
9	48.7 48.6 48.8 48.5 48.6	48.64	0.11	9	42.5 42.7 42.6 42.4 42.1	42.45	0.23
10	48.5 48.7 48.7 48.3 48.6	48.56	0.17	10	42.5 42.6 42.6 42.5 42.4	42.52	0.08
11	48.5 48.5 48.4 48.8 48.8	48.60	0.19	11	42.5 42.4 42.5 42.6 42.3	42.46	0.11
12	48.6 48.5 48.5 48.7 48.7	48.60	0.10	12	42.3 42.3 42.5 42.5 42.4	42.40	0.10
13	48.8 48.7 48.9 48.5 48.6	48.70	0.16	13	42.4 42.5 42.6 42.6 42.3	42.48	0.13
14	48.5 48.7 48.6 48.2 48.4	48.48	0.19	14	42.3 42.6 42.3 42.4 42.4	42.40	0.12
15	48.6 48.5 48.8 48.8 48.4	48.62	0.18	15	42.4 42.5 42.6 42.6 42.4	42.50	0.10

RESULTATS POUR LE LAIT B				RESULTATS POUR LE LAIT D			
LABO	RESULTATS	MOYENNE	E-T	LABO	RESULTATS	MOYENNE	E-T
1	45.3 45.2 45.2 44.8 45.4	45.18	0.23	1	37.8 38.0 37.9 38.2 37.4	37.86	0.30
2	45.5 45.5 45.5 45.5 45.5	45.50	0.00	2	38.0 38.0 38.0 38.0 38.0	38.00	0.00
3	45.7 45.6 45.8 45.6 45.4	45.62	0.15	3	38.5 38.3 38.2 38.3 38.4	38.34	0.11
4	44.9 44.9 44.9 44.8 44.7	44.84	0.09	4	38.3 38.5 38.5 38.6 38.4	38.46	0.11
5	45.1 45.1 45.9 45.1 46.0	45.04	0.09	5	38.3 38.4 38.5 38.4 38.6	38.44	0.11
6	45.2 45.5 45.2 45.0 45.3	45.24	0.18	6	38.1 38.1 37.9 37.9 37.9	37.98	0.11
7	45.5 45.4 45.1 45.3 45.2	45.30	0.18	7	38.2 38.2 38.1 38.2 38.0	38.14	0.09
8	45.2 45.3 45.5 45.4 45.4	45.36	0.11	8	37.9 38.0 38.0 38.1 38.2	38.04	0.11
9	45.5 45.3 45.3 45.2 45.0	45.26	0.18	9	38.0 38.1 38.1 38.2 37.8	38.04	0.15
10	45.4 45.4 45.4 45.2 45.5	45.38	0.11	10	38.0 37.9 37.9 38.1 38.0	37.98	0.08
11	45.4 45.2 45.3 45.4 45.2	45.30	0.10	11	38.1 37.8 38.2 38.1 38.1	38.06	0.15
12	45.3 45.4 45.1 45.3 45.2	45.26	0.11	12	38.0 37.9 37.9 37.8 37.9	37.90	0.07
13	45.3 45.4 45.5 45.2 45.3	45.34	0.11	13	38.1 38.1 38.0 38.0 38.0	38.04	0.05
14	45.3 45.3 45.2 45.4 45.3	45.30	0.07	14	38.0 38.0 38.0 38.2 38.0	38.04	0.09
15	45.3 45.2 45.2 45.3 45.5	45.30	0.12	15	38.1 38.1 38.1 38.0 38.1	38.08	0.04

TABLEAU 1 bis
Analyse statistique de la chaîne analyse. A partir des résultats bruts, les différents critères statistiques (décalage, incohérence, écart et répétabilité) ont été calculés pour chacun des quinze laboratoires.

	LAIT A	LAIT B	LAIT C	LAIT D	MOYENNE	Décalage	Incohérence	Ecart	Répétabilité
LABO 1	48.48	45.18	42.40	37.86	43.480	-0.217	0.113	0.245	0.288
LABO 2	48.50	45.50	42.50	38.00	43.625	-0.072	0.192	0.205	0.000
LABO 3	48.96	45.62	42.80	38.34	43.930	+0.233	0.086	0.249	0.125
LABO 4	49.96	44.84	41.96	38.46	43.805	+0.108	0.672	0.661	0.119
LABO 5	51.24	46.04	42.94	38.44	44.665	+0.968	0.820	1.269	0.119
LABO 6	48.60	45.24	42.48	37.98	43.575	-0.122	0.096	0.155	0.143
LABO 7	48.54	45.30	42.40	38.14	43.595	-0.102	0.138	0.172	0.167
LABO 8	48.54	45.36	42.46	38.04	43.600	-0.097	0.136	0.166	0.114
LABO 9	48.64	45.26	42.46	38.04	43.600	-0.097	0.080	0.125	0.175
LABO 10	48.56	45.38	42.52	37.98	43.610	-0.087	0.142	0.165	0.116
LABO 11	48.60	45.30	42.46	38.06	43.605	-0.092	0.102	0.137	0.142
LABO 12	48.60	45.26	42.40	37.90	43.540	-0.157	0.079	0.175	0.097
LABO 13	48.70	45.34	42.48	38.04	43.640	-0.057	0.068	0.083	0.120
LABO 14	48.48	45.30	42.40	38.04	43.555	-0.142	0.143	0.201	0.127
LABO 15	48.62	45.30	42.50	38.08	43.625	-0.072	0.105	0.127	0.121
	48.868	45.348	42.477	38.093	43.6967				



GRAPHIQUE 1

Représentation graphique des résultats du tableau 1bis.

négligeables par rapport à σ^2 , car sinon il serait impossible d'estimer la répétabilité des résultats des laboratoires qui pour chacun des laits annonceront souvent n résultats identiques comme cela fut le cas pour le laboratoire 2 de notre exemple. Ainsi pour la matière grasse nous avons insisté auprès de chacun des laboratoires pour que chaque résultat soit exprimé au dixième de gramme près.

Pour s'assurer de l'indépendance des variables aléatoires ε_{ijk} il faudra particulièrement veiller à ce que les différentes répétitions d'analyses soient effectuées de sorte que chacune d'elles n'ait aucune influence sur les autres. Cela est sans doute plus difficile qu'il y paraît de prime abord; en effet, comment un opérateur lisant consécutivement n niveaux de matière grasse dans n butyromètres remplis initialement par un même lait, peut-il ne pas être tenté d'annoncer n résultats identiques? Pour la matière sèche, une solution à ce type de problème peut être apportée en n'effectuant les calculs qui produiront les résultats qu'après avoir réalisé toutes les pesées.

Le fait que l'écart-type des mesures ne dépende pas du niveau (de la valeur du lait) ne semble pas pouvoir être remise en cause pour des analyses chimiques du lait. Ce ne serait pas le cas pour des analyses bactériologiques, mais alors comme il est précisé en [6], en faisant subir aux résultats une transformation adéquate, on pourrait se situer également dans le cadre d'homocédasticité (égalité des variances). On pourra s'assurer que les variances des erreurs de mesure sont homogènes d'un laboratoire à l'autre en mettant en œuvre le test de Bartlett, qui permet de comparer les s_i^2 .

On notera s^2 l'estimation de σ^2 .

$$s^2 = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p s_i^2$$

Sous l'hypothèse citée ci-dessus, on sait que β suit approximativement la loi du χ^2 à $(p-1)$ degrés de liberté, où β est définie par l'égalité ci-dessus.

$$\beta = \left(\frac{3p(q(n-1))^2}{3pq(n-1) + p + 1} \right) \left(p \ln(s^2) - \sum_{i=1}^p \ln(s_i^2) \right)$$

On rejettera donc, au seuil α , l'hypothèse d'homocédasticité dès que β sera supérieur à $\chi_{p-1, \alpha}^2$, α fractile supérieur d'ordre α de la loi du χ^2 à $p-1$ degrés de liberté. Et dans ce cas, nous éliminerons le(s) laboratoire(s) responsable(s) de l'hétérogénéité des variances.

Dans l'exemple cité précédemment, il est impossible d'appliquer le test de Bartlett à l'ensemble des 15 laboratoires, le laboratoire 2 ayant fourni pour chacun des 4 laits 5 résultats identiques; cela est sans doute dû à des résultats exprimés de manière trop imprécise, au demi-gramme près. Le test appliqué aux quatorze autres laboratoires conduit au rejet de l'hypothèse d'homogénéité des variances; en effet β , qui vaut 38.06, est nettement supérieur à $\chi_{13, 0.05}^2$, qui vaut 22.36, le seuil de signification de β est ici de l'ordre de 3%. Par contre si on applique le test de Bartlett aux laboratoires numérotés de 3 à 15, on est conduit à accepter l'hypothèse, puisque β qui vaut 9.99 est alors nettement inférieur à $\chi_{12, 0.05}^2$ qui vaut 21.03.

Il y a lieu de rappeler ici les principes de test d'absence de l'un ou l'autre ou même des deux effets considérés. Le lecteur trouvera une justification mathématique des formules ci-dessous en [5] par exemple.

2.1. Test d'absence d'effet total interlaboratoires

Pour tester l'absence d'effet total interlaboratoires, on utilise le fait que si tous les A_i et tous les C_{ij} sont nuls alors \hat{E}^2 suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $[q(p-1), (n-1)pq]$ où \hat{E}^2 est définie par :

$$\hat{E}^2 = \frac{nq \sum_{i=1}^p \hat{E}_i^2}{q(p-1)s^2}$$

Ainsi au seuil α , on rejette l'hypothèse d'absence d'effet total interlaboratoires dès que \hat{E}^2 sera plus grand que le fractile supérieur d'ordre α de la loi de Fisher correspondante.

Ainsi dans notre exemple après élimination des laboratoires 1 et 2, \hat{E}^2 vaut 56.89, on rejetterait donc cette hypothèse avec un seuil de signification inférieur à 10^{-95} .

2.2. Test d'absence d'interaction

Pour tester l'absence d'interaction, on utilise le fait que si tous les \hat{C}_{ij} sont nuls, alors \hat{C}^2 suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $[(p-1)(q-1), (n-1)pq]$ où \hat{C}^2 est définie par :

$$\hat{C}^2 = \frac{nq \sum_{i=1}^p \hat{C}_i^2}{(p-1)(q-1)s^2}$$

Ainsi, au seuil α , on rejette l'hypothèse d'absence d'interaction dès que \hat{C}^2 sera plus grand que le fractile supérieur d'ordre α de la loi de Fisher correspondante.

Ainsi avec les données précédentes, \hat{C}^2 vaut 40.18, on rejeterait donc l'hypothèse avec un seuil de signification inférieur à 10^{-74} .

2.3. Test d'absence d'effet systématique interlaboratoires

Pour tester l'absence d'effet systématique interlaboratoires, on utilise le fait que, si tous les A_i sont nuls alors \hat{A}^2 suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $[(p-1), (n-1)pq]$ où \hat{A}^2 est définie par :

$$\hat{A}^2 = \frac{nq \sum_{i=1}^p \hat{A}_i^2}{(p-1)s^2}$$

Remarquons que si l'on a admis l'absence d'interaction, ce test revient à tester l'absence d'effet total interlaboratoires.

Ainsi, avec les données précédentes \hat{A}^2 vaut 12.40 (quand on ne retient que les laboratoires 3 et 6 à 15, il n'y a alors plus d'interaction significative), on rejeterait donc cette hypothèse avec un seuil de signification inférieur à 10^{-15} .

Ces tests ne fournissent d'informations que globalement sur l'ensemble des laboratoires, en particulier dans le cas où l'un des tests ci-dessus conduit au rejet de l'hypothèse testée, nous ne connaissons pas le(s) laboratoire(s) responsable(s) de ce rejet. La technique que nous allons développer maintenant vise à permettre un traitement laboratoire par laboratoire.

2.4. Calcul de la cible

Sous l'hypothèse d'absence d'effet total interlaboratoires, on peut montrer que, pour tout i , la variable aléatoire $\frac{npq \hat{E}_i^2}{(p-1)q s^2}$ suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $(q, (n-1)pq)$.

Sous l'hypothèse d'absence d'interaction, on peut montrer que, pour tout i , la variable aléatoire $\frac{npq \hat{C}_i^2}{(p-1)(q-1) s^2}$ suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $(q-1, (n-1)pq)$.

Enfin, sous l'hypothèse d'absence d'effet systématique interlaboratoires on peut montrer que, pour tout i , la variable aléatoire $\frac{npq \hat{A}_i^2}{(p-1) s^2}$ suit la loi de Fisher de couple de degrés de liberté $(1, (n-1) pq)$.

Soit un seuil α ($\alpha \in [0, 1]$, α est proche de 0), nous noterons respectivement V_α , V'_α et V''_α les α -quantiles supérieurs de la loi de Fisher de couples de degrés de liberté respectifs $[q, (n-1)pq]$, $[q-1, (n-1)pq]$ et $[1, (n-1)pq]$.

On appellera cible (de risque α) l'ensemble des points du demi-plan supérieur, d'abscisse x et d'ordonnée y tels que :

$$\begin{aligned} \sqrt{x^2 + y^2} &\leq s \sqrt{\frac{p-1}{np}} V_\alpha \\ y &\leq s \sqrt{\frac{(p-1)(q-1)}{npq}} V'_\alpha \\ |x| &\leq s \sqrt{\frac{(p-1)}{npq}} V''_\alpha \end{aligned}$$

Alors sous l'hypothèse d'absence d'effet systématique interlaboratoires et d'absence d'interaction, il y a une forte probabilité (légèrement inférieure à $1-\alpha$) pour que le laboratoire i soit représenté dans la cible de risque α . Ce laboratoire en sera d'autant plus éloigné qu'il contribuera à ce que ces hypothèses ne soient pas réalisées.

La cible a toujours la forme d'un rectangle "écorné" aux deux coins supérieurs. Cela résulte des inégalités suivantes :

$$\begin{aligned} (q-1)V'_\alpha + V''_\alpha &> q V_\alpha \\ V''_\alpha &< q V_\alpha \\ (q-1) V'_\alpha &< q V_\alpha \end{aligned}$$

Enfin il faut remarquer que les dimensions de cette zone augmentent quand α diminue et sont proportionnelles à s , l'estimation de l'écart-type de l'erreur de mesure supposé commun à tous les laboratoires.

Reprenons les données du tableau 1. Après avoir éliminé les laboratoires 1 et 2 qui ne satisfont pas l'hypothèse d'homocédasticité (tableau 2), nous pouvons visualiser (graphique 2) les laboratoires qui ne satisfont pas aux hypothèses énoncées ci-dessus; pour cela nous avons représenté les deux cibles pour les risques 5% et 1%. Les laboratoires 3, 4 et 5 se distinguent fortement des autres; quoique minoritaires ils provoquent une modification suffisamment importante de la moyenne de résultats pour qu'aucun laboratoire n'atteigne la cible. Ces 3 laboratoires étant éliminés (Tableau 3 et graphique 3) on constate que tous sont représentés à l'intérieur de la cible, ce qui est tout-à-fait cohérent avec le fait qu'aucun des 3 tests d'analyse de la variance énoncés plus haut ne conduit aux rejets des hypothèses.

Il nous semble qu'une telle représentation complète agréablement les méthodes classiques d'essais interlaboratoires proposées en [1].

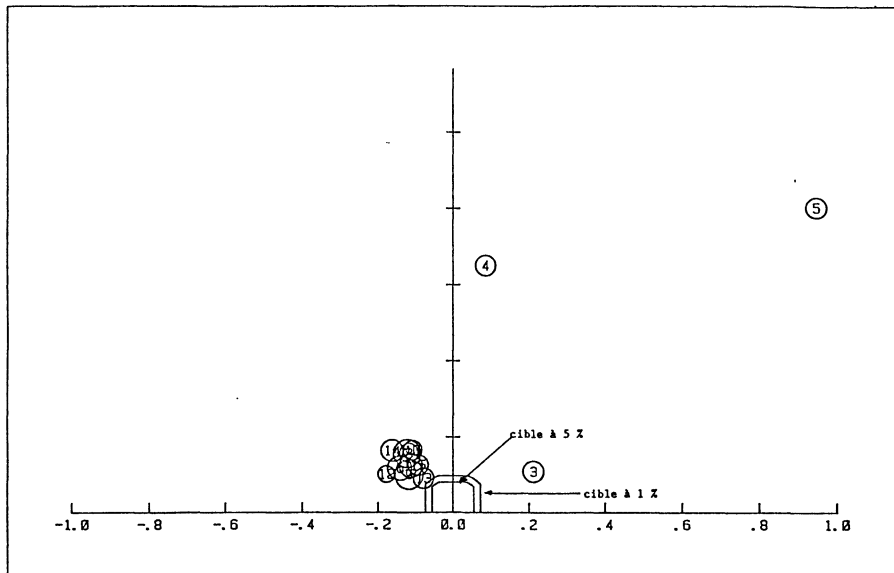
TABLEAU 2

Après élimination des laboratoires 1 et 2 (dont les répétabilités étaient aberrantes), on obtient de nouvelles valeurs pour tous les critères statistiques à l'exception de la moyenne et de la répétabilité. L'ensemble des répétabilités est très homogène.

	LAIT A	LAIT B	LAIT C	LAIT D	MOYENNE	Décalage	Incohérence	Essai	Répétabilité
LABO 3	48.96	45.62	42.80	38.34	43.930	+0.211	0.108	0.237	0.125
LABO 4	49.96	44.84	41.96	38.46	43.805	+0.086	0.649	0.655	0.119
LABO 5	51.24	46.04	42.94	38.44	44.665	+0.946	0.801	1.239	0.119
LABO 6	48.60	45.24	42.48	37.98	43.575	-0.144	0.117	0.185	0.143
LABO 7	48.54	45.30	42.40	38.14	43.595	-0.124	0.156	0.199	0.167
LABO 8	48.54	45.36	42.46	38.04	43.600	-0.119	0.158	0.197	0.114
LABO 9	48.64	45.26	42.46	38.04	43.600	-0.119	0.100	0.155	0.175
LABO 10	48.56	45.38	42.52	37.98	43.610	-0.109	0.165	0.197	0.116
LABO 11	48.60	45.30	42.46	38.06	43.605	-0.114	0.123	0.168	0.142
LABO 12	48.60	45.26	42.40	37.90	43.540	-0.179	0.101	0.205	0.097
LABO 13	48.70	45.34	42.48	38.04	43.640	-0.079	0.090	0.120	0.120
LABO 14	48.48	45.30	42.40	38.04	43.555	-0.164	0.163	0.231	0.127
LABO 15	48.62	45.30	42.50	38.08	43.625	-0.094	0.125	0.157	0.121
	48.926	45.349	42.482	38.118	43.7188				

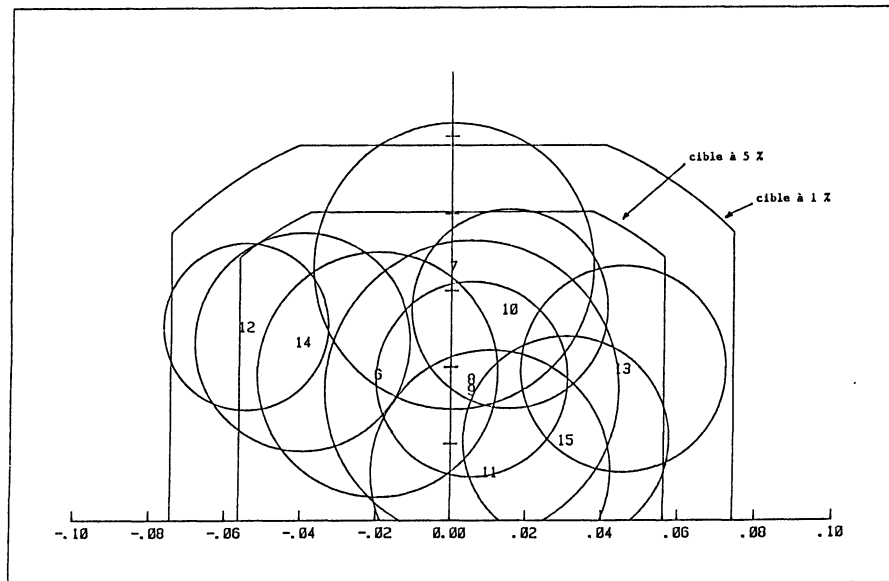
TABLEAU 3
Analyse statistique des résultats des laboratoires 6 à 15. Tous les décalages et toutes les incohérences sont très faibles.

	LAIT A	LAIT B	LAIT C	LAIT D	MOYENNE	Décalage	Incohérence	Ecart	Réparabilité
LABO 6	48.60	45.24	42.48	37.98	43.575	-0.020	0.038	0.043	0.143
LABO 7	48.54	45.30	42.40	38.14	43.595	+0.001	0.066	0.066	0.167
LABO 8	48.54	45.36	42.46	38.04	43.600	+0.006	0.037	0.037	0.114
LABO 9	48.64	45.26	42.46	38.04	43.600	+0.006	0.034	0.034	0.175
LABO 10	48.56	45.38	42.52	37.98	43.610	+0.016	0.055	0.057	0.116
LABO 11	48.60	45.30	42.46	38.06	43.605	+0.011	0.013	0.016	0.142
LABO 12	48.60	45.26	42.40	37.90	43.540	-0.055	0.051	0.074	0.097
LABO 13	48.70	45.34	42.48	38.04	43.640	+0.046	0.039	0.060	0.120
LABO 14	48.48	45.30	42.40	38.04	43.555	-0.040	0.047	0.061	0.127
LABO 15	48.62	45.30	42.50	38.08	43.625	+0.031	0.021	0.037	0.121
	48.588	45.304	42.456	38.090	43.5945				



GRAPHIQUE 2

Représentation graphique des résultats du tableau 2. Les laboratoires 3, 4 et 5 se distinguent par un fort décalage positif. De plus, les laboratoires 4 et 5 sont fortement incohérents. Aucun des 13 laboratoires n'atteint les cibles à 5% et à 1%.



GRAPHIQUE 3

Représentation graphique des résultats du tableau 3. Tous les laboratoires atteignent la cible à 5% (et a fortiori la cible à 1%).

3. Quelques remarques

Notre méthode se distingue de celle présentée par Flesselles [3] sur les deux points suivants :

- a) nos graphiques visualisent la répétabilité de chacun des laboratoires,
- b) le calcul de la cible est basé uniquement sur l'estimation de l'écart-type de répétabilité supposé commun à tous les laboratoires.

La procédure explicitée ci-dessus doit être utilisée avec une certaine prudence. Il faudra particulièrement veiller à ce que les laboratoires soient suffisamment nombreux pour que la moyenne des résultats (qui va servir de référence pour tester les décalages) soit fiable; une douzaine de laboratoires est un minimum pour mettre en œuvre ces tests. Et même dans ce cas, un laboratoire fortement décalé aura une influence non négligeable sur cette moyenne : il "attirera" vers lui la cible. D'autre part, il faut remarquer que lors de l'élimination des laboratoires "aberrants", la moyenne des résultats va évoluer, la cible va se déplacer, mais par contre les décalages relatifs entre les laboratoires resteront constants. Il n'en est pas de même pour l'incohérence : l'élimination d'un laboratoire incohérent a généralement (mais non systématiquement) tendance à faire diminuer l'incohérence des autres laboratoires.

Les laboratoires n'apparaissent pas toujours aussi proches de la cible que dans l'exemple 1. Dans tous les cas d'analyses de la matière protéique que nous avons traités les laboratoires présentent d'importants décalages et sont donc très éloignés de la cible. Cela est dû au fait que l'écart-type de reproductibilité est nettement supérieur à l'écart-type de répétabilité (pour l'interprétation de ces notions, voir [4]).

Comme nous l'avons précisé plus haut, la taille de la cible est proportionnelle à l'estimation de l'écart-type de l'erreur de mesure. Ce sont donc les laboratoires participant à la chaîne d'analyse qui, par leurs résultats, déterminent la taille de cette cible. Il est donc indispensable que les méthodes d'analyses soient définies le plus précisément possible. Dans notre cas, nous nous sommes référés à l'ouvrage de l'AFNOR [1].

L'application de cette méthode d'analyse à des échantillons de lait nécessite quelques précautions. Il est en particulier indispensable de vérifier que la façon dont seront constitués les échantillons assure une homogénéité de leur composition chimique. Il est en effet particulièrement difficile de réaliser des échantillons de lait présentant exactement le même taux de matière grasse. Nous nous sommes assurés que le LABILAIT produisait de tels échantillons en réalisant une chaîne d'analyse fictivement interlaboratoires (toutes les analyses étant réalisée par le même laboratoire) où étaient déterminés le taux de matière grasse et le taux de matière sèche. Il était donc possible de calculer pour chaque échantillon le taux de matière sèche non-grasse. Comme ce taux varie très peu quelle que soit la manière de constituer les échantillons, d'éventuels écarts ne pouvaient être dus qu'à une hétérogénéité de la composition chimique des échantillons issus d'un même lait.

Nous avons écrit un logiciel, appelé CIBLE, qui permet la saisie des résultats de la chaîne d'analyse. Il effectue les calculs statistiques présentés ci-dessus. Il produit les graphiques du type de ceux accompagnant ce document. Il fonctionne sur compatible IBM-PC relié à une table traçante compatible HP 7445.

La méthode que nous venons de décrire a l'agréable avantage de présenter les résultats sous forme graphique. Mais le lecteur de tels graphiques devra veiller à ne pas

y voir plus que ce qui est statistiquement significatif. Elle peut s'appliquer à d'autres données que celles d'analyses de lait. Et même elle peut être mise en œuvre pour toute visualisation des résultats d'une analyse de la variance.

Remerciements

Que soient ici remerciés Messieurs Lapied et Honoré du Labillait qui sont à l'initiative de ce problème et Jean-Pierre Raoult qui nous a apporté ses critiques et ses conseils.

Bibliographie

- [1] AFNOR (1970) Fidélité d'une méthode d'essai. Guide pour les essais interlaboratoires NF X 06 041.
- [2] AFNOR (1980) *Lait et produits laitiers : méthodes d'analyses*.
- [3] J. FLESSELLES (1980) Un mode de présentation des résultats d'essais comparatifs entre laboratoires portant sur l'évaluation de la qualité d'une méthode de mesure. *Revue de Statistique Appliquée* Vol. XXVIII n° 3.
- [4] R. GRAPPIN (1976) Guide pour l'évaluation des méthodes d'analyses de routine. *Le LAIT* Tome LVI n° 559-560.
- [5] H. SCHEFFE (1959) *The Analysis of Variance*. J. Wilhey.
- [6] H. PROST; B. HUGUES (1983) Conditions d'application des tests statistiques de signification aux dénombrements microbiens effectués en milieu solide. *Ann. Fals. Exp. Chim.* 76 n° 816 p. 111-118.