

Dossier N°: 2010.970.09.810

Rapport N° RE.10.970.005

ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES

CAMPAGNE 2010

ESSAIS SUR BITUMES

RAPPORT D'ÉVALUATION

**Bitumes et liants bitumineux
Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille.**

**Bitumes et liants bitumineux
Détermination de la température de ramollissement
Méthode bille et anneau**

M. BERRADA

Directeur du LPEE/LNM

SOMMAIRE

I – Références bibliographiques

II – Introduction

III Organisation et préparation

IV Liste des laboratoires participants

V Pénétrabilité à l'aiguille

V-1 Présentation des résultats

V-2 Représentations graphiques statistiques de Mendel

V-3 Représentations graphiques statistiques de Mendel – deuxième itération

V-4 Test de Cochran

V-5 Test de Grubbs

V-6 Calcul de Sr et SR

VI Point de ramollissement

VI-1 Présentation des résultats

VI-2 Représentations graphiques statistiques de Mendel

VI-3 Test de Cochran

VI-4 Test de Grubbs

VI-5 Calcul de Sr et SR

I – Références bibliographiques

Les méthodes et les tables statistiques utilisées sont décrites dans la norme ISO 5725-2(1994)

Procédure **PRG.970.4** indice 01 du 20/09/2006, Essais inter (intra) laboratoires. Traitement et validation des résultats d'essais.

Les normes utilisées dans le présent rapport sont :

- Normes de qualité et de statistique :

- **ISO/CEI 17025(2005)**, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

- **ISO/CEI 17011(2005)**, Evaluation de la conformité – Exigences générales pour les organismes d'accréditation procédant à l'accréditation d'organismes d'évaluation de la conformité.

- **ISO/CEI 5725-1(1994)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie1 : Principes généraux et définitions.

- **ISO/CEI 5725-2(1994)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie2 : Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.

- **ISO/CEI 5725-3(1994)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie3 : Mesure intermédiaire de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.

- **ISO/CEI 5725-4(1994)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie4 : Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée.

- **ISO/CEI 5725-5(1998)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie5 : Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.

- **ISO/CEI 5725-6(1994)**, Application de la statistique. Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures. Partie6 : Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude.

ISO/TR 22971(2005), Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure. Lignes directrices pratiques pour l'utilisation de l'ISO 5725-2:1994 pour la conception, la mise en œuvre et l'analyse statistique des résultats de répétabilité et de reproductibilité interlaboratoires.

ISO/TS 21748(2004), Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimation de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.

ISO/CEI 17043(2010), Evaluation de la conformité Exigences générales concernant les essais d'aptitude.

- Normes sur les bitumes :

EN 1426(1999), Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille.

EN 1427(1999), Bitumes et liants bitumineux – Détermination de la température de ramollissement Méthode bille et anneau.

II – Introduction

La fonction d'un laboratoire, d'essais ou d'analyse, est de produire des résultats d'essais. Ceux-ci peuvent aussi servir à la conception de nouveaux produits qu'à la vérification de la conformité d'un produit à des spécifications données.

Dans ces deux cas, il est nécessaire que les résultats produits soient fiables, c'est-à-dire répétables (le laboratoire répète l'essai trouve le même résultat) et reproductible (un autre laboratoire de même niveau de qualité trouve un résultat comparable).

Pour apporter la preuve de cette fiabilité, un laboratoire peut entreprendre une démarche à plusieurs niveaux.

Une première étape consiste à faire évaluer l'activité du laboratoire par un organisme extérieur en vue de vérifier la conformité de la conduite de l'activité par rapport à un référentiel (ISO/CEI 17025).

L'accréditation du laboratoire représente le niveau supérieur de qualité.

Un laboratoire accrédité conforme à la norme ISO/CEI 17025 **doit disposer de procédures de maîtrise de la qualité pour surveiller la validité des essais et des étalonnages entrepris..... Cette surveillance doit être planifiée et revue et peut inclure, sans s'y limiter, les éléments suivants :**

- a)
- b) **Participation à des programmes de comparaisons entre laboratoires ou d'essais d'aptitude;**
- c) (extrait de l'ISO/CEI 17025)

L'organisme d'accréditation doit établir des procédures afin de prendre en compte, durant les évaluations et le processus de prise de décision, la participation du laboratoire à des essais d'aptitude et les résultats de ceux-ci (extrait de l'ISO/CEI 17011).

En résumé nous pouvons dire que :

1- L'accréditation a pour but d'attester de la compétence des organismes à réaliser des activités spécifiques d'évaluation de la conformité.

2- Les comparaisons inter laboratoires sont des moyens fiables et performants pour attester de cette compétence.

Comparaison inter laboratoires:

Organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou sur des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées (3.4 ISO/CEI 17043).

Les objectifs typiques des comparaisons inter laboratoires comportent:

- a) l'évaluation des performances des laboratoires pour des essais ou des mesurages spécifiques, ainsi que la surveillance du maintien des performances des laboratoires;
- b) l'identification de problèmes dans les laboratoires et le lancement d'actions d'amélioration qui peuvent, par exemple, se rapporter à des modes opératoires d'essai ou de mesure, à l'efficacité de la formation du personnel et à son encadrement, ou à un étalonnage du matériel inappropriés;
- c) la détermination de l'efficacité et la possibilité de comparer les essais ou les méthodes de mesure;
- d) l'amélioration de la confiance des clients des laboratoires;
- e) l'identification des différences entre laboratoires;
- f) la formation des laboratoires participants sur la base des résultats de ces comparaisons;
- g) la validation des revendications d'incertitude;
- h) l'évaluation des caractéristiques de performance d'une méthode, souvent décrite comme des essais inter laboratoires;
- i) l'affectation de valeurs à des matériaux de référence et l'évaluation de leur aptitude à être utilisés dans des procédures de mesure ou d'essai spécifiques; et
- j) une aide aux déclarations d'équivalence des mesures des instituts nationaux de métrologie par l'intermédiaire de «comparaisons clés» et de comparaisons supplémentaires effectuées pour le compte du Bureau international des poids et mesures (BIPM) et des organismes régionaux de métrologie associées.

Les objectifs attendus par cette comparaison se rapportent aux points a), b) d), e) et f) précités.

L'organisation de cette campagne entre dans le cadre des missions que le comité qualité du LPEE a confié au LNM. la préparation, l'organisation et l'exploitation des essais d'inter-comparaison. Le LPEE/LNM peut, pour la réussite de cette mission peut s'appuyer sur la logistique qui lui est offerte par les laboratoires d'essai du LPEE.

Le présent rapport est un compte rendu de l'organisation, par le LPEE/LNM, de la deuxième campagne d'essai d'aptitude sur les bitumes et des résultats obtenus à cette occasion.

Il n'entre pas dans les attributions du LPEE/LNM de distribuer de bons ou mauvais points, mais de fournir un moyen objectif pour l'évaluation de la performance des laboratoires au sens de l'ISO/CEI 5725-6.

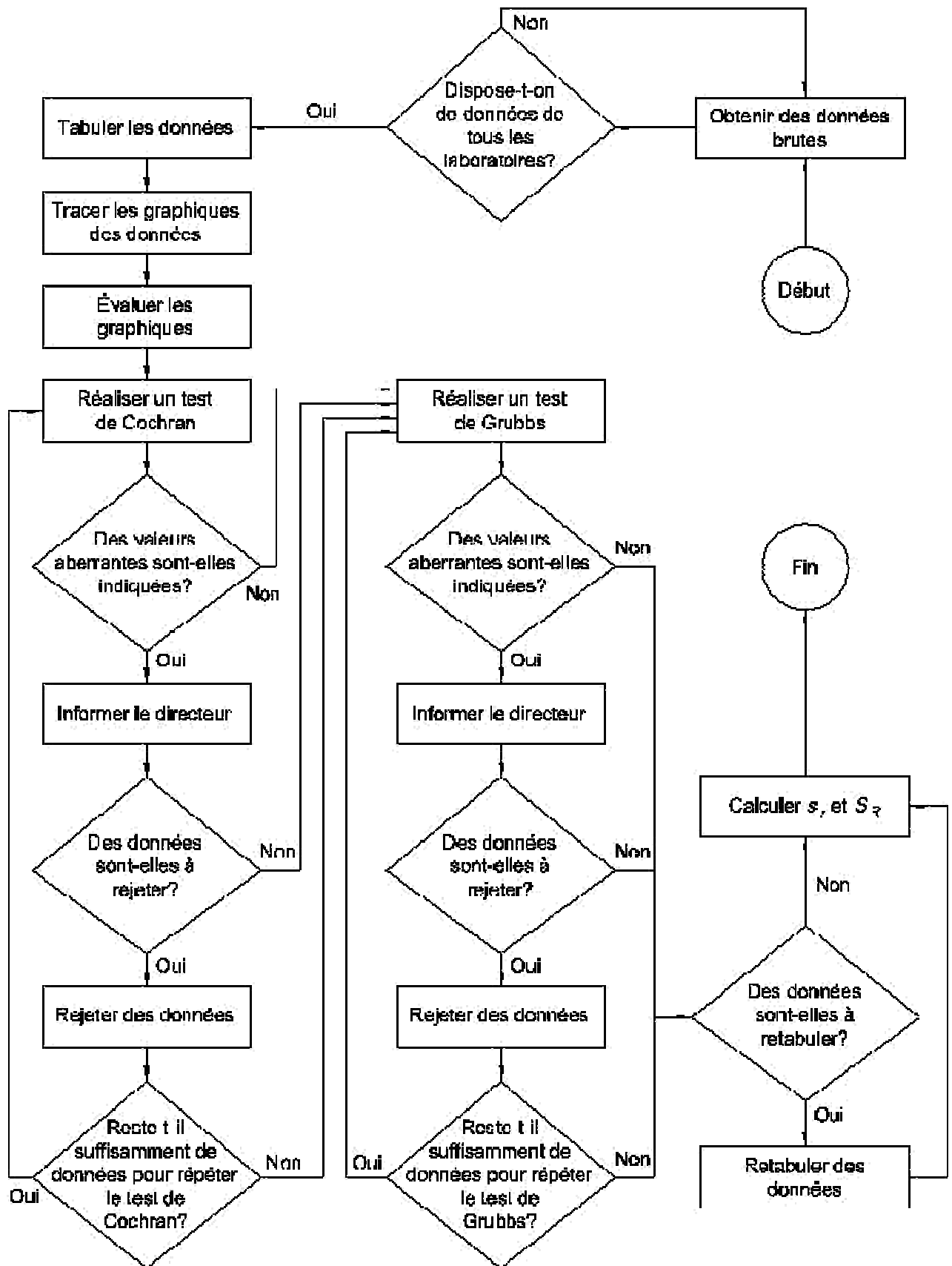
Pour assurer l'anonymat des laboratoires participants, ni les références des participants, ni le détail des valeurs numériques (individuelles ou moyennes) obtenues par chacun d'eux ne sont fournis dans ce rapport.

Le processus suivi dans le traitement des résultats et l'ordre dans l'application des tests statistiques sont donnés dans le logigramme présenté ci après.

Les résultats sont d'abord présentés sous forme d'histogramme ce qui permet de constituer une image instantanée des résultats.

LA STRUCTURE GENERALE DES TESTS EST :

- Si la statistique du test est inférieure ou égale à la valeur critique à 5%, la valeur testée est acceptée comme valeur correcte
- Si la statistique du test est supérieure à la valeur critique à 5% et inférieure ou égale à la valeur critique à 1%, la valeur testée est appelée valeur isolée et est signalée par *
- Si la statistique du test est supérieure à la valeur critique à 1%, la valeur testée est appelée valeur statistique aberrante et est signalée par **



Logigramme du traitement statistique des données

III Organisation et préparation :

- 1 Pour les besoins de cette campagne, le bitume pur a été prélevé auprès d'un organisme revendeur de bitume et des produits dérivés.
- 2 Des quantités de 1 kg de bitume pur de grade 40/50 ont été conditionnées dans une boîte métallique.
- 3 Les échantillons de bitume ont été préparés par le LPEE/CERIT à partir d'un seul lot.
- 4 Les échantillons ont été remis aux laboratoires participants par le LPEE/LNM
- 5 Il a été préparé plus d'échantillons que de laboratoires participants. Le surplus a été gardé par le LPEE/LNM.
- 6 La quantité de matériaux destinée aux laboratoires leur permettant d'obtenir au moins quatre échantillons pour chaque essai.
- 7 Il a été demandé à chaque laboratoire de réaliser trois essais (3 essais de PA et 3 essais du PR).

IV Liste des laboratoires participants

Désignation	Type d'essai	
	PA	PR
LPEE/CERIT (Casablanca)	X	X
LPEE/CTR-Sud (Agadir)	X	X
LPEE/CTR-Centre (Fès)	X	X
LPEE/CTR-Nord (Tanger)	X	X
LPEE/CTR-Gharb (Kenitra)	X	X
LPEE/CTR-Tensift (Marrakech)	X	X
LPEE/CTR-Oriental (Oujda)	X	X
LPEE/CTR-Centre nord (Meknès)	X	X
LPEE/CTR Tétouan	X	X
LPEE/LR SAFI	X	X

	Pénétrabilité à l'aiguille	Point de ramollissement
Nb laboratoires participants	10	10
Nb laboratoires restants après traitement des résultats	9	10

Etat des labs avant et après traitement des résultats

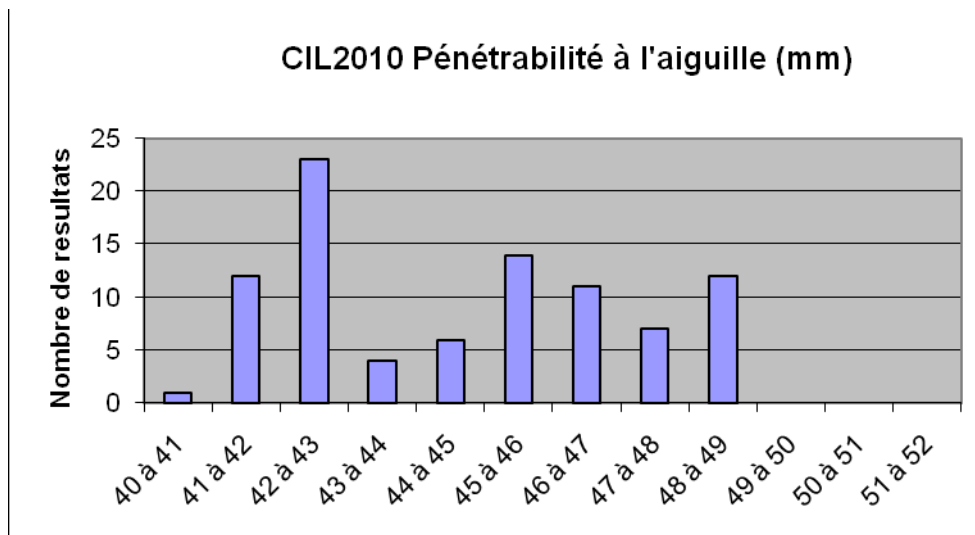
V Pénétrabilité à l'aiguille

V-1 Présentation des résultats

LABO n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
LAB1	42,0		42,6
	42,0		42,0
LAB2			
LAB3			
LAB4			
LAB5			
LAB6			
LAB7			
LAB8			
LAB9	45,0		
	44,0		
	45,0		
LAB10	45,0		
	45,0		
	44,0	46,0	

**Résultats
confidentiels**

Tableau A : PA, Résultats bruts



PA, Histogramme des résultats bruts

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	\bar{Y}_i1	\bar{Y}_i2	\bar{Y}_i3
LAB1			42,13
LAB2			47,00
LAB3			47,00
LAB4			
LAB5			
LAB6			
LAB7			
LAB8	45,33		
LAB9	44,67		
LAB10	44,67		

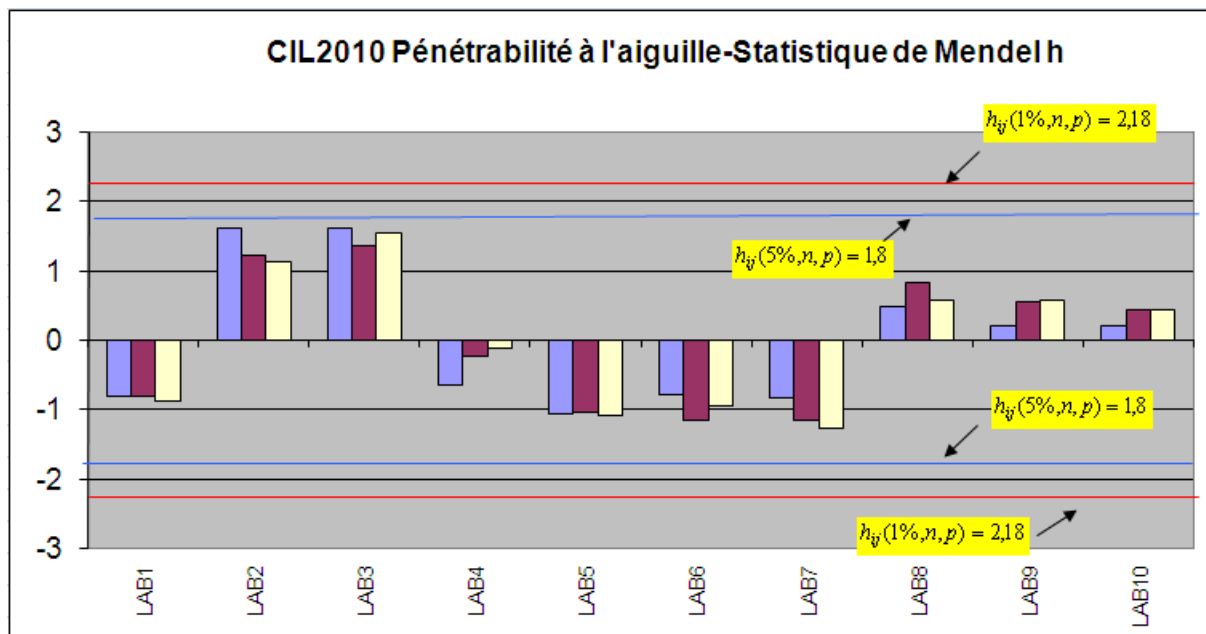
Tableau B : PA, valeurs moyennes

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	S^2_{i1}	S^2_{i2}	S^2_{i3}
LAB1	0,04		0,17
LAB2	0,00		0,00
LAB3			0,00
LAB4			
LAB5			
LAB6	0,00		
LAB7	0,84		
LAB8	0,33		
LAB9	0,33		
LAB10	0,33		

Tableau C : PA, valeurs des variances

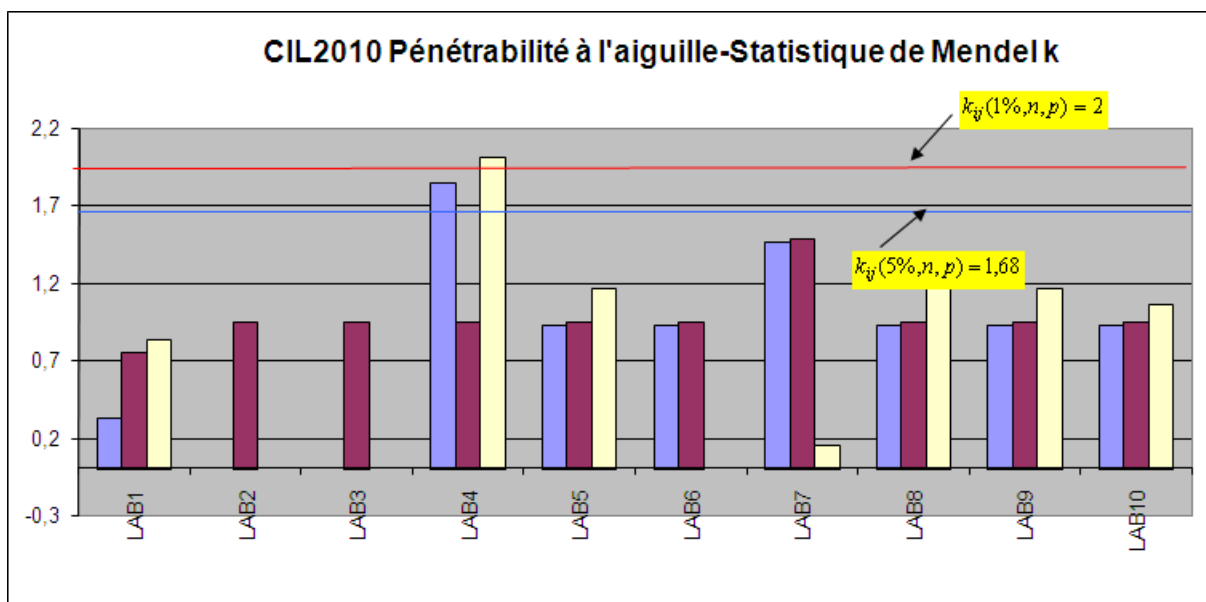
V-2 Représentations graphiques (statistique de Mendel)

Le graphe h de Mendel ne montre aucune valeur suspecte (isolée ou aberrante)



Pénétrabilité à l'aiguille – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre que laboratoire 4 présente une valeur suspecte (isolée) et une seconde valeur suspecte (aberrante) parmi ces trois résultats.



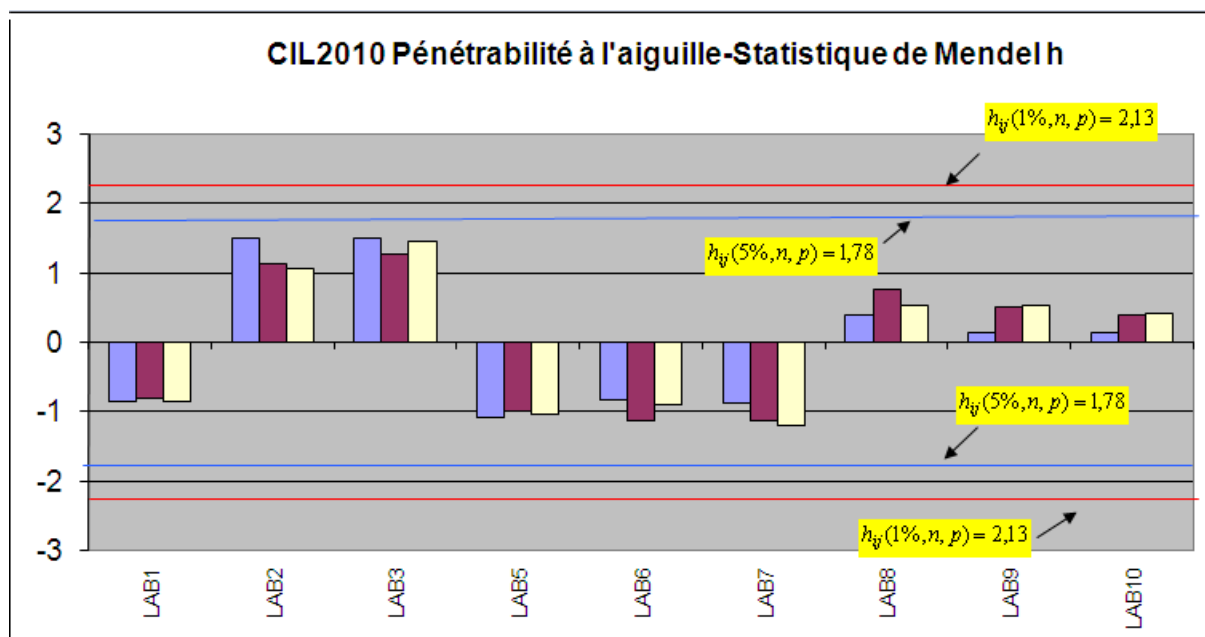
Pénétrabilité à l'aiguille – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

Nous procédons donc à l'élimination des résultats du laboratoire 4 (rappelons nous que les résultats du laboratoire 4 ont été déclarés aberrantes par la statistique h de Mendel)

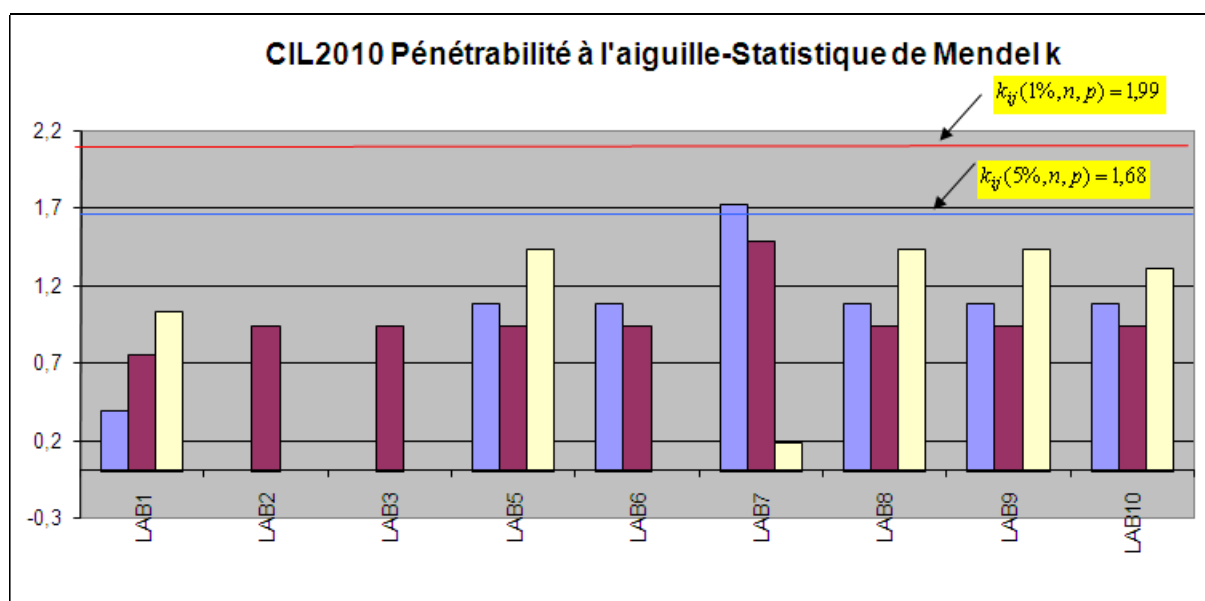
Nous allons maintenant recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants

V-3 Représentations graphiques (statistique de Mendel) deuxième itération

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux du laboratoire 4)



Pénétrabilité à l'aiguille – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté le labo 4.



Pénétrabilité à l'aiguille – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté le labo 4.

Le graphe h de Mendel ne montre aucune valeur suspecte (isolée ou aberrante) alors que Le graphe k de Mendel montre cette fois ci que le laboratoire 7 présente une valeur suspecte (isolée)

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer la valeur dite suspecte selon le graphiques k de Mendel et nous allons voir les résultats des test d'abord de Cochran puis ceux de Grubbs..

Les statistiques h et k de Mendel ne sont pas toujours discriminantes.

V-4 Test de Cochran

L'application du test de Cochran donne les résultats suivants :

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 9$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,478 pour 95 % et 0,573 pour 99%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,325	0,245	0,229
Résultat test =	Correct	Correct	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Pour chaque niveau le résultat du test de Cochran est correct, ce à quoi nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

V-5 Test de Grubbs

A $p = 9$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 2,215 pour 95 % et 2,387 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,149 pour 95 % et 0,085 pour 99%.

L'application du test de Grubbs aux moyennes donne les résultats suivants :

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,091	1,490	Statistique du test de Grubbs
2	1,123	1,259	
3	1,206	1,449	
Valeurs isolées	2,215,		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	2,387,		

Application du test de Grubbs aux moyennes.

Les résultats pour les tests simples de Grubbs, inférieur et supérieur, sont tous corrects Ce qui veut dire que pour chaque niveau aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-6 Calcul de S_r et S_R

Les écarts types de répétabilité et de reproductibilité obtenus pour chaque niveau sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Niveau	P_j	m_j	S_{rj}	S_{Rj}
1	9	44,344	0,532	2,465
2		44,319	0,612	2,566
3		44,298	0,402	2,483

Valeurs calculées de m_j , S_{rj} et S_{Rj} pour la valeur de PA.

L'examen du précédent tableau ne révèle aucune relation apparente entre d'une part l'écart types de répétabilité S_{rj} , et d'autre part l'écart types de reproductibilité S_{Rj} , avec la moyenne m_j

En conclusion, les valeurs de fidélité pour la méthode de mesure peuvent être considérées comme indépendantes du niveau du matériau et sont :

Méthode d'essai	Condition de répétabilité		Condition de reproductibilité	
	Ecart type de répétabilité S_r	limite de répétabilité r	Ecart type de reproductibilité S_R	limite de reproductibilité R
Bitume pur	0,515	1,443 3%	2,215	7,013 16%

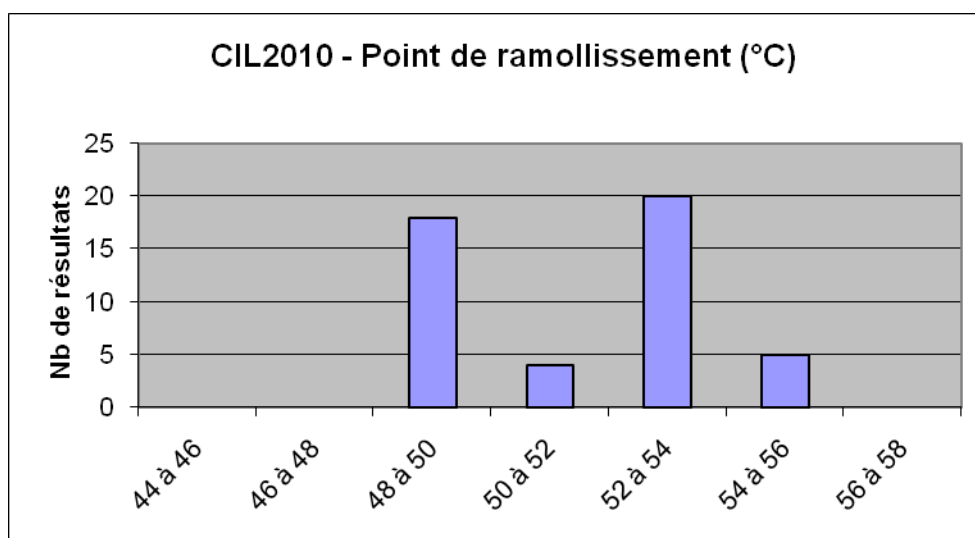
Essai de Pénétrabilité à l'aiguille		
Année	2010	2008
Nb laboratoires participants	10	8
Nb laboratoires retenus	9	8
Moyenne	44,3	45,8
r	mm	1,4
	(%)	3
R	mm	7
	(%)	16
r_{norme} (%)	2	2
R_{norme} (%)	3	3

VI Point de ramollissement

VI-1 Présentation des résultats

LABO n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
LAB1	52,4		52,4
	52,4		52,4
LAB2	48,9		48,9
	48,6		48,6
LAB3	52,0		52,0
	52,4		52,4
LAB4	52,2		52,2
	52,0		52,0
LAB5	52,0		52,0
	52,0		52,0
LAB6	52,0		52,0
	52,0		52,0
LAB7	55,0		55,0
	56,2		56,2
LAB8	53,2		53,2
	54,4		54,4
LAB9	55,0		55,0
	56,0		56,0
LAB10	49,0		49,0
	49,2		48,8

Tableau A : PR, Résultats bruts



PR, Histogramme des résultats bruts

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	Yi1\	Yi2\	Yi3\
LAB1	48,1		48,1
LAB2			48,7
LAB3			
LAB4			
LAB5			
LAB6			
LAB7			
LAB8	53,8		
LAB9	55,5		
LAB10	56,0		

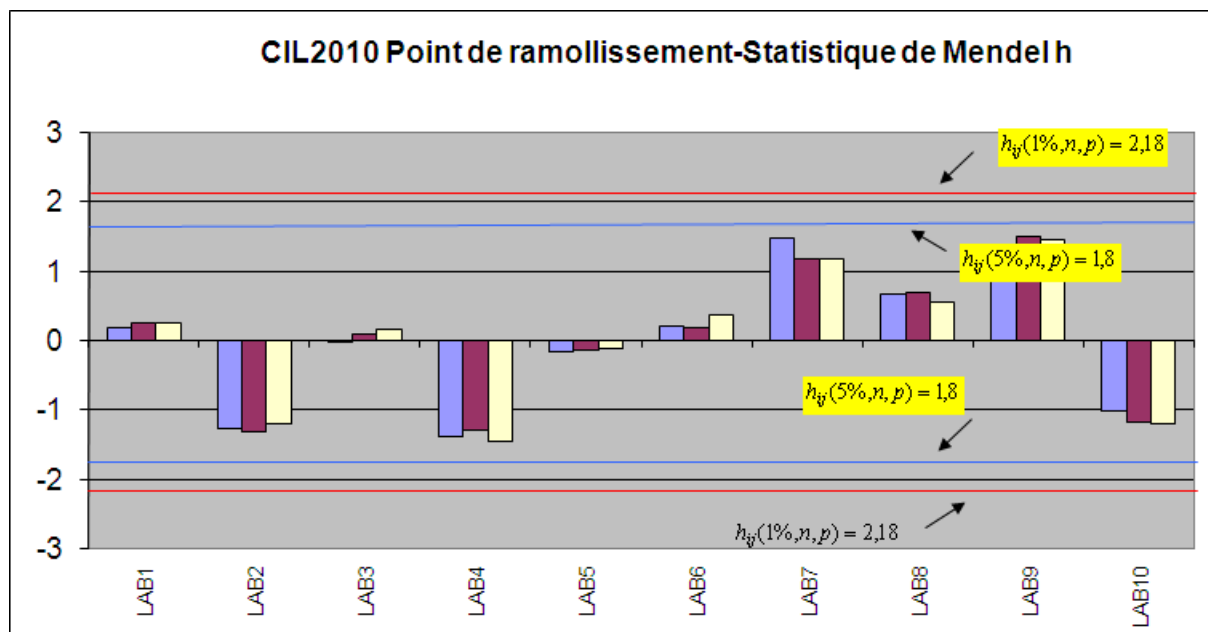
Tableau B : PR, valeurs moyennes

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	S ² i1	S ² i2	S ² i3
LAB1	0,00		0,00
LAB2			0,04
LAB3			0,08
LAB4			
LAB5			
LAB6			
LAB7			
LAB8	0,72		
LAB9	0,50		
LAB10	0,02		

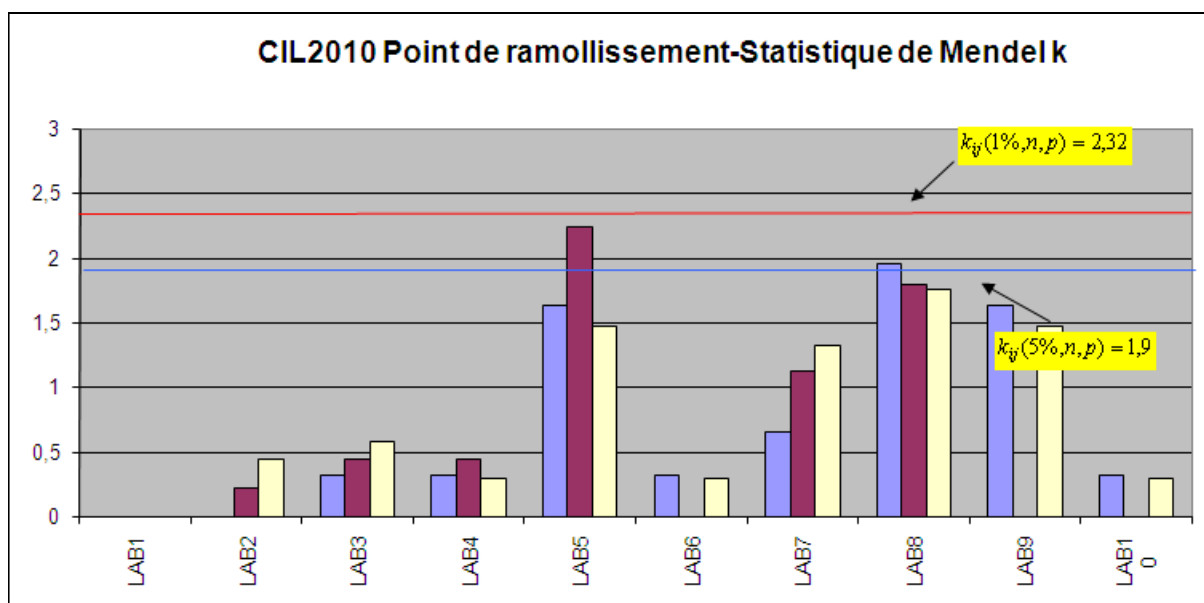
Tableau C : PR, valeurs des variances

VI-2 Représentations graphiques

Le graphe h de Mendel ne montre aucune valeur suspecte (isolée ou aberrante)



Point de ramollissement – Statistique de cohérence interlaboratoire de Mendel, h, groupée par laboratoires.



Point de ramollissement – Statistique de cohérence intralaboratoire de Mendel, k, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel, quand à lui, montre que les laboratoires 5 et 8 présentent chacun un résultat suspect (isolée).

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les valeurs dites suspectes selon le graphique k de Mendel. Nous examinerons les résultats des tests de Cochran et de Grubbs avant de se prononcer.

Les statistiques h et k de Mendel ne sont pas toujours discriminantes.

VI-3 Test de Cochran

L'application du test de Cochran donne les résultats suivants :

- Pour $n = 2$ (nb de résultat par niveau) et $p = 10$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,602 pour 95 % et 0,718 pour 99%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,383	0,505	0,312
Résultat test =	Correct	Correct	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Pour chaque niveau le résultat du test de Cochran est correct, ce à quoi nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

VI-4 Test de Grubbs

A $p = 10$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 2,290 pour 95 % et 2,482 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,186 pour 95 % et 0,115 pour 99%.

L'application du test de Grubbs aux moyennes donne les résultats suivants :

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,383	1,447	Statistique du test de Grubbs
2	1,307	1,491	
3	1,445	1,461	
Valeurs isolées	2,290		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	2,482		

Application du test de Grubbs aux moyennes.

Les résultats pour les tests simples de Grubbs, inférieur et supérieur, sont tous corrects. Ce qui veut dire que pour chaque niveau aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

VI-5 Calcul de S_r et S_R

Les écarts types de répétabilité et de reproductibilité obtenus pour chaque niveau sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Niveau	P_j	m_j	S_{rj}	S_{Rj}
1	10	51,92	0,434	2,779
2		51,87	0,315	2,780
3		51,78	0,481	2,569

Valeurs calculées de m_j , S_{rj} et S_{Rj} pour la valeur de PR.

L'examen du précédent tableau ne révèle aucune relation apparente entre d'une part l'écart types de répétabilité S_{rj} , et d'autre part l'écart types de reproductibilité S_{Rj} , avec la moyenne m_j

En conclusion, les valeurs de fidélité pour la méthode de mesure peuvent être considérées comme indépendantes du niveau du matériau et sont :

Méthode d'essai	Condition de répétabilité		Condition de reproductibilité	
	Ecart type de répétabilité S_r	limite de répétabilité r	Ecart type de reproductibilité S_R	limite de reproductibilité R
Grade 40/50	0,410	1,147 2%	2,709	7,586 15%

A ce jour, il n'y a pas eu de publication dans la norme, EN 1427, des valeurs de fidélité pour ce type de bitume.

Essai de Point de ramollissement			
Année	2010	2008	
Nb laboratoires participants	10	8	
Nb laboratoires retenus	10	6	
Moyenne	51,9	49,2	
r	°C	1,1	0,7
	(%)	2	1
R	°C	7,6	4,5
	(%)	15	9
r_{norme} (%)			
R_{norme} (%)			