

Dossier N°: 2010.970.09.811

Rapport N° RE.10.970.006

ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES

CAMPAGNE 2010

ESSAIS SUR ENROBES BITUMINEUX

RAPPORT D'ÉVALUATION

Mélanges hydrocarbonés

Essais Marshall (Stabilité et Fluage).

Détermination Masse Volumique par mesures géométriques

**Détermination masse volumique apparente par pesée
hydrostatique.**

Mélanges hydrocarbonés

Essais Duriez à chaud (Résistance à 7j sans immersion)

Détermination Masse Volumique par mesures géométriques

**Détermination masse volumique apparente par pesée
hydrostatique.**

M. BERRADA

Directeur du LPEE/LNM

SOMMAIRE

I – Références bibliographiques

II – Introduction

III Organisation et préparation

IV Liste des laboratoires participants

V Essai Marshal (Masses volumiques MVa, MVas, Stabilité et Fluage)

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 Essai Duriez à chaud (Masses volumiques MVa, MVasss et R7j)

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 inter laboratoires.

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 Mélanges bitumineux :

NF P98-251-2, Essais relatifs aux chaussées Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés
Partie 2 : Essais Marshall.

NF P98-251-1, Essais relatifs aux chaussées Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés
Partie 1 : Essais Duriez sur mélanges hydrocarbonés à chaud.

NF EN 12697-6 Mélanges bitumineux

Partie 6 : Détermination de la masse volumique apparente des éprouvettes bitumineuses.

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 première campagne d'essai d'aptitude sur les mélanges bitumineux 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.

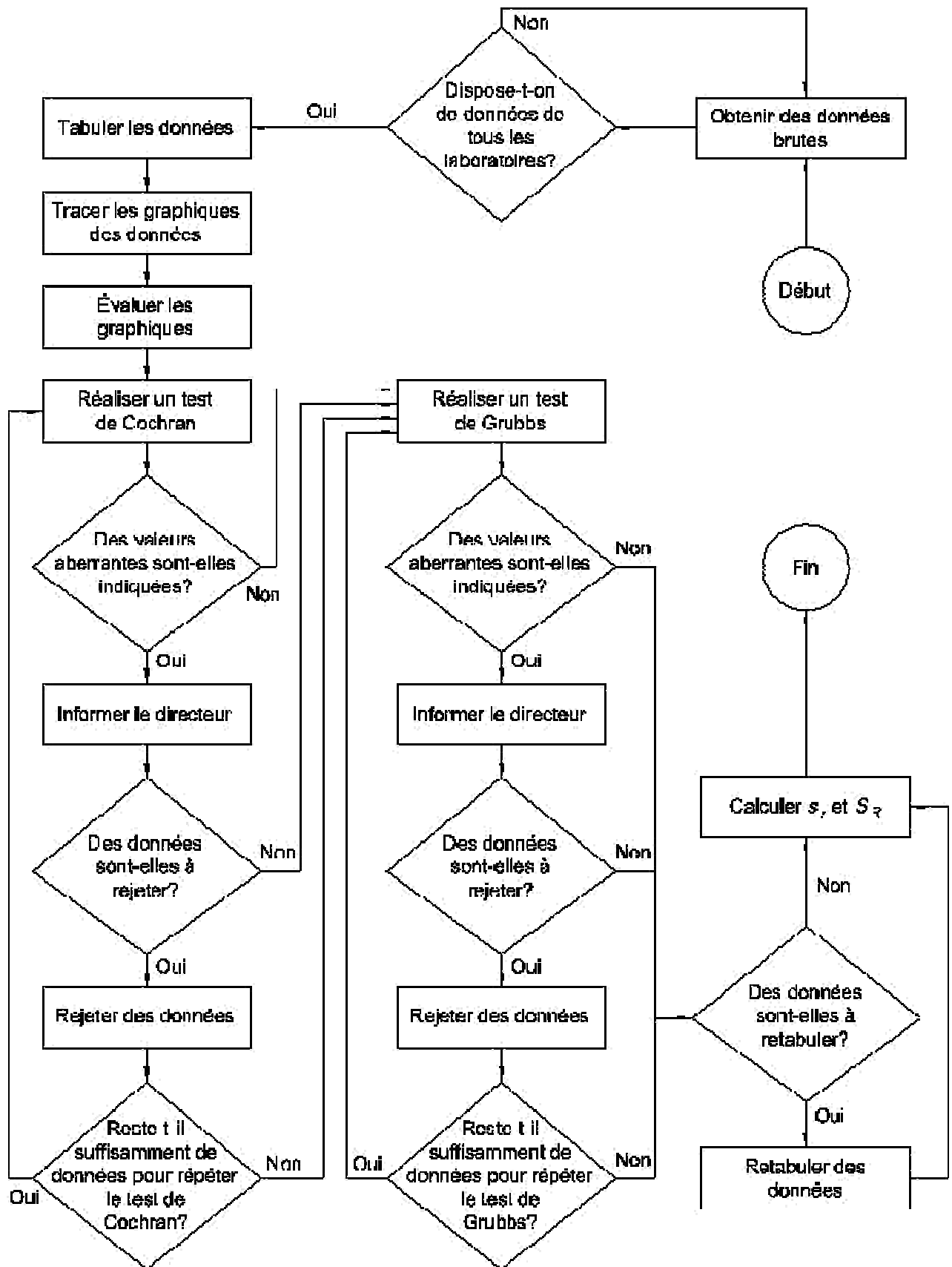
Pour assurer l'anonymat des laboratoires participants, ni les références des participants, ni le détail des valeurs numériques (individuelles ou moyennes) obtenues par chacun d'eux ne sont fournis dans ce rapport.

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, la méthode suivi consiste à l'envoi aux unités participante une composition minérale pour la confection d'éprouvettes d'enrobé ainsi que les éléments entrant dans cette composition (Sable, gravette, et bitume pur).
- 2 Les matériaux dont on a besoin sont :
 - Sable classe 0/4
 - Gravette classe 5/10
 - Gravette classe 10/14
 - Bitume pur
- 3 La composition minérale fournis aux unités participantes est comme suit :
 - Sable c 0/4 : 45 %
 - Gravette c 5/10 : 25 %
 - Gravette c 10/14: 30 %
 - Bitume : 5,6 %
- 4 Les différents matériaux ont été préparés par le LPEE/CERIT.
- 5 Les échantillons ont été remis aux laboratoires participants par le LPEE/LNM
- 6 Il a été préparé plus d'échantillons que de laboratoires participants. Le surplus a été gardé par le LPEE/LNM.
- 7 La quantité de matériaux remise à chaque laboratoire participant lui permet de confectionner trois éprouvettes $\phi 80$ pour l'essai Duriez et trois éprouvettes pour l'essai Marshall.

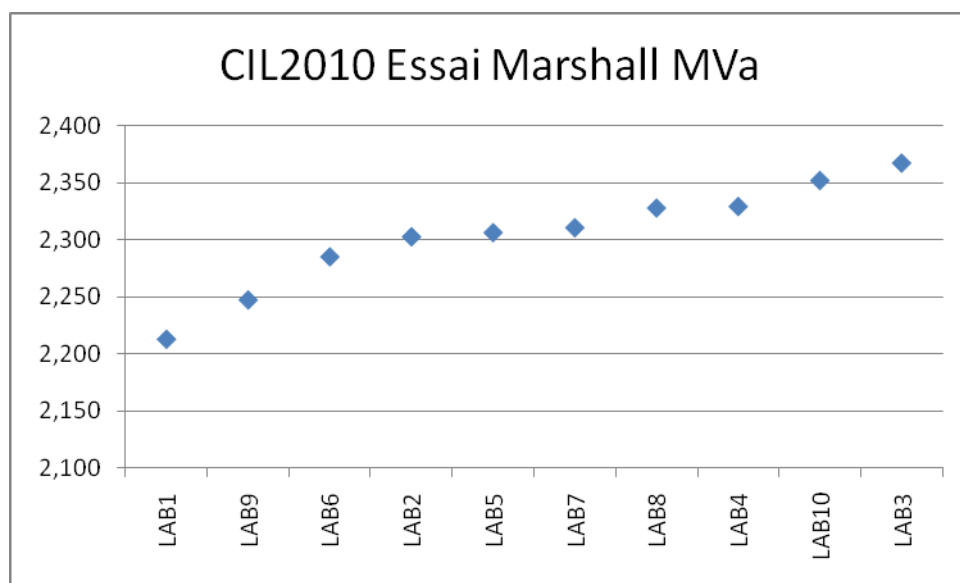
IV Liste des laboratoires participants

Désignation	Type d'essai						
	Essai Marshall				Essai Duriez		
	MVa	MVas	Stabilité	Fluage	MVa	MVasss	Rsi
LPEE/CERIT (Casablanca)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Sud (Agadir)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Centre (Fès)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Nord (Tanger)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Gharb (Kenitra)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Tensift (Marrakech)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Oriental (Oujda)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR-Centre nord (Meknès)	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/CTR Tétouan	X	X	X	X	X	X	X
LPEE/LR SAFI	X	X	X	X	X	X	X

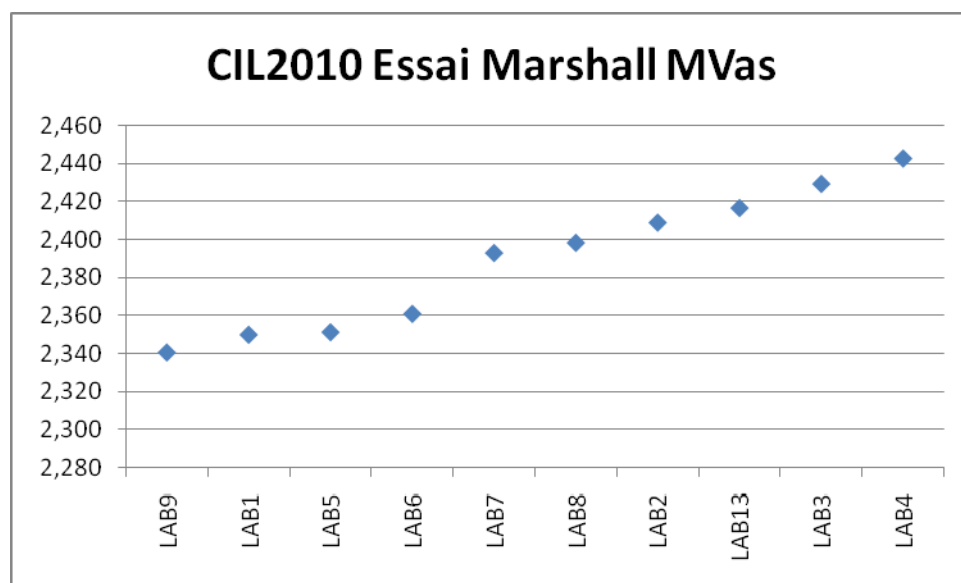
	Essai Marshall				Essai Duriez à chaud		
	MVa	MVas	Stabilité	Fluage	MVa	MVasss	R7j
Nb laboratoires participants	10	10	10	10	10	10	10
Nb laboratoires restants après traitement des résultats	9	10	8	10	10	9	10

Etat des labos avant et après traitement des résultats

Les valeurs moyennes respectivement MVa et MVas obtenues par chaque laboratoire sont donnés dans les graphiques suivants :



Valeurs moyennes par laboratoire des MVa (g/cm³) rangées par ordre croissant

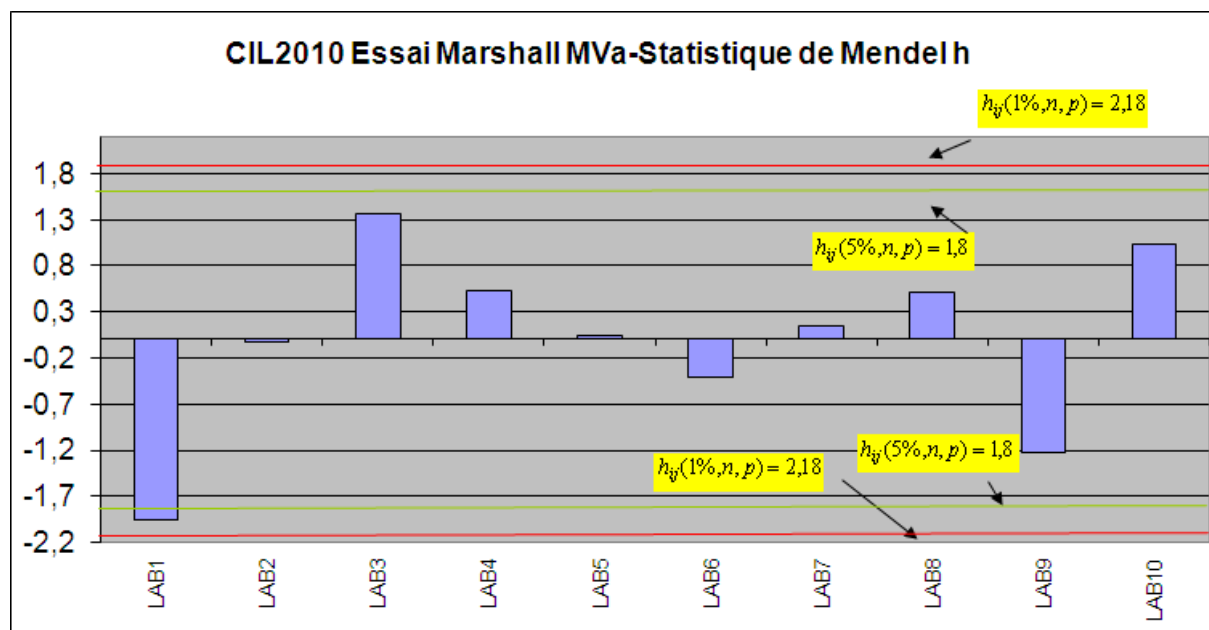


Valeurs moyennes par laboratoire des MVas (g/cm³) rangées par ordre croissant

V-1-2 Représentations graphiques (statistique de Mendel)

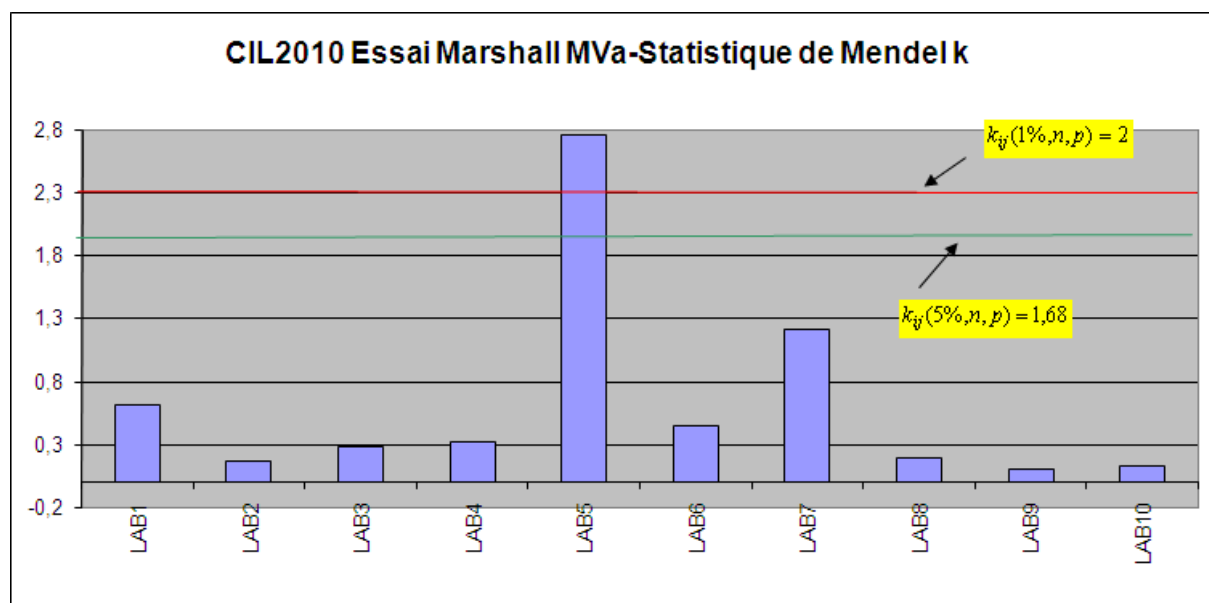
V-1-2-1 Masse volumique MVa

Le graphe h de Mendel montre que le laboratoire 1 présente une valeur suspecte (isolée)



MVa sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que laboratoire 5 présente une valeur suspecte (aberrante).

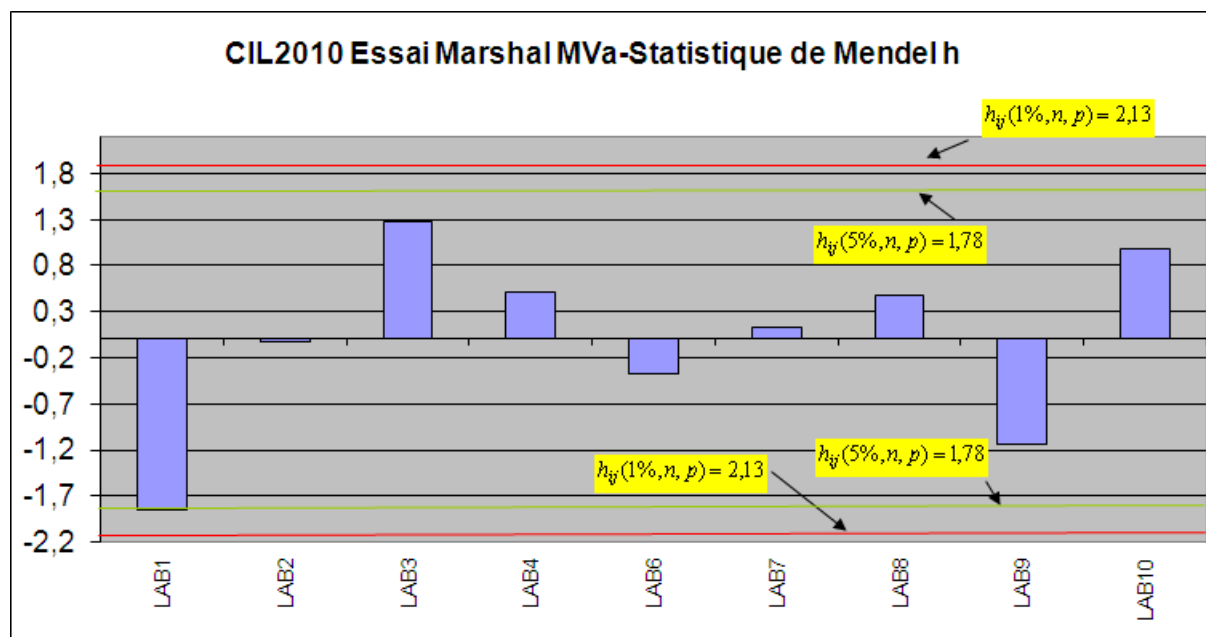


MVa sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

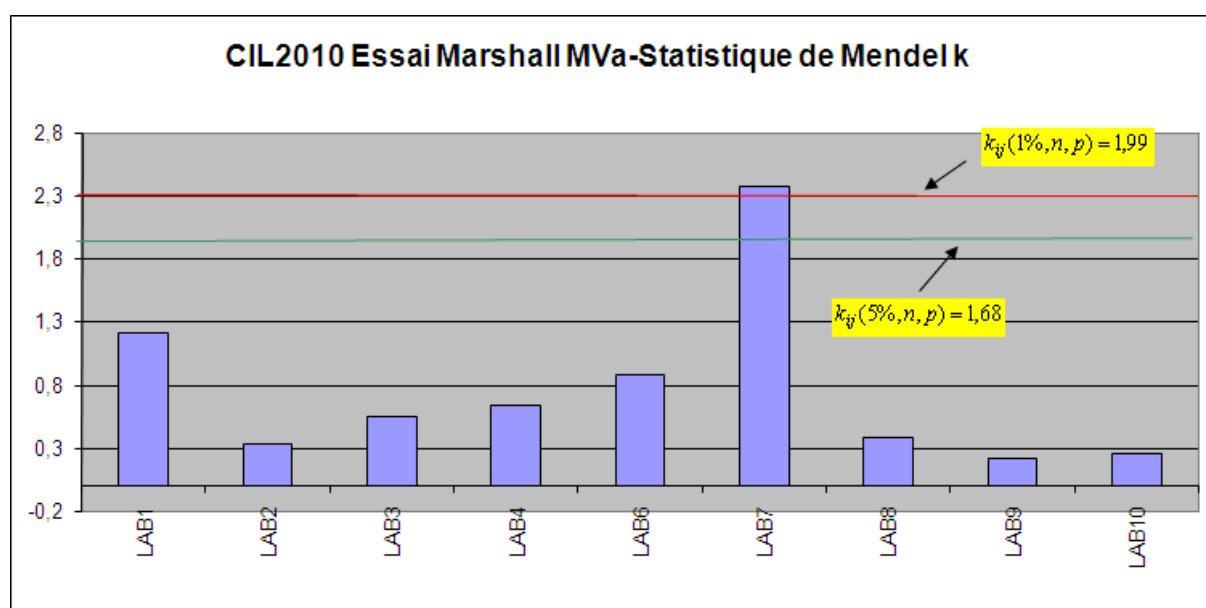
Le test de Cochran nous donne un résultat aberrant, le laboratoire 5 présente un écart type exceptionnellement élevé ce qui augmente la valeur de l'écart type de répétabilité. Nous procédons donc à l'élimination du laboratoire 5 (rappelons nous que les résultats du laboratoire 5 ont été déclarés aberrantes par la statistique k de Mendel)

Nous allons maintenant recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux du laboratoire 5) sont les suivants



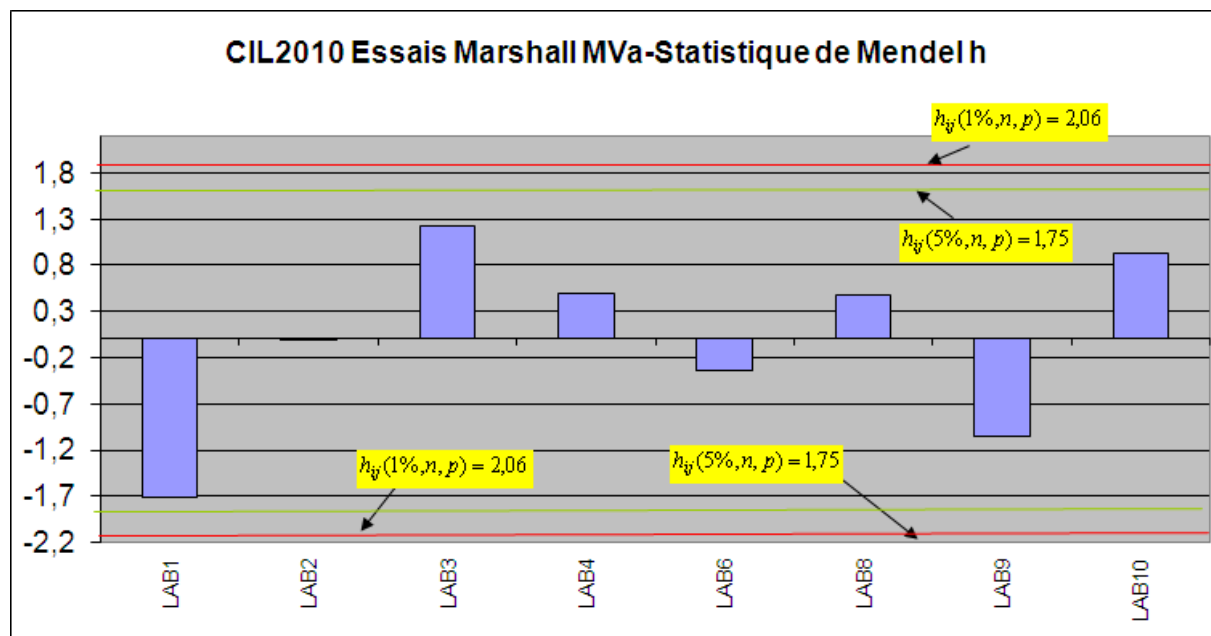
MVa sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté le labo 5.



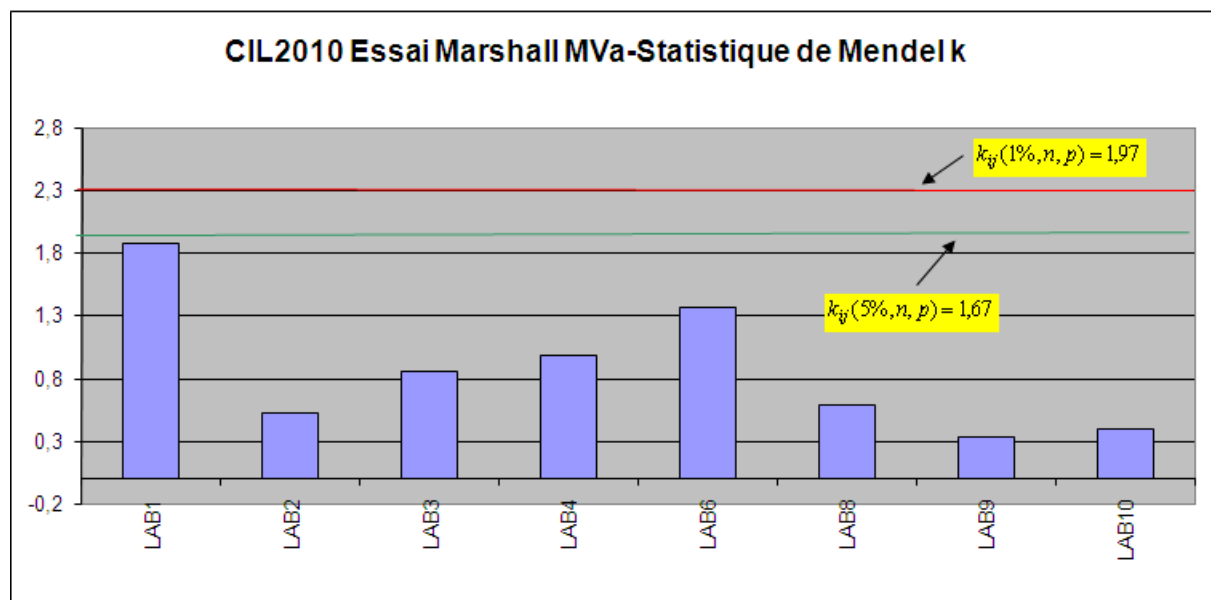
MVa sur éprouvette Marshall– Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté le labo 5.

Si la statistique h de Mendel reconferme que le résultat du laboratoire 1 reste suspect (isolé), la statistique k de Mendel montre quand à elle que le résultat du laboratoire 7 est cette fois ci suspect (aberrant) qui lui aussi à été écarté par le test de Cochran (résultat aberrant). Dans ce sens à l'instar du laboratoire 5 on va éliminer le laboratoire 7.

Nous allons de même recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants (laboratoires 5 et 7 écartés).



MVA sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté les labos 5.et 7

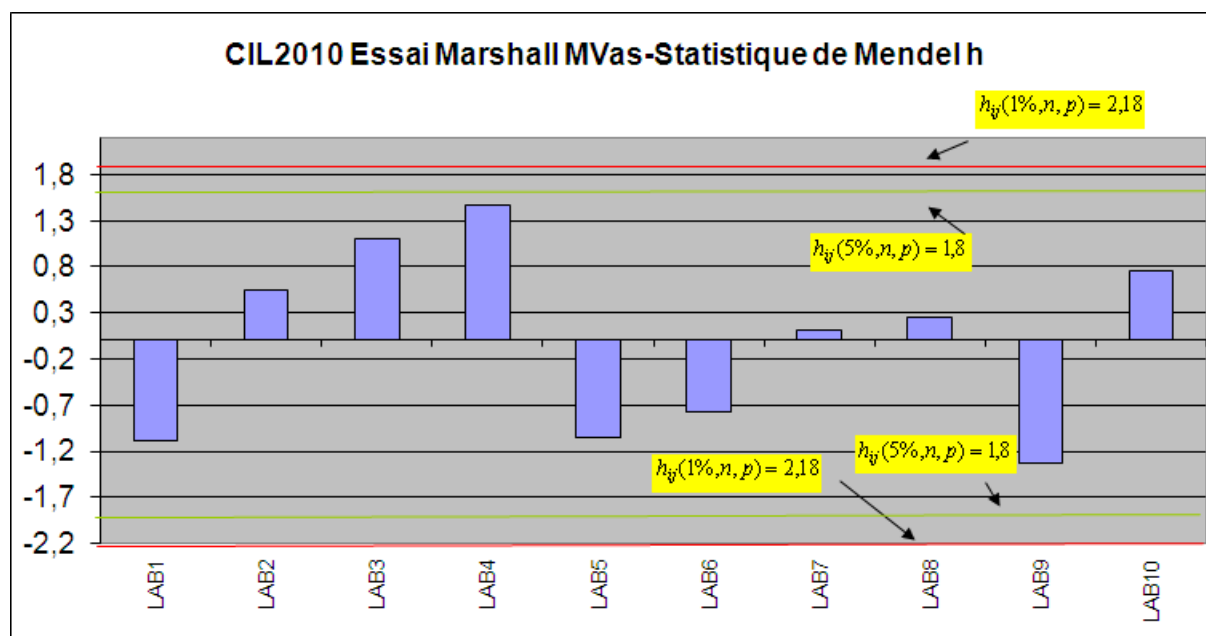


MVA sur éprouvette Marshall– Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté les labos 5.et 7

Les graphes h et k de Mendel ne montrent aucune valeur suspecte (isolée ou aberrante).

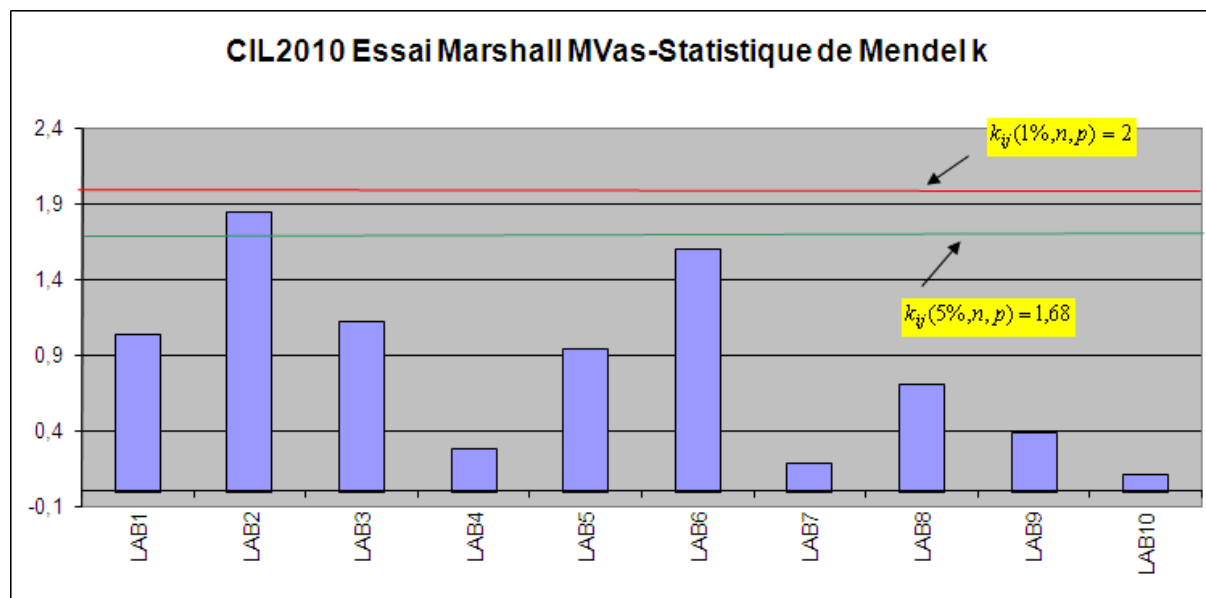
V-1-2-2 Masse volumique MVas

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



MVas sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que laboratoire 2 présente une valeur suspecte (isolée).



MVas sur éprouvettes Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

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

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

V-1-3 Test de Cochran

V-1-3-1 Masse volumique MVa

L'application du test de Cochran après l'élimination des laboratoires 5 et 7 donne les résultats suivants :

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 8$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,516 pour 95 % et 0,615 pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,442
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct, ce à quoi nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

V-1-3-2 Masse volumique MVas

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

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 10$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,445 pour 95 % et 0,536 pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,341
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct ce qui d'un côté nous réconforte sur la non élimination du laboratoire 2 et de l'autre nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

V-1-4 Test de Grubbs

V-1-4-1 Masse volumique MVa

A $p=8$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 2,126 pour 95 % et 2,274 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,110 pour 95 % et 0,056 pour 99%.

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

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,714	0,931	Statistique du test de Grubbs
Valeurs isolées	2,126		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	2,274		

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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-1-4-2 Masse volumique MVas

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	1,447	1,339	Statistique du test de Grubbs
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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-1-5 Calcul de S_r et S_R

V-1-5-1 Masse volumique MVa

Pour $P = 8$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la masse volumique par pesée et mesures géométrique sur éprouvettes Marshall pour une valeur comprise entre $2,207 \text{ g/m}^3$ et $2,370 \text{ g/m}^3$ ($m = 2,303 \text{ g/m}^3$) sont :

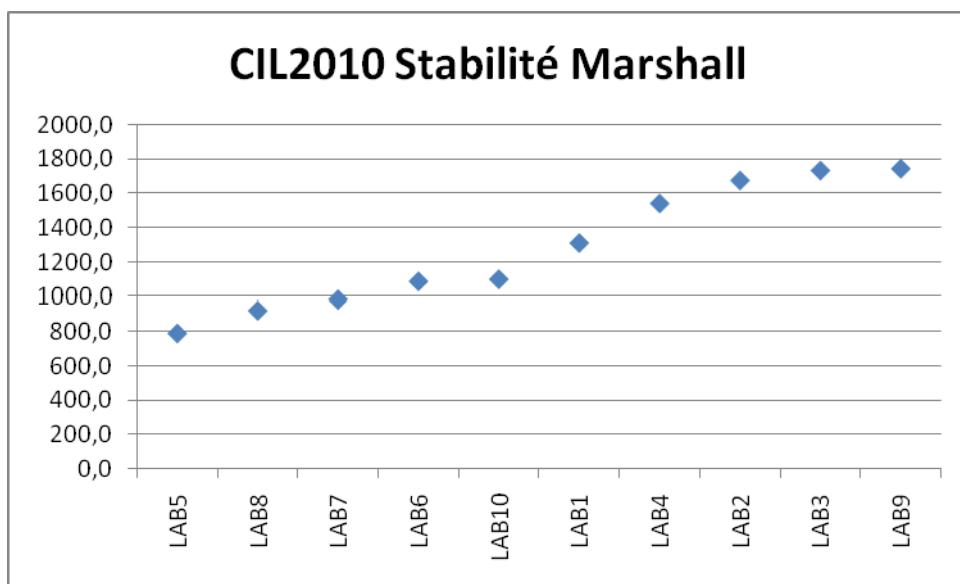
Méthode d'essai	Condition de répétabilité		Condition de reproductibilité	
	Ecart type de répétabilité S_r	limite de répétabilité r	Ecart type de reproductibilité S_R	limite de reproductibilité R
Mélange bitumineux MVa	0,003	0,008	0,053	0,148

V-1-5-2 Masse volumique MVas

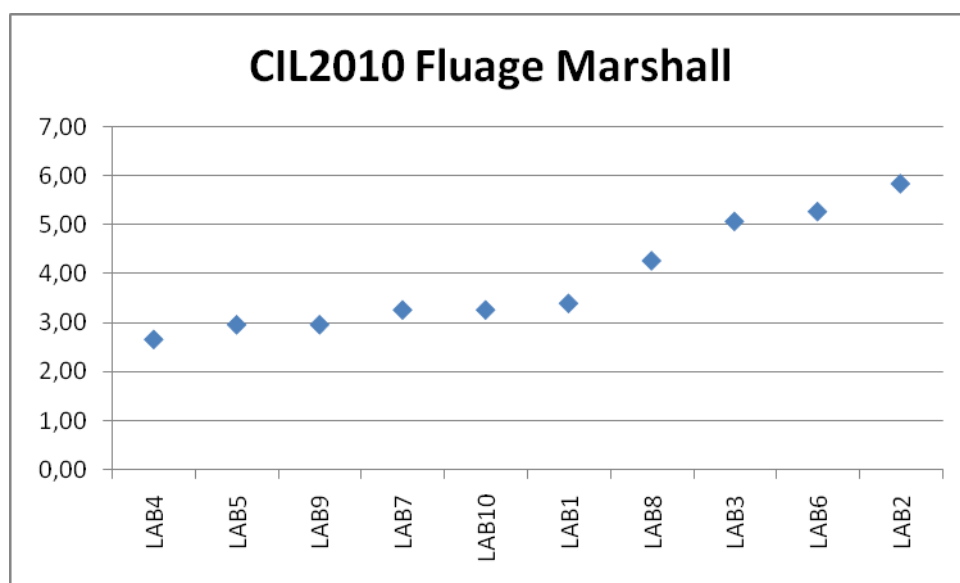
Pour $P = 10$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la masse volumique par pesée hydrostatique sur éprouvettes Marshall pour une valeur comprise entre $2,339 \text{ g/m}^3$ et $2,444 \text{ g/m}^3$ ($m = 2,389 \text{ g/m}^3$) sont :

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
Mélange bitumineux MVas	0,005	0,015	0,036	0,102

Les valeurs moyennes respectivement de la Stabilité et du Fluage Marshall obtenues par chaque laboratoire sont donnés dans les graphiques suivants :



Valeurs moyennes par laboratoire des Stabilité Marshall (à 60 °C en daN) rangées par ordre croissant

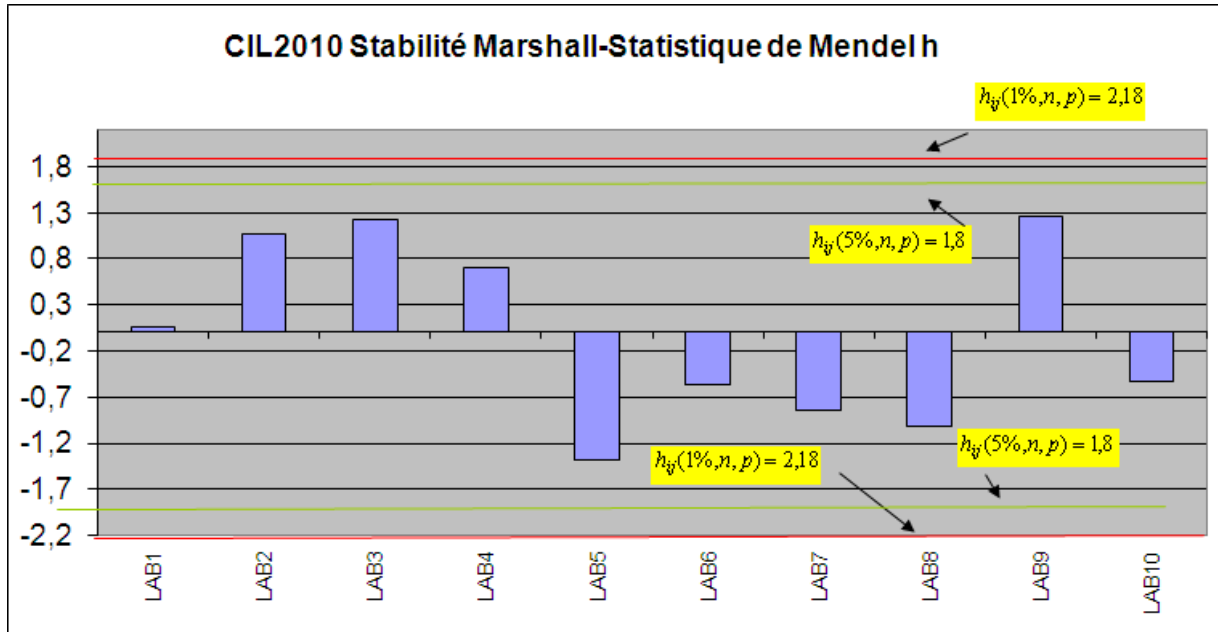


Valeurs moyennes par laboratoire des Fluage Marshall (en mm) rangées par ordre croissant

V-2-2 Représentations graphiques (statistique de Mendel)

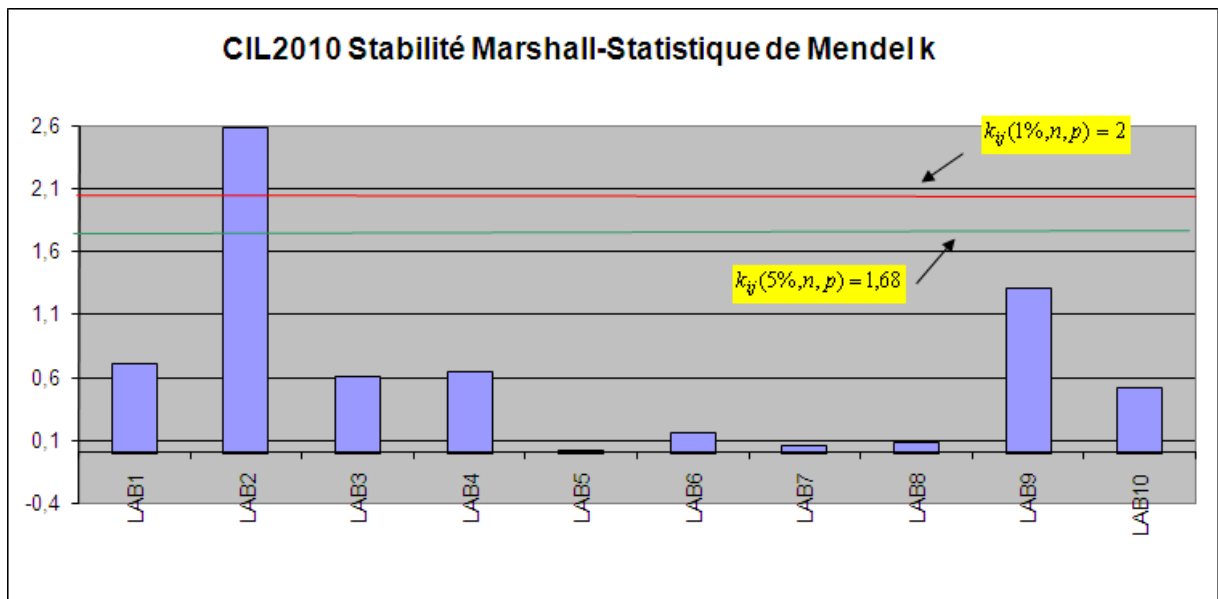
V-2-2-1 Stabilité Marshall

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



Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que laboratoire 2 présente une valeur suspecte (aberrante).

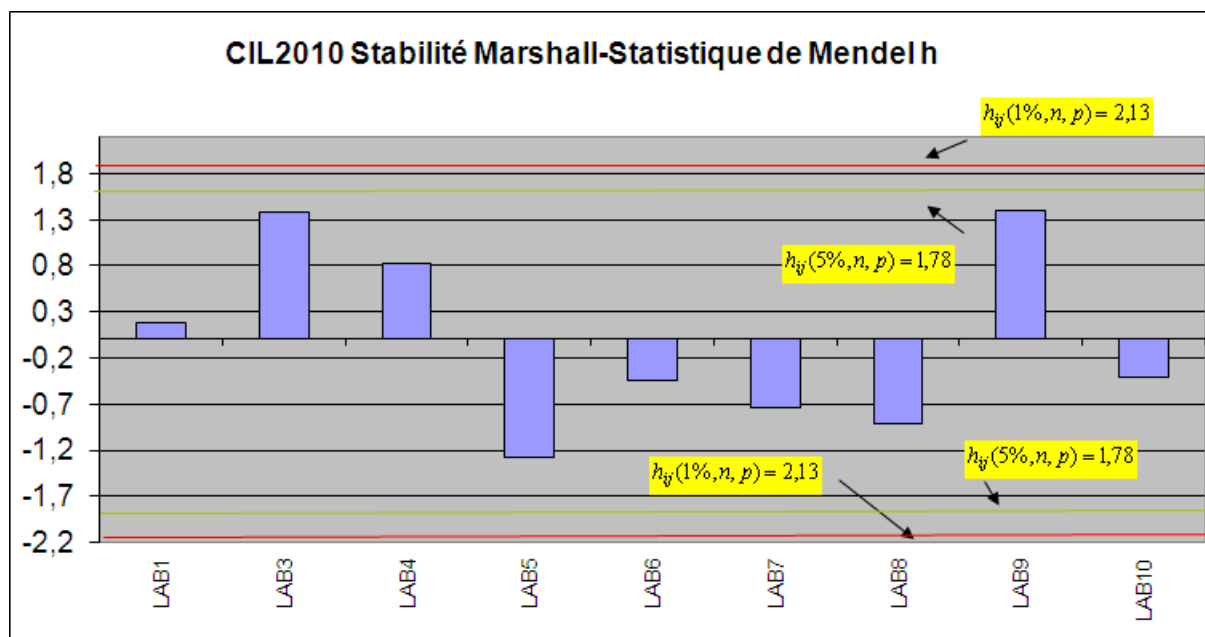


Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

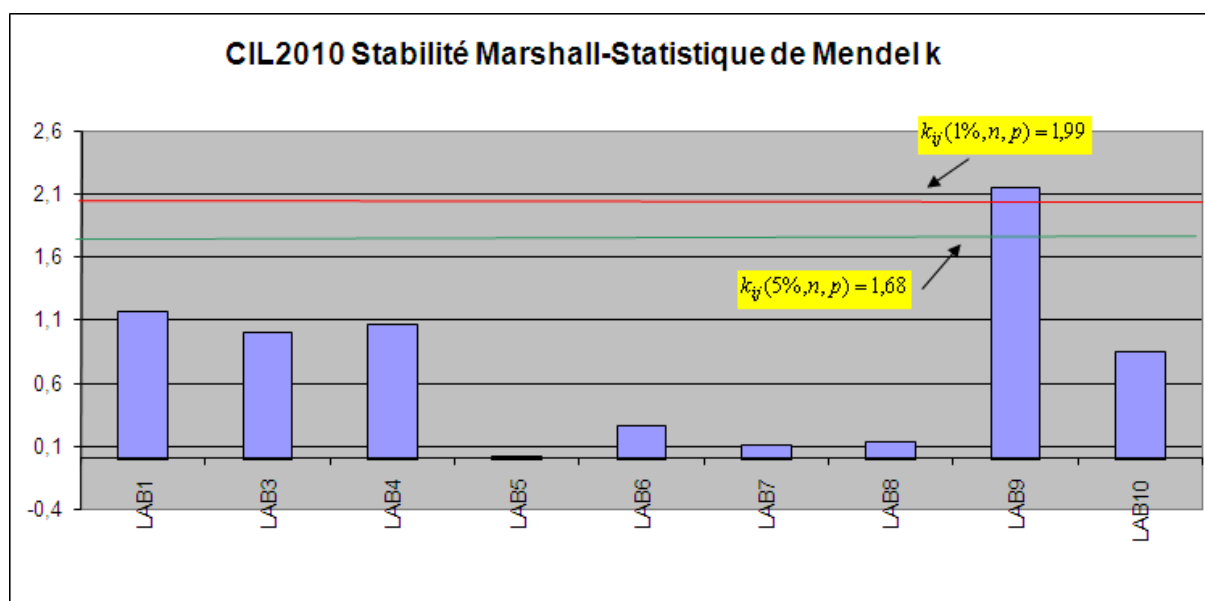
Le test de Cochran nous donne un résultat aberrant, le laboratoire 2 présente un écart type exceptionnellement élevé ce qui augmente la valeur de l'écart type de répétabilité. Nous procédons donc à l'élimination du laboratoire 2 (rappelons nous que les résultats du laboratoire 2 ont été déclarés aberrantes par la statistique k de Mendel)

Nous allons maintenant recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux du laboratoire 2) sont les suivants



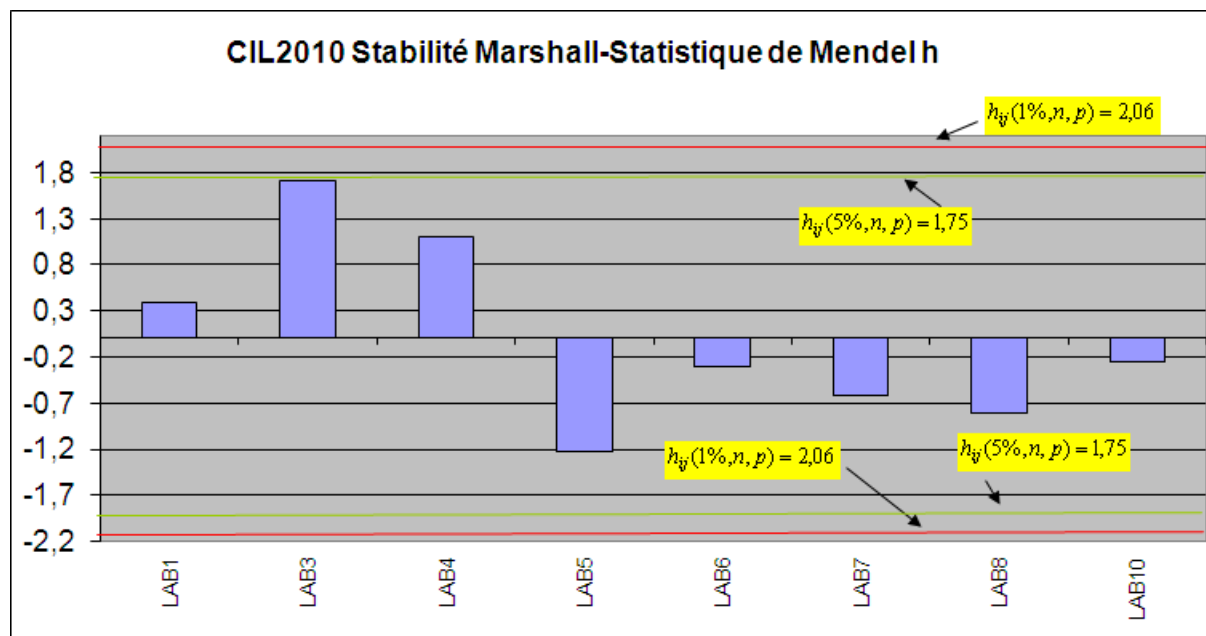
Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté le labo 2.



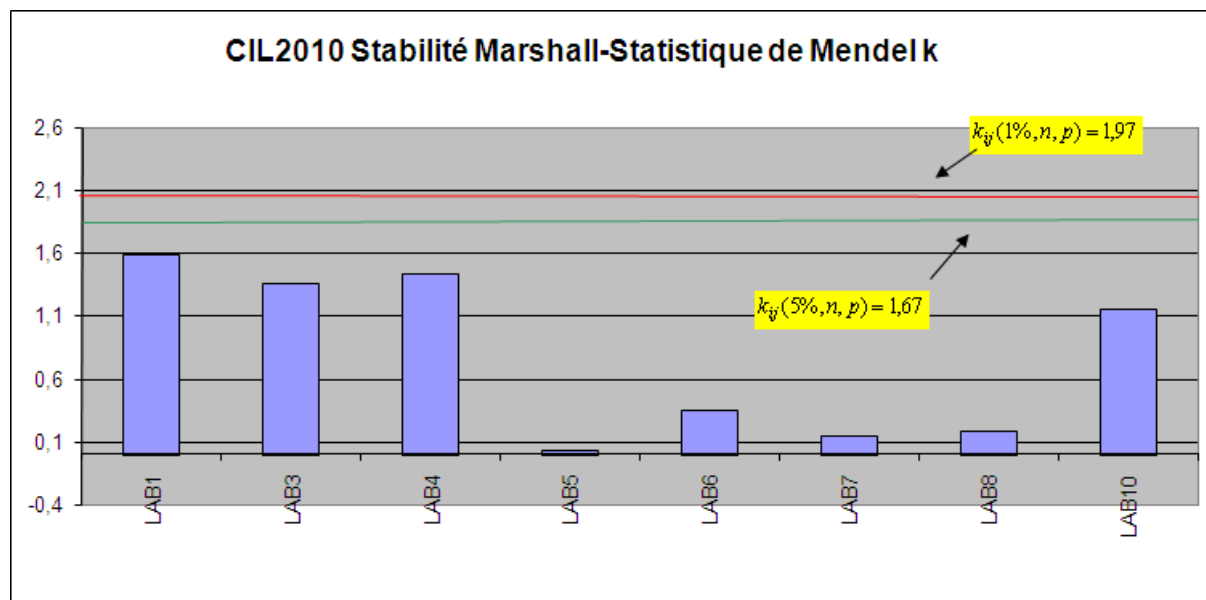
Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté le labo 2.

La statistique h de Mendel montre qu'aucun résultat n'est suspect (isolé ou aberrant) alors que la statistique k de Mendel montre cette fois si le résultat du laboratoire 9 est suspect (aberrant) qui lui aussi à été écarté par le test de Cochran (résultat isolé). Dans ce sens et à l'instar du laboratoire 2 on va éliminer le laboratoire 9.

Nous allons de même recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants (laboratoires 2 et 9 écartés).



Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté les labos 2.et 9

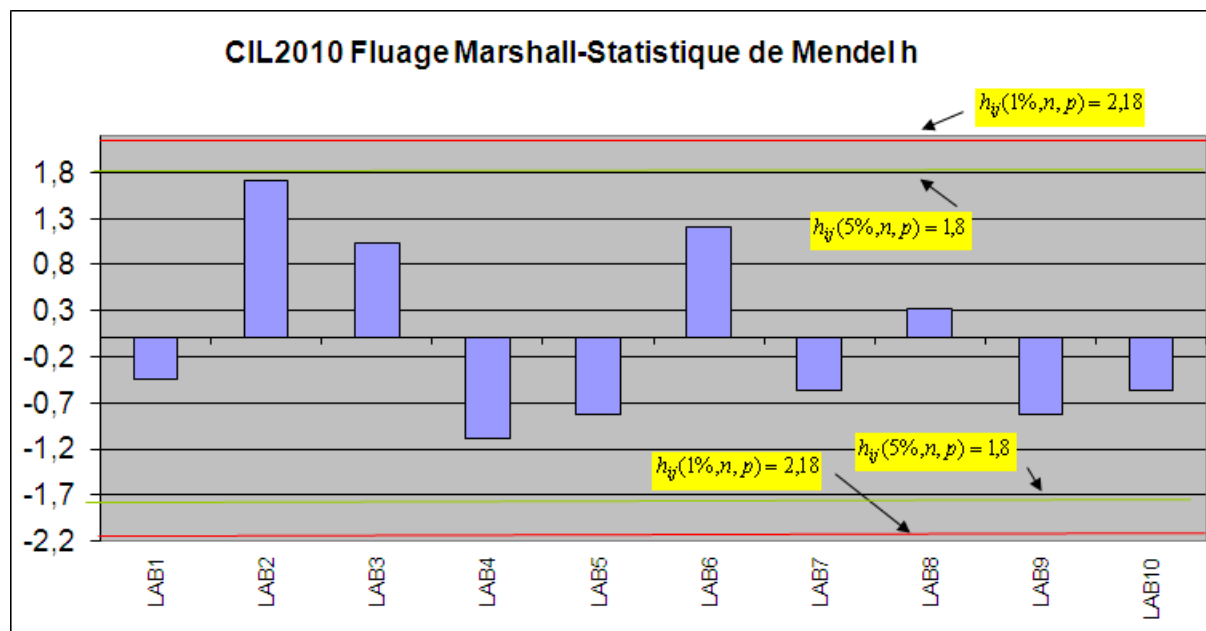


Stabilité Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté les labos 2.et 9

Les résultats de la statistique de Mendel h et k montre cette fois ci qu'aucune valeur n'est suspecte (isolée ou aberrante) après l'élimination des résultats des laboratoires 2 et 9.

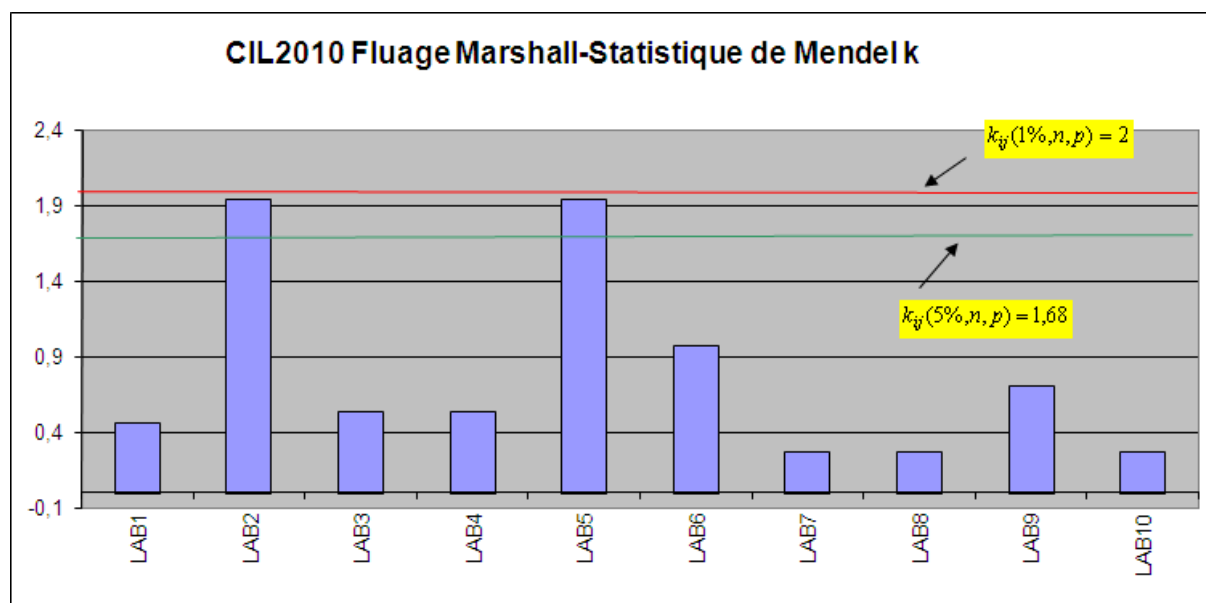
V-2-2-2 Fluage Marshall

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



Fluage Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que les laboratoires 2 et 5 présentent chacun une valeur suspecte (isolée).



Fluage Marshall – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les résultats des laboratoires 2 et 5 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-2-3 Test de Cochran

V-2-3-1 Stabilité Marshall

L'application du test de Cochran après l'élimination des laboratoires 2 et 9 donne les résultats suivants :

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 8$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,516 pour 95 % et 0,615 pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,317
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct, ce à quoi nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

V-2-3-2 Fluage Marshall

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

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 10$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,445 pour 95 % et 0,536 pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,377
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct ce qui d'un coté nous réconforte sur la non élimination des laboratoires 2 et 5 et de l'autre nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

V-2-4 Test de Grubbs

V-2-4-1 Stabilité Marshall

A $p=8$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 2,126 pour 95 % et 2,274 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,110 pour 95 % et 0,056 pour 99%.

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

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,222	1,707	Statistique du test de Grubbs
Valeurs isolées	2,126		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	2,274		

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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-2-4-2 Fluage Marshall

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	1,092	1,720	Statistique du test de Grubbs
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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-2-5 Calcul de S_r et S_R

V-2-5-1 Stabilité Marshall

Pour $P = 8$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la stabilité Marshall pour une valeur comprise entre 7,91 kN et 17,86 kN ($m = 11,86$ kN) 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
Mélange bitumineux Stabilité Marshall	0,32	0,88	3,24	9,06

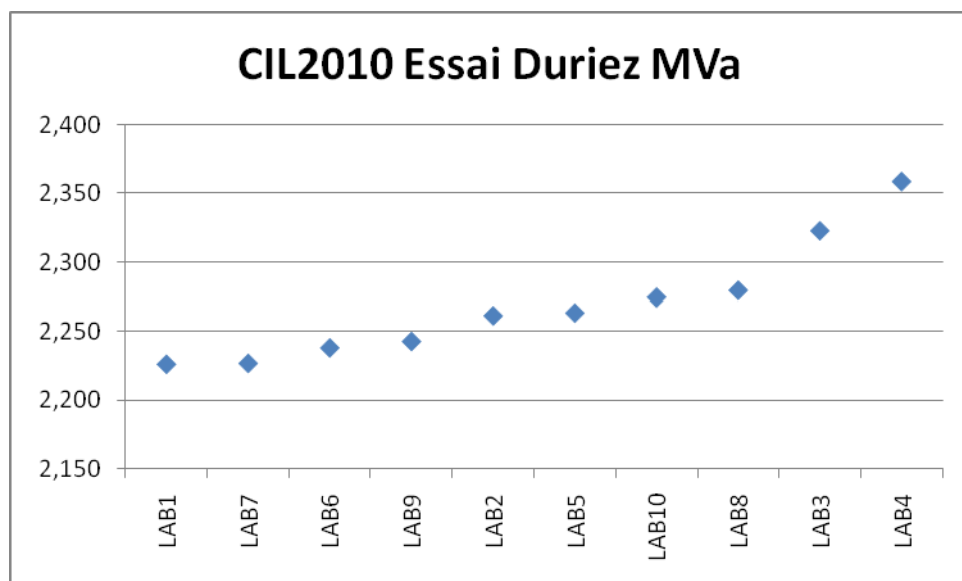
V-2-5-2 Fluage Marshall

Pour $P = 10$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la stabilité Marshall pour une valeur comprise entre 2,5 mm et 6,3 mm ($m = 3,90$ mm) sont :

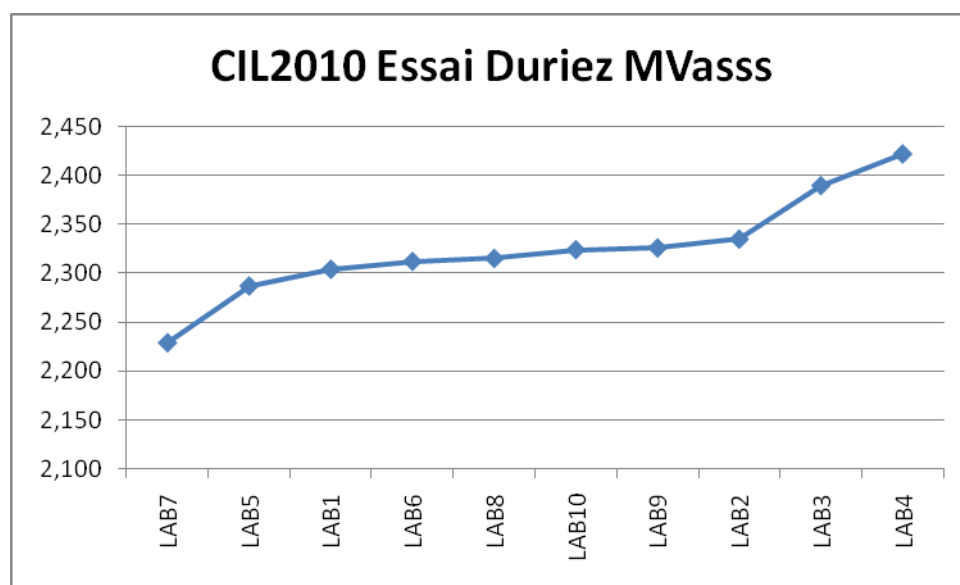
En conclusion, les valeurs de fidélité pour la méthode de mesure peuvent être considérées comme indépendantes du niveau du matériau et sont :

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
Mélange bitumineux Fluage Marshall	0,214	0,601	1,140	3,191

Les valeurs moyennes respectivement MVa et MVasss obtenues par chaque laboratoire sont donnés dans les graphiques suivants :



Valeurs moyennes par laboratoire des MVa (g/cm^3) rangées par ordre croissant

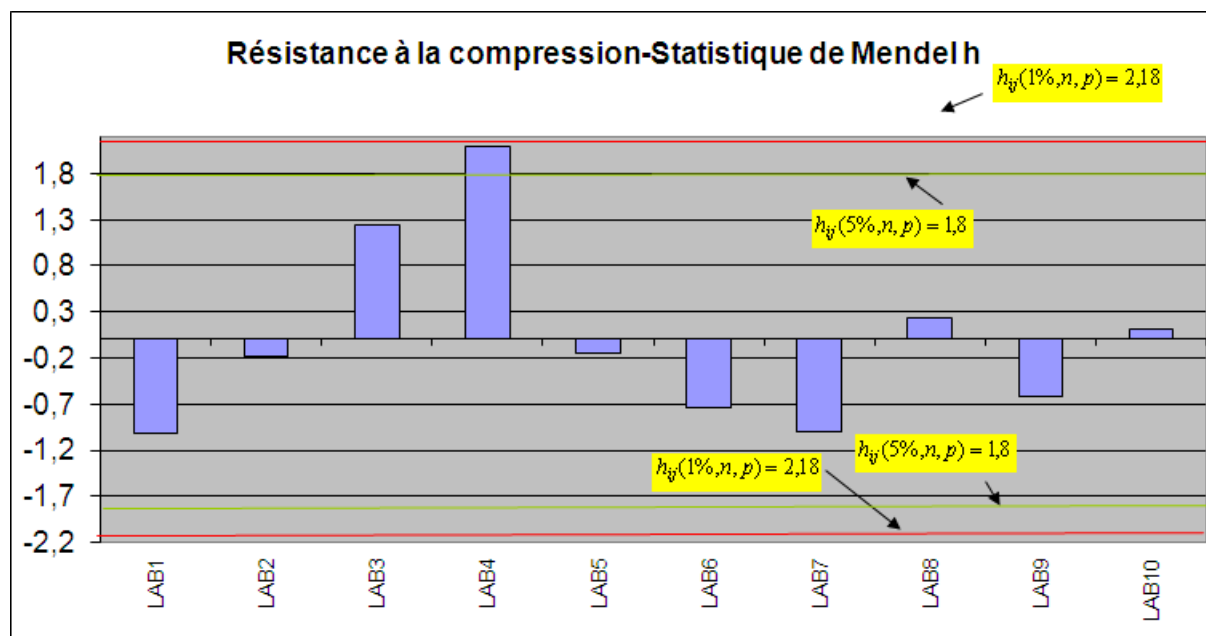


Valeurs moyennes par laboratoire des MVasss (g/cm^3) rangées par ordre croissant

VI-1-2 Représentations graphiques (statistique de Mendel)

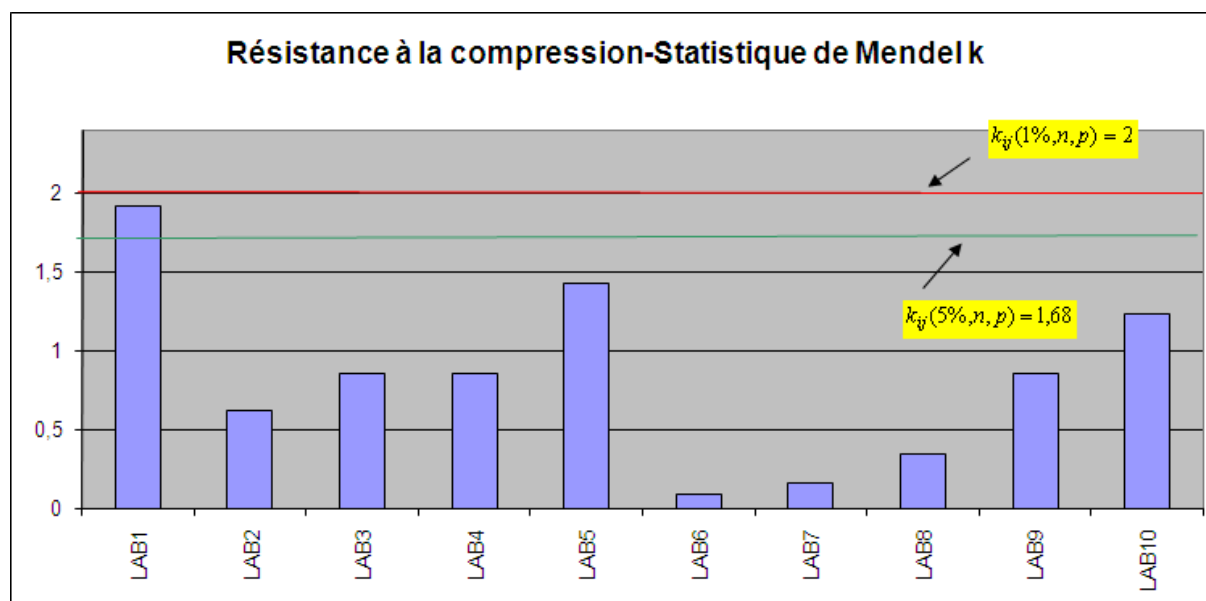
VI-1-2-1 Masse volumique MVa

Le graphe h de Mendel montre que le laboratoire 4 présente une valeur suspecte (isolée)



MVa sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que laboratoire 1 présente une valeur suspecte (isolée).



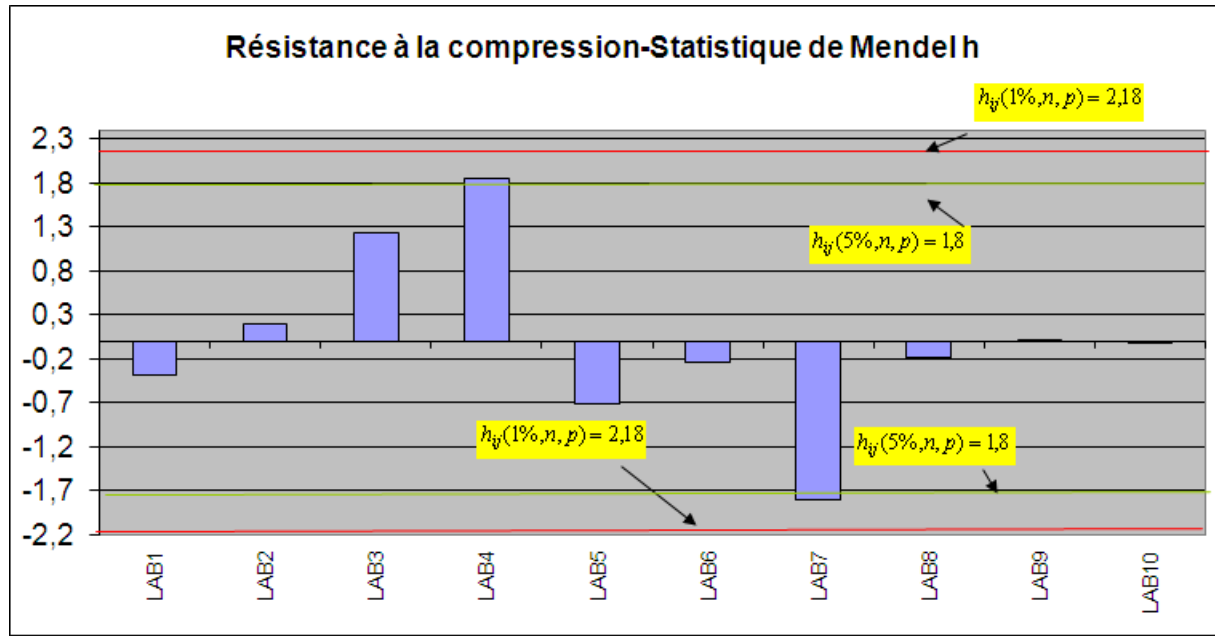
MVa sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les résultats des laboratoires 1 et 4 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.

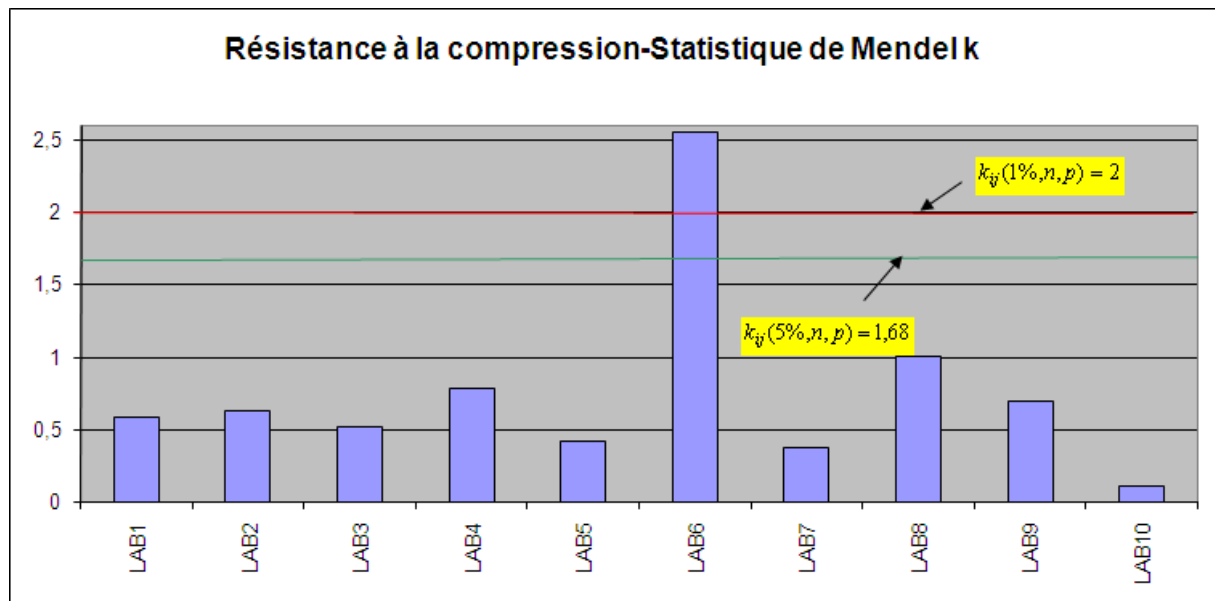
VI-1-2-2 Masse volumique MVass

Le graphe h de Mendel montre les laboratoires 4 et 7 présentent chacun une valeur suspecte (isolée pour les deux laboratoires)



MVass sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre quand à lui que laboratoire 6 présente une valeur suspecte (aberrante).

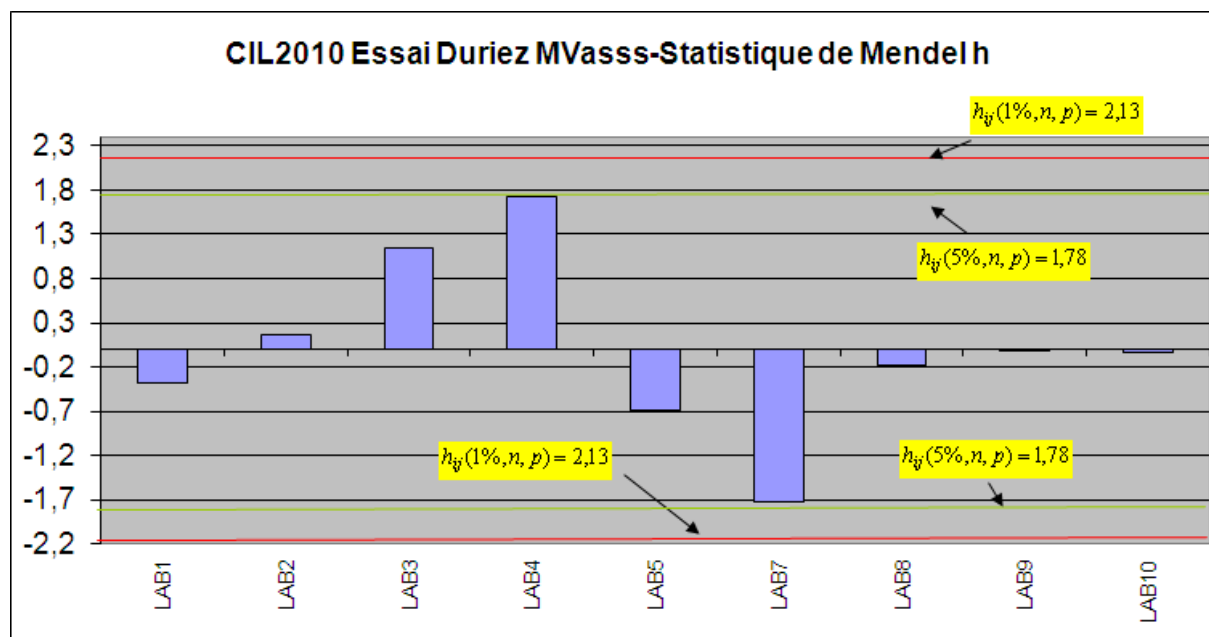


MVass sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

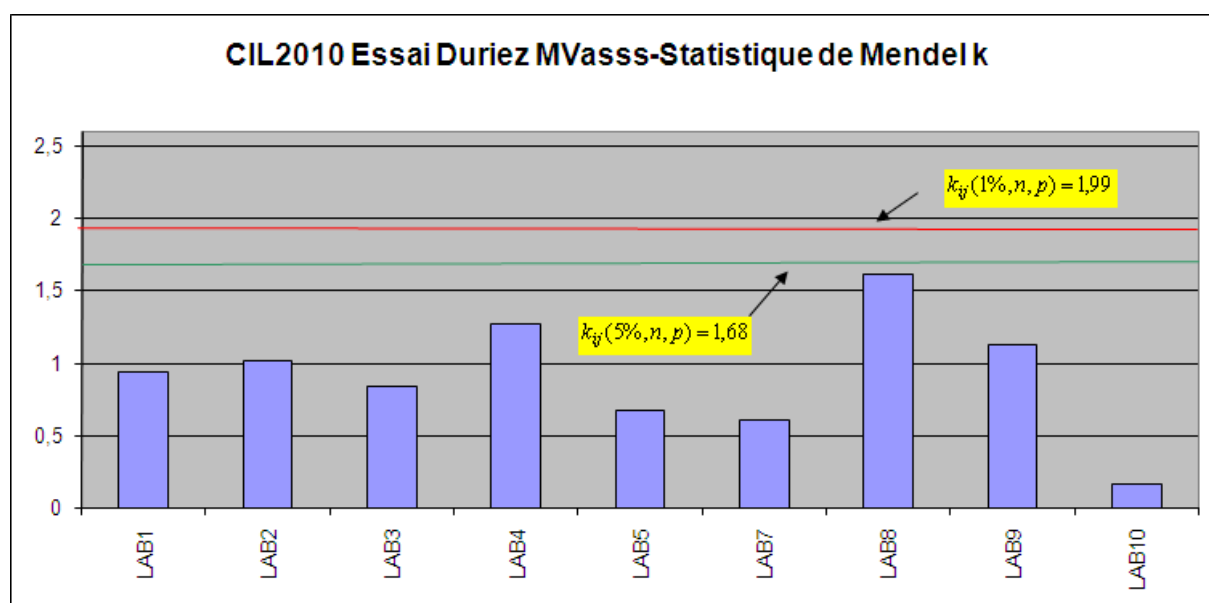
Le test de Cochran nous donne un résultat aberrant, le laboratoire 6 présente un écart type exceptionnellement élevé ce qui augmente la valeur de l'écart type de répétabilité. Nous procédons donc à l'élimination du laboratoire 6 (rappelons nous que les résultats du laboratoire 6 ont été déclarés aberrantes par la statistique k de Mendel)

Nous allons maintenant recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux du laboratoire 6) sont les suivants



MVasss sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté le labo 6.



MVasss sur éprouvettes Duriez – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté le labo 6.

Les résultats de la statistique de Mendel h et k montre cette fois ci qu'aucune valeur n'est suspecte (isolée ou aberrante) après l'élimination des résultats du laboratoire 6 sur qui nous reconforte de n'avoir éliminé les laboratoires 4 et 7

Nous pouvons dès à présents passer les tests des statistiques Cochran et Grubbs.

VI-1-3 Test de Cochran

VI-1-3-1 Masse volumique MVA

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

- Pour $n = 3$ (nb de résultat) et $p = 10$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,445 pour 95 % et 0,536 pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,367
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct, ce qui d'un côté nous reconforte sur la non élimination des résultats des laboratoires 1 et 4 et de l'autre nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

VI-1-3-2 Masse volumique MVass

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 0,5è » pour 99%.

	Niveau 1
C Cochran	0,290
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

VI-1-4 Test de Grubbs

VI-1-4-1 Masse volumique MVa

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	1,714	0,931	Statistique du test de Grubbs
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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

VI-1-4-2 Masse volumique MVass

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 0,145 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	1,736	1,726	Statistique du test de Grubbs
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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

VI-1-5 Calcul de S_r et S_R

VI-1-5-1 Masse volumique M_{Va}

Pour $P = 10$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la masse volumique par pesée et mesures géométrique sur éprouvettes Duriez pour une valeur comprise entre $2,213 \text{ g/m}^3$ et $2,362 \text{ g/m}^3$ ($m = 2,270 \text{ g/m}^3$) 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
Mélange bitumineux M_{Va}	0,006	0,017	0,043	0,120

VI-1-5-2 Masse volumique M_{Vass}

Pour $P = 9$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la masse volumique par pesée hydrostatique sur éprouvettes Duriez pour une valeur comprise entre $2,225 \text{ g/m}^3$ et $2,429 \text{ g/m}^3$ ($m = 2,326 \text{ g/m}^3$) sont :

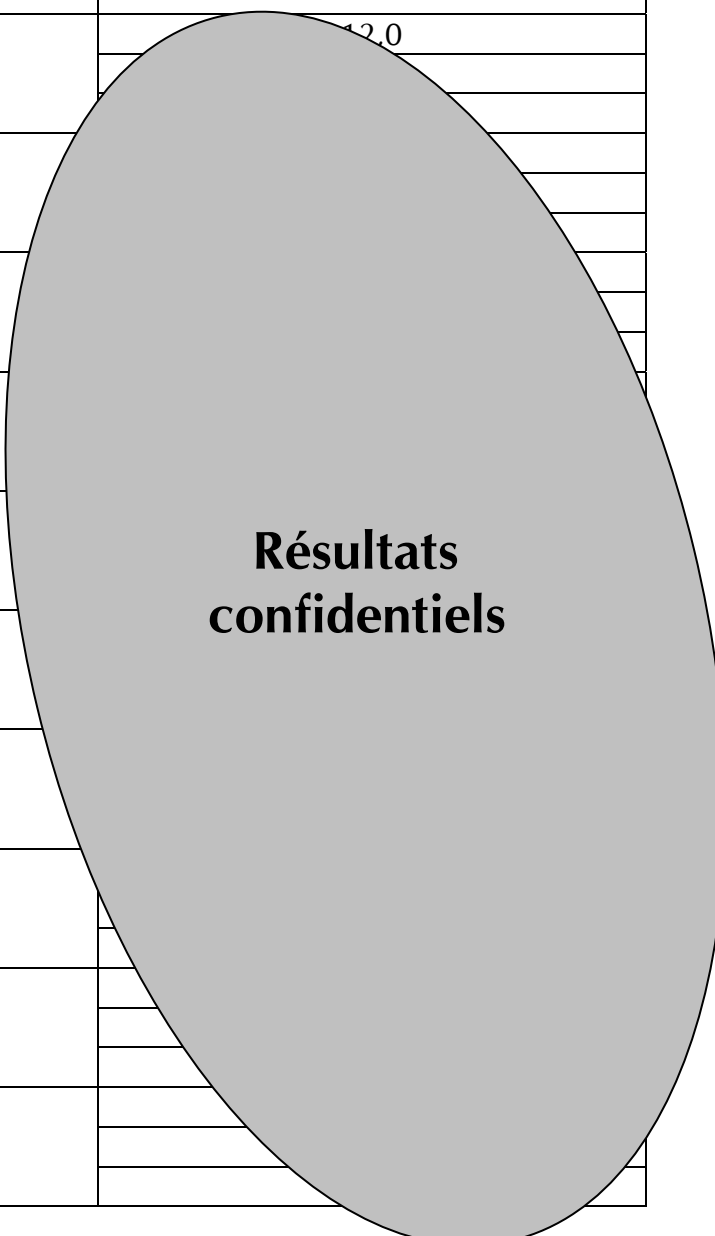
Méthode d'essai	Condition de répétabilité		Condition de reproductibilité	
	Ecart type de répétabilité S_r	limite de répétabilité r	Ecart type de reproductibilité S_R	limite de reproductibilité R
Mélange bitumineux M_{Vass}	0,006	0,017	0,056	0,156

VI-2 Essai Duriez R_{7j}

VI-2-1 Présentation des résultats

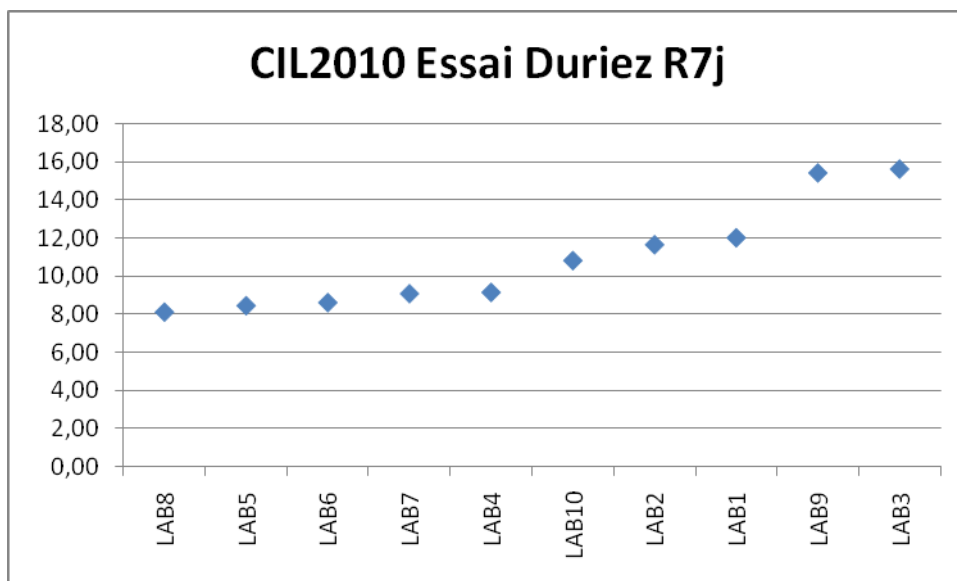
Les résultats bruts obtenus par chaque laboratoire sont donnés ci-dessous :

LABO n°	R _{7j}
	Niveau 1
LAB1	12,0
LAB2	
LAB3	
LAB4	
LAB5	
LAB6	
LAB7	
LAB8	
LAB9	
LAB10	



**Tableau A Résultats bruts
Essai Duriez R_{7j}**

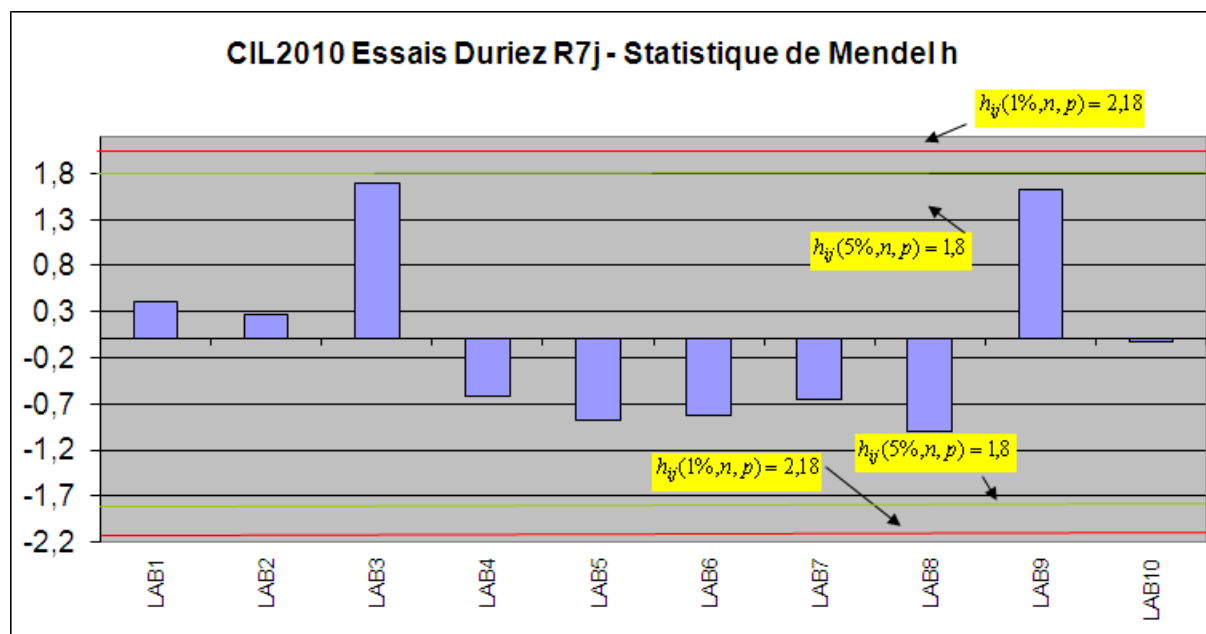
Les valeurs moyennes des résistances à la compression à 7 jours sur éprouvettes Duriez $\phi 80$ obtenues par chaque laboratoire sont donnés dans les graphiques suivants :



Valeurs moyennes par laboratoire des R7j (MPa) rangées par ordre croissant

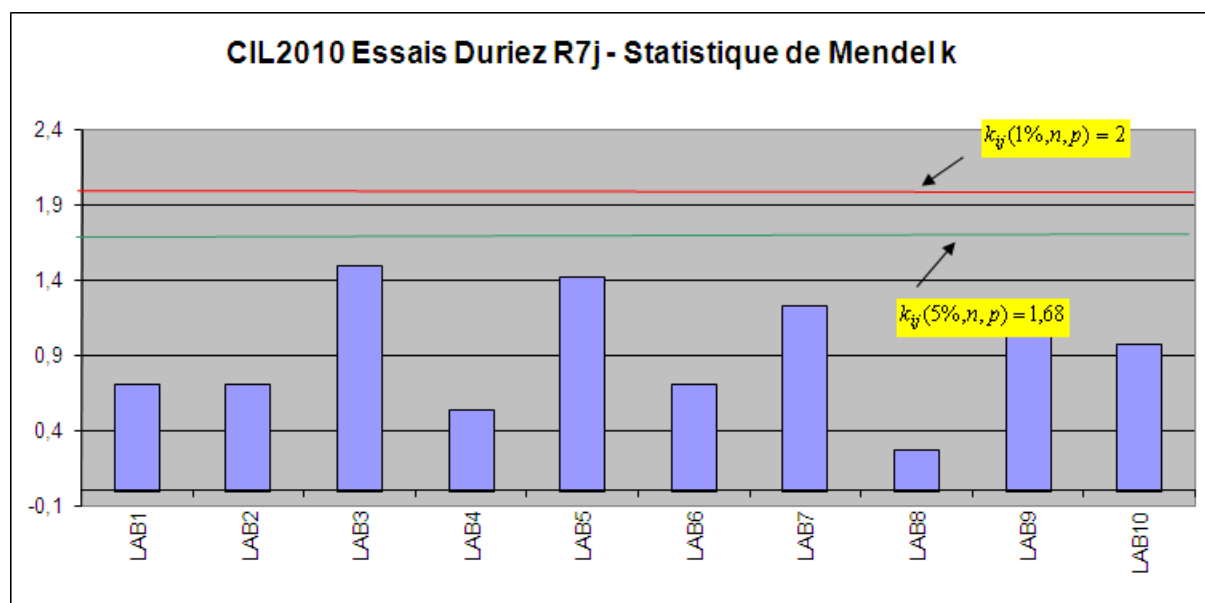
VI-2-2 Représentations graphiques (statistique de Mendel)

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



R7j sur éprouvettes Duriez $\phi 80$ – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires.

De même le graphe k de Mendel ne montre aucune valeur suspecte (isolée ou aberrante)



R7j sur éprouvettes Duriez $\phi 80$ – Statistique de cohérence inter laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires.

Nous pouvons dès à présents passer les tests des statistiques Cochran et Grubbs.

VI-2-3 Test de Cochran

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

- Pour $n = 3$ (nb de résultat par niveau) et $p = 10$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,445 pour 95 % et 0,536 pour 99%.

Niveau 1	
C Cochran	0,225
Résultat test =	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Le résultat du test de Cochran est correct, ce à quoi nous pouvons appliquer les tests de Grubbs.

VI-2-4 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	0,997	1,696	Statistique du test de Grubbs
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 qu'aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

VI-2-5 Calcul de S_r et S_R

Pour $P = 10$ (nombre de laboratoire) et $n = 3$ (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la résistance de compression à 7 jours sur éprouvettes Duriez $\phi 80$ pour une valeur comprise entre 8,1 MPa et 16,0 MPa ($m = 10,91$ MPa) 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
Mélange bitumineux R_{7j}	0,214	0,601	2,790	7,812