

Dossier N°: 2008.970.09.439
Rapport N° RE.08.970.008

ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES
CAMPAGNE 2008
ESSAIS SUR BITUMES
RAPPORT D'EVALUATION

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

V-3 Test de Cochran

V-4 Test de Grubbs

V-5 Calcul de Sr et SR

VI Point de ramollissement

VI-1 Présentation des résultats

VI-2 Représentations graphiques

VI-3 Test de Cochran

VI-4 Représentations graphiques – deuxième itération

VI-5 Test de Cochran - deuxième itération

VI-6 Test de Grubbs

VI-7 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 Guide 43-1(1996), Essais d'aptitude des laboratoires. Partie1 : Développement et mise en œuvre de systèmes d'essais d'aptitude.

ISO/CEI Guide 43-2(1996) Essais d'aptitude des laboratoires. Partie2 : Sélection et utilisation de système d'essais d'aptitude par des organismes d'accréditation de laboratoires.

- 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.

Inter-comparaison :

Organisation, exécution et évaluation d'essais sur des objets d'essai identiques ou semblables par au moins deux laboratoires différents dans des conditions prédéterminées (extrait du guide ISO/CEI 43 qui va devenir ISO/CEI 17043).

Le comité qualité du LPEE a confié au LPEE/LNM la préparation, l'organisation et l'exploitation des essais d'inter-comparaison. Le LPEE/LNM peut, le cas échéant, s'appuyer sur la logistique qui lui est offerte par les laboratoires d'essai du LPEE pour mener à bien cette tâche.

Le présent rapport est un compte rendu de l'organisation, par le LPEE/LNM, de la première campagne d'essai d'aptitude sur granulats 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.

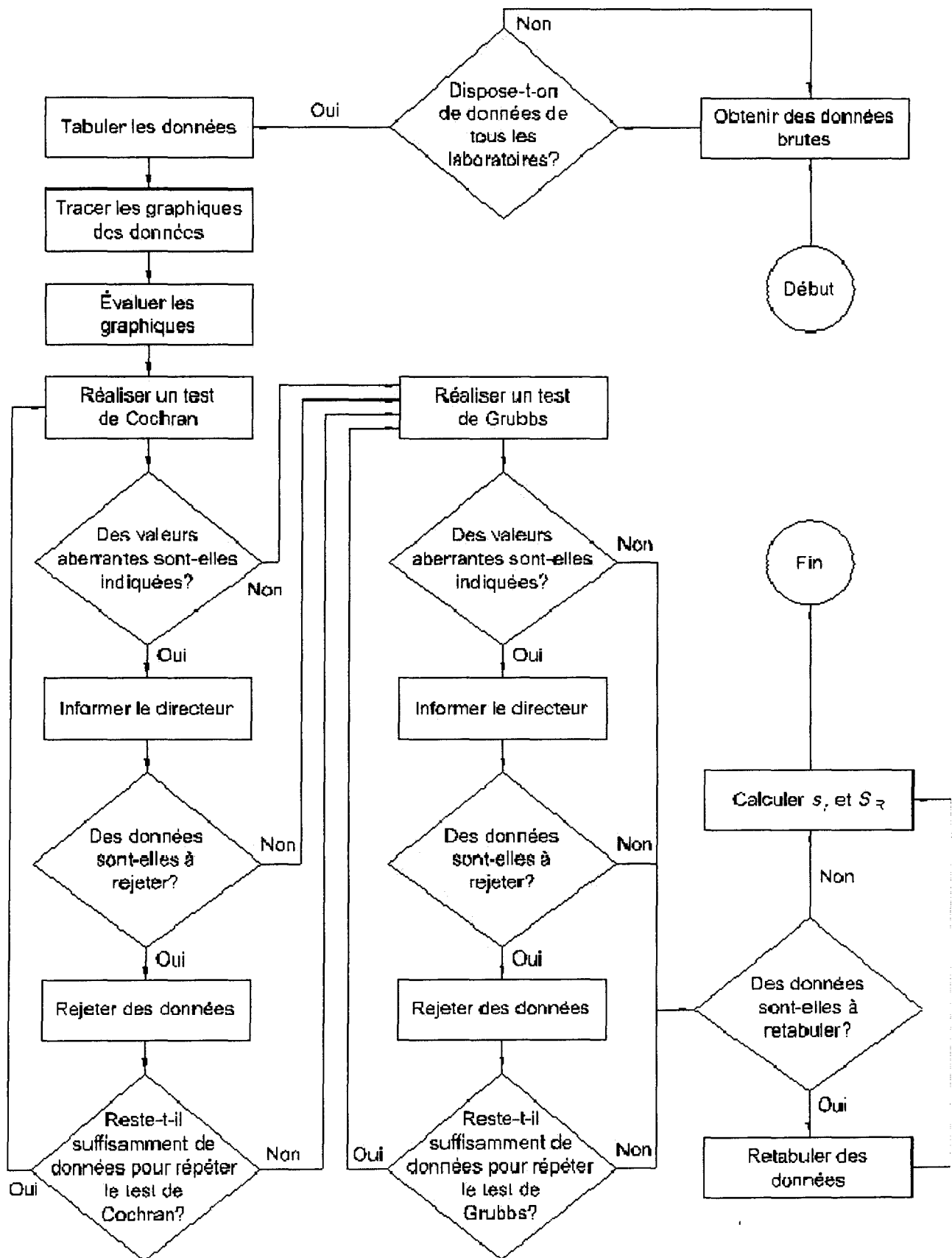
Les résultats sont d'abord présentés sous forme d'histogramme ce qui permet de constituer une image instantanée des résultats.

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 directement de la production de la SAMIR.
- 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

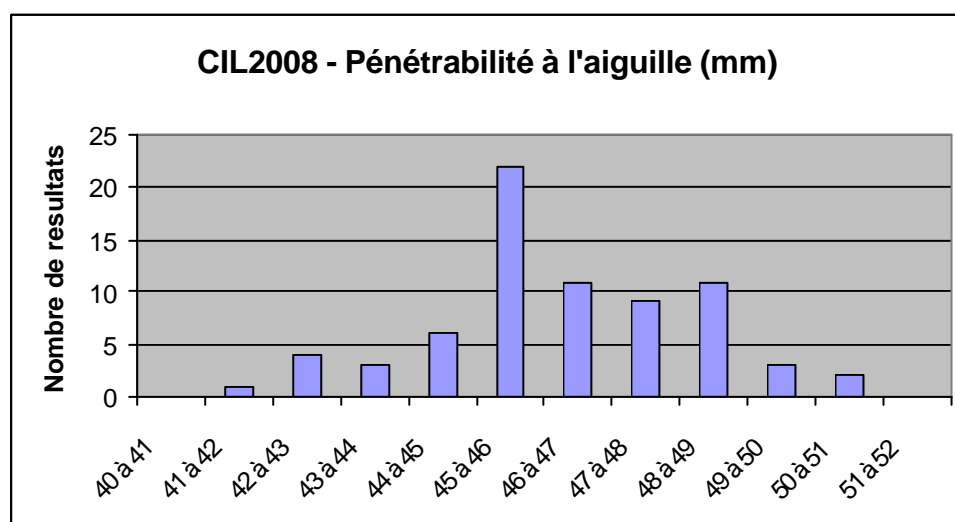
Désignation	Type d'essai	
	PA	PR
LPEE/CERIT (Casablanca)	X	X
LPEE/CTR-Sud (Agadir)	X	X
LPEE/CTR-Centre (Fès)	X	X
LPEE/CTR-Nord (Tanger)	X	X
LPEE/CTR-Gharb (Kenitra)	X	X
LPEE/CTR-Tensift (Marrakech)	X	X
LPEE/CTR-Oriental (Oujda)	X	X
LPEE/CTR-Centre nord (Meknès)	X	X

V Pénétrabilité à l'aiguille

V-1 Présentation des résultats

LABO n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
LAB1	48,0		49,0
			49,0
			48,0
LAB2			45,0
			47,0
			47,0
LAB3			48,0
LAB4			
LAB5			
LAB6			
LAB7	48,0		
	47,0		
	48,0		
LAB8	45,9		
	46,0		48,6
	45,2		45,9

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			48,67
LAB2			46,33
LAB3			45,00
LAB4			
LAB5			
LAB6	44,67		
LAB7	47,67		
LAB8	45,70		

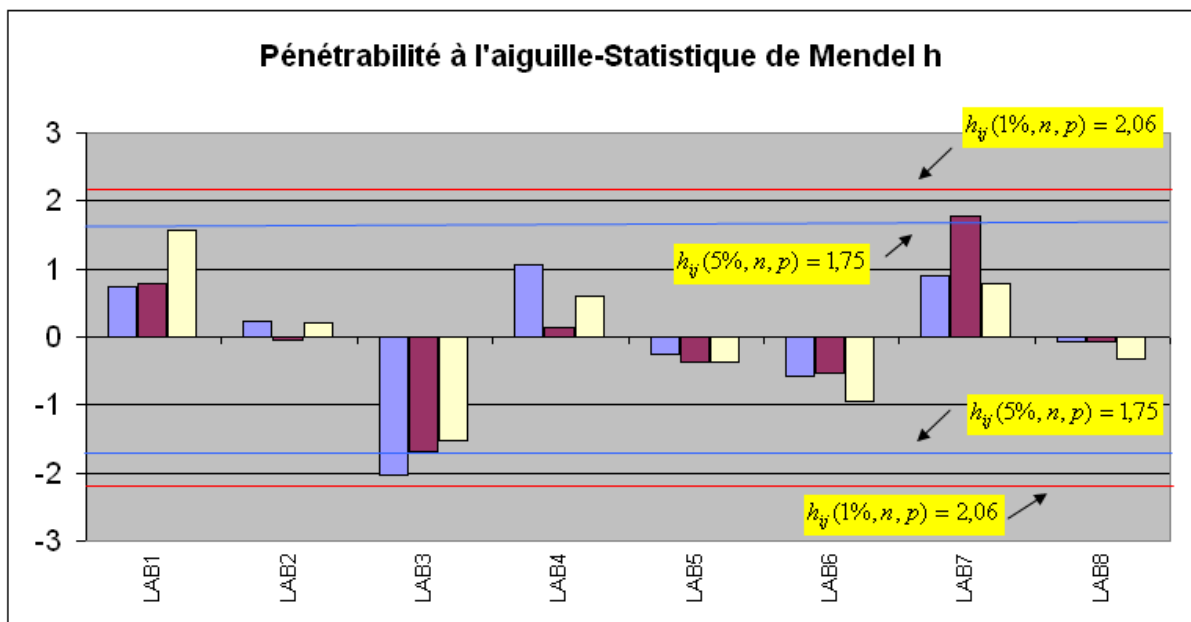
Tableau B : PA, valeurs moyennes

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	S^2_{i1}	S^2_{i2}	S^2_{i3}
LAB1			0,50
LAB2			2,00
LAB3			0,00
LAB4			
LAB5			
LAB6	0,50		
LAB7	0,00		
LAB8	0,24		

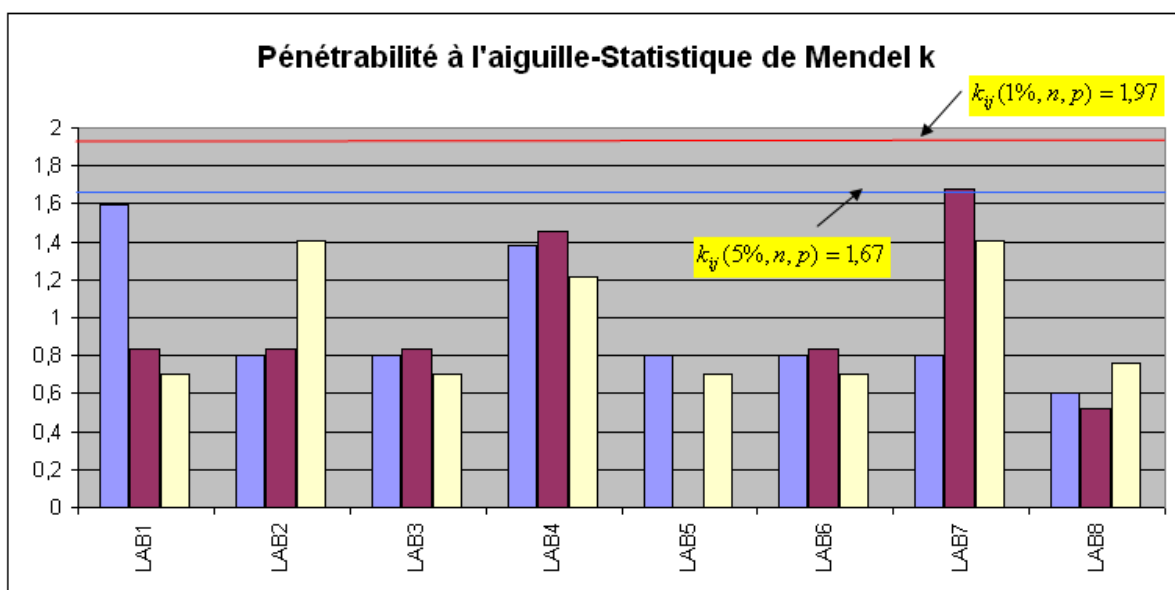
Tableau C : PA, valeurs des variances

V-2 Représentations graphiques

Le graphe h de Mendel montre que les laboratoires 3 et 7 présentent chacun une valeur suspecte (valeurs isolées)



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



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

Le graphe k de Mendel montre que le même laboratoire 7 présente une valeur suspecte (isolée).

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les valeurs dites suspectes selon les graphiques h et k de Mendel.

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

V-3 Test de Cochran

L'application du test de Cochran 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	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,318	0,351	0,247
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-4 Test de Grubbs

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	2,030	1,053	Statistique du test de Grubbs
2	1,679	1,769	
3	1,532	1,571	
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 que pour chaque niveau aucune des moyennes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

V-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	8	45,838	0,724	2,138
2	8	45,742	0,689	2,107
3	8	45,967	0,821	1,845

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
Grade 40/50	0,744	2,08	2,030	5,68

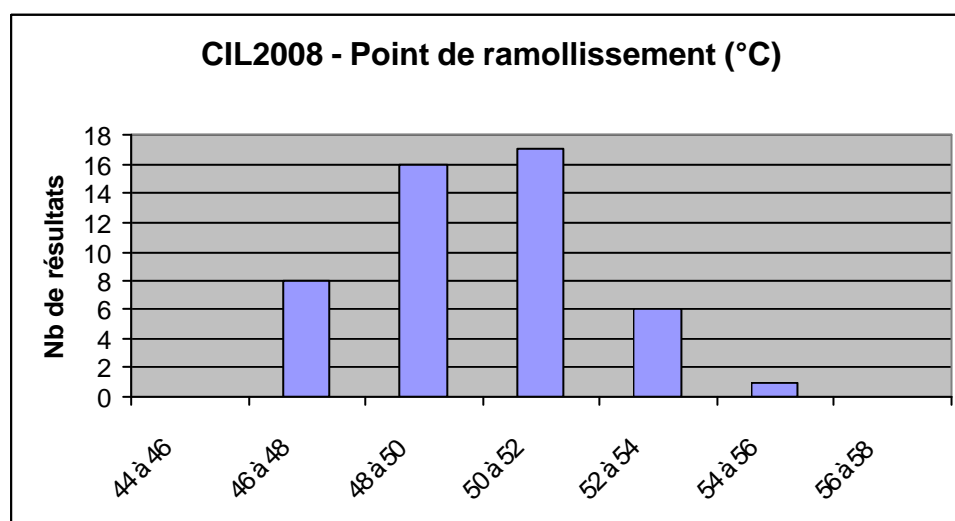
Pour les conditions opératoires (25 °C, 100g et 5s) et une pénétration inférieure en 0,1 mm à 50 les valeurs de fidélité publiées par la norme EN 1426 sont r=2 et R=3

VI Point de ramollissement

VI-1 Présentation des résultats

LABO n°	Niveau 1	Niveau 3
LAB1	46,8	47,4
	47,2	47,8
LAB2	53,0	53,0
	53,0	53,0
LAB3	50,0	50,0
	50,0	50,0
LAB4	49,0	49,0
	49,0	49,0
LAB5	49,0	49,0
	49,0	49,0
LAB6	49,2	49,2
	49,2	49,2
LAB7	48,8	48,8
	49,2	49,2
LAB8	50,8	50,4
	50,5	50,8

Tableau A : PR, Résultats bruts



PR, Histogramme des résultats bruts

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	\bar{y}_{i1}	\bar{y}_{i2}	\bar{y}_{i3}
LAB1			47,60
LAB2			53,00
LAB3			50,00
LAB4			
LAB5			
LAB6	49,10		
LAB7	49,00		
LAB8	50,65		

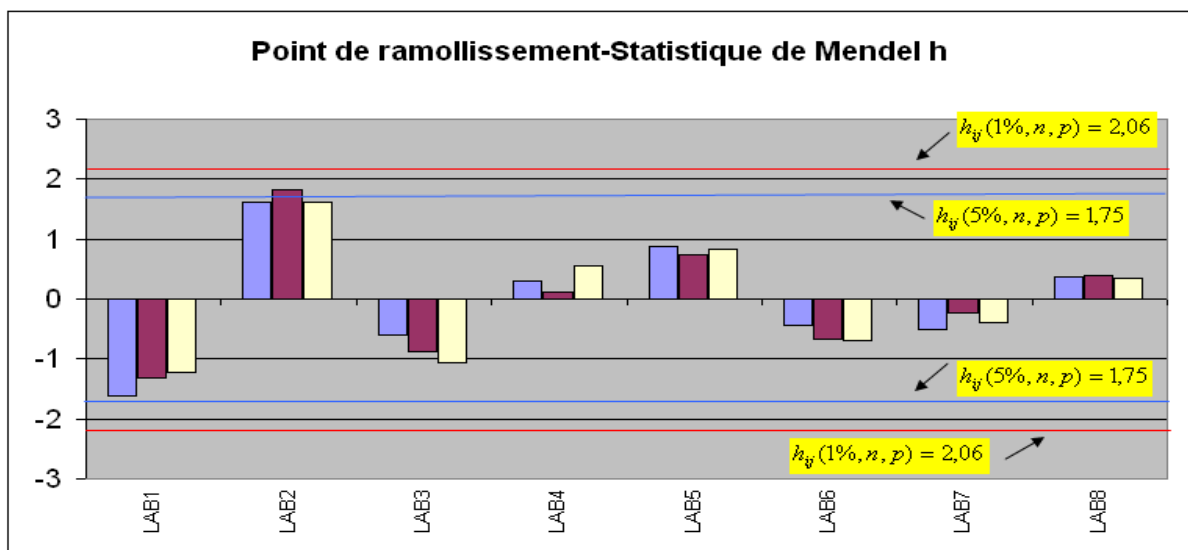
Tableau B : PR, valeurs moyennes

LABO n°	Niveau1	Niveau2	Niveau3
	S^2_{i1}	S^2_{i2}	S^2_{i3}
LAB1	0,00		0,08
LAB2			0,00
LAB3			0,22
LAB4			
LAB5	0,00		
LAB6	0,02		
LAB7	0,08		
LAB8	0,04		

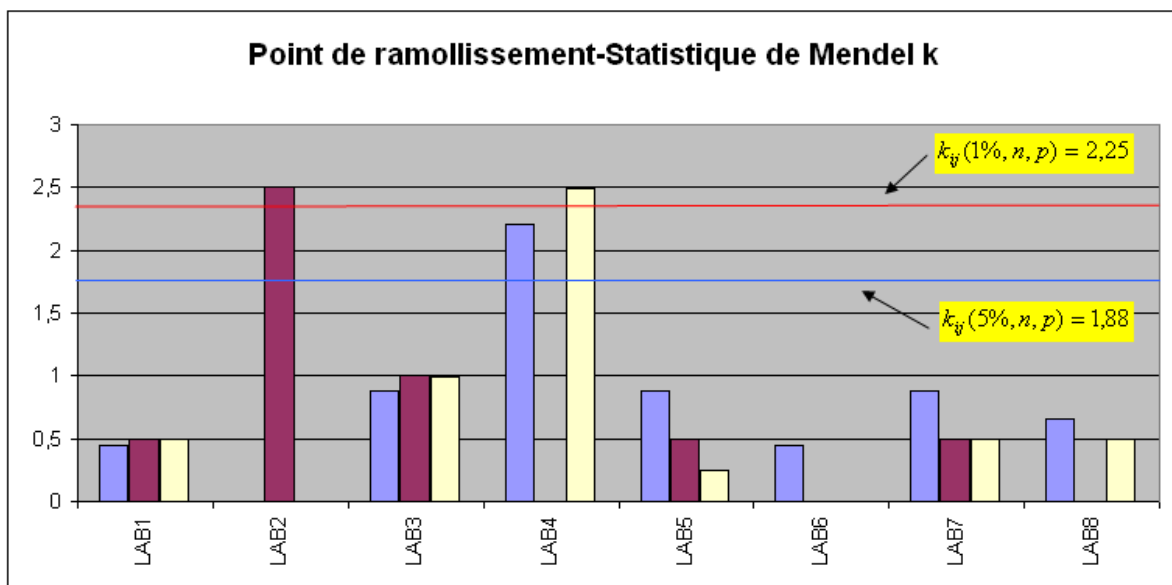
Tableau C : PR, valeurs des variances

VI-2 Représentations graphiques

Le graphe h de Mendel montre que le laboratoire 2 présente un résultat suspect (valeurs isolées)



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 le laboratoire 2 présente un résultat suspect (aberrant) et le laboratoire 4 présente deux résultats suspects (1 résultat isolé et le second aberrant).

Nous n'avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les valeurs dites suspectes selon les graphiques h et 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 $p= 8$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,680 pour 95 % et 0,794 pour 99%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,606	0,781	0,775
Résultat test =	Correct	Valeur isolée	Valeur isolée

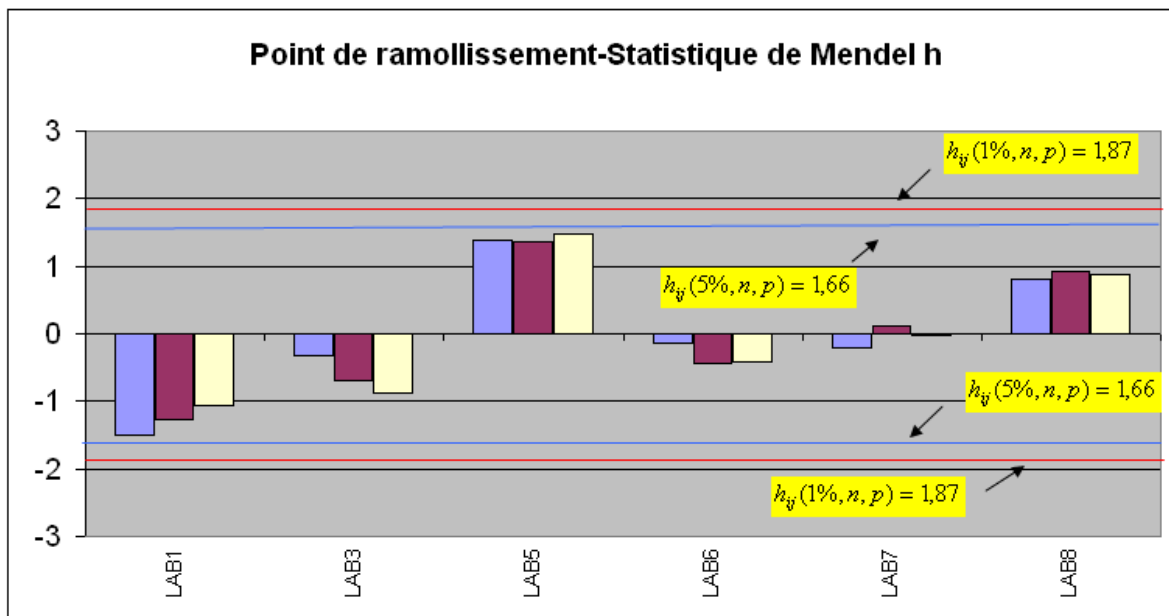
Valeurs de la statistique du test de Cochran.

Le résultat du niveau 2 déclaré isolé par le test de Cochran correspond à celui du laboratoire n° 2 et le résultat du niveau 3 qui est aussi déclaré par le test de Cochran correspond à celui du laboratoire n° 4.

Ces résultats confirment ceux des statistiques h et k de Mendel. Nous avons donc décidé d'éliminer les résultats des laboratoires n° 2 et 4 et recommencer une nouvelle itération avec les résultats des 6 laboratoires restants.

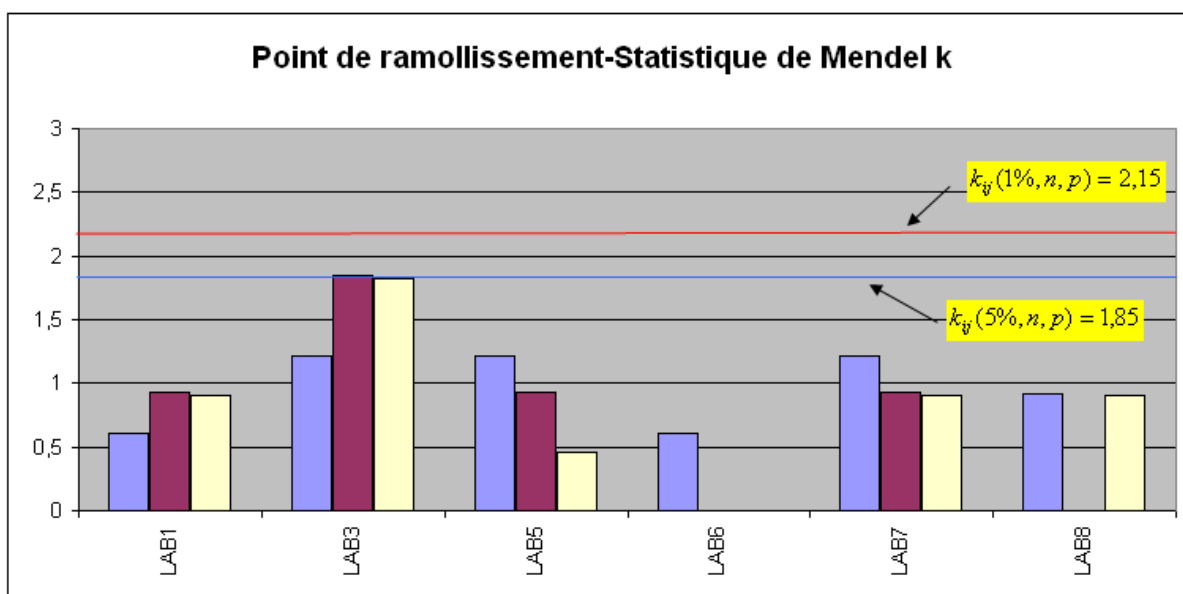
VI-4 Représentations graphiques (statistique de Mendel) deuxième itération

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux des laboratoires 2 et 4)



Point de ramollissement – Statistique de cohérence intralaboratoire de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté les labos 2 et 4.

Le graphe h de Mendel montre cette fois ci qu'aucun des laboratoires restants ne présente de valeur suspecte (aberrante)



Point de ramollissement – Statistique de cohérence intralaboratoire de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté les labos 2 et 4.

Le graphe k de Mendel montre cette fois ci que le laboratoire 3 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..

VI-5 Test de Cochran – deuxième itération

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

- Pour $n=2$ (nb de résultat par niveau) et $p=6$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,781 pour 95 % et 0,883 pour 99%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,246	0,571	0,552
Résultat test =	Correct	Correct	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

Le test de Cochran est ainsi concluant, nous pouvons effectuer le test de Grubbs.

VI-6 Test de Grubbs

A $p=6$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 1,887 pour 95 % et 1,973 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,035 pour 95 % et 0,012 pour 99%.

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

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,500	1,388	Statistique du test de Grubbs
2	1,259	1,363	
3	1,061	1,472	
Valeurs isolées	1,887		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	1,973		

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-7 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	6	49,342	0,233	1,636
2	6	49,117	0,153	1,605
3	6	49,233	0,311	1,555

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	0,2	0,6	1,6	4,5

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.