

Dossier N°: 2008.970.09.439

Rapport N° RE.08.970.009

**Attention ce rapport annule et remplace le rapport n° RE.08.970.007**

**ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES**

**CAMPAGNE 2008**

**ESSAIS SUR SOL**

**RAPPORT D'EVALUATION**

**Essai pour déterminer les caractéristiques des granulats**

**Qualification des fines**

**Essai au bleu de méthylène**

**M. BERRADA**

**Directeur du LPEE/LNM**

# SOMMAIRE

0 - Préambule

I – Références bibliographiques

II – Introduction

III Organisation et préparation

IV Liste des laboratoires participants

V Essai au bleu de méthylène

V-1 Présentation des résultats

V-2 Représentations graphiques

V-3 Test de Cochran

V-4 Test de Grubbs

V-5 Calcul de  $S_r$  et  $S_R$

## 0 – Préambule

Initialement le LPEE/LNM avait préparé, pour les besoins de cette campagne, un matériau (identifié sous le numéro PT2B) pour servir aussi bien pour l'essai d'équivalent de sable qu'à l'essai de valeur au bleu de méthylène.

Certains laboratoires se sont rendus compte au moment de l'application du protocole qui leur a été envoyé, que la quantité du matériau était insuffisante pour obtenir en fin de course huit prises d'essai (4 pour l'ES et 4 pour le VB) par passage successif dans un échantillonneur à couloir, et ont informé le LPEE/LNM. Le LPEE/LNM a adressé, après cela, une lettre, référencée AZ/AZ/970/2008/105L, le 07/07/2008 par fax à tous les laboratoires participants les informant que le matériau PT2B servirait uniquement pour l'essai d'ES et qu'un nouveau matériau, PT3A, leur sera envoyé pour l'essai de VB (Il a été clairement mentionné, dans cette lettre, que les essais au VB doivent être refaits avec le matériau PT3A par tous les laboratoires y compris ceux qui ont jugé la quantité du matériau PT2B suffisante pour les deux essais ES et VB).

Conformément à la lettre du LPEE/LNM, le laboratoire n° 4 a réalisé avec le matériau PT3A, une fois qu'il l'a reçu, l'essai de VB mais a transmis au LPEE/LNM les résultats qu'il a obtenus avec le matériau PT2B et a gardé les résultats obtenus sur le matériau PT3A qui ne les a envoyés au LPEE/LNM qu'après avoir reçu le précédent rapport.

Le laboratoire n° 3, quant à lui, a reçu le matériau PT3A, mais n'a pas refait l'essai de valeur au bleu, comme stipulé dans la lettre, en se contentant d'envoyer les résultats qu'il a obtenus avec le matériau PT2B.

Ces deux laboratoires n'ont pas mentionné sur les feuilles d'essai le numéro d'identification du matériau que le LPEE/LNM leur a attribué mais plutôt un numéro interne propre à leur laboratoire.

Ce présent rapport annule celui d'août 2008. Il reprend les résultats des 8 laboratoires et ceux du laboratoire n° 4 concernant le matériau PT3A tout en éliminant les résultats du laboratoire n° 3, puisque les résultats qu'il a communiqués ne correspondent pas à ceux obtenus avec le matériau PT3A objet de cette campagne.

# 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 granulats :

**EN 932-1(1996)**, Essai pour déterminer les propriétés générales des granulats. Partie1 : Méthodes d'échantillonnage.

**EN 932-2(1999)**, Essai pour déterminer les propriétés générales des granulats. Partie2 : Méthodes de réduction d'un échantillon de laboratoire.

**EN 939-9(1999)**, Essai pour déterminer les caractéristiques des granulats - Qualification des fines - Essai au bleu de méthylène

## 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.

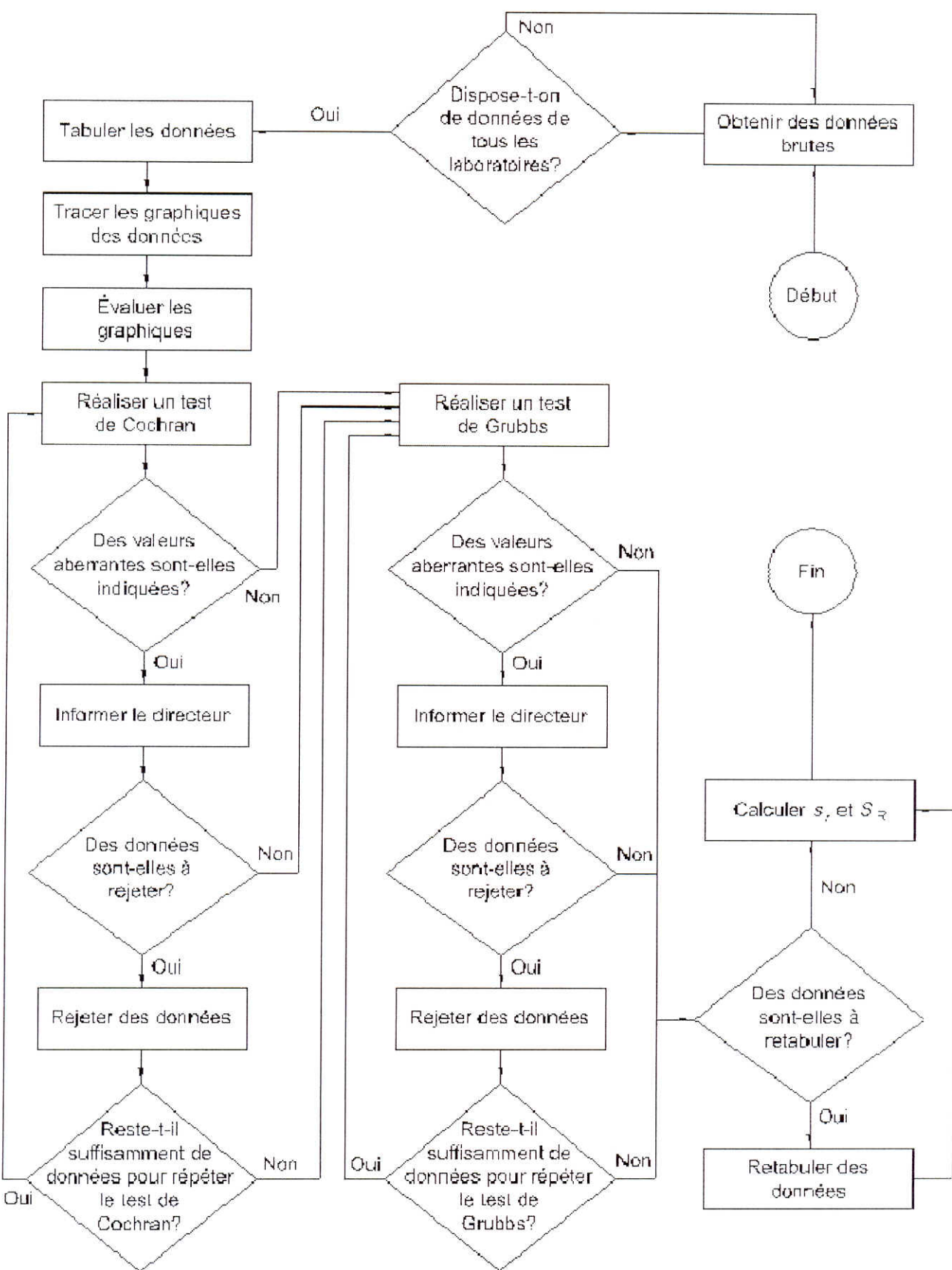
Pour assurer l'anonymat des laboratoires participants, ni les références des participants, ni le détail des valeurs numériques (individuelles ou moyennes) obtenues par chacun d'eux ne sont fournis dans ce rapport.

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 Les échantillons de sol ont été préparés par le LPEE/CERIT à partir d'un seul lot pour chaque type.
- 2 Les échantillons ont été obtenus par passage successif dans un échantillonneur à couloir
- 3 Les échantillons ont été remis aux laboratoires par le LPEE/LNM
- 4 Il a été préparé plus d'échantillons que de laboratoires participants. Le surplus a été gardé par le LPEE/LNM.
- 5 La quantité de matériaux destinée aux laboratoires leur permettant d'obtenir au moins quatre prises d'essais.
- 6 Il a été demandé à chaque laboratoire de réaliser trois essais et de garder pour un éventuel usage ultérieur l'échantillon correspondant à la quatrième prise d'essai.

### IV Liste des laboratoires participants

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

Au total 11 laboratoires ont participé à cet essai.

## V Essai au bleu de méthylène

Initialement le matériau destiné à l'essai au bleu de méthylène servirait aussi pour l'essai d'équivalent de sable

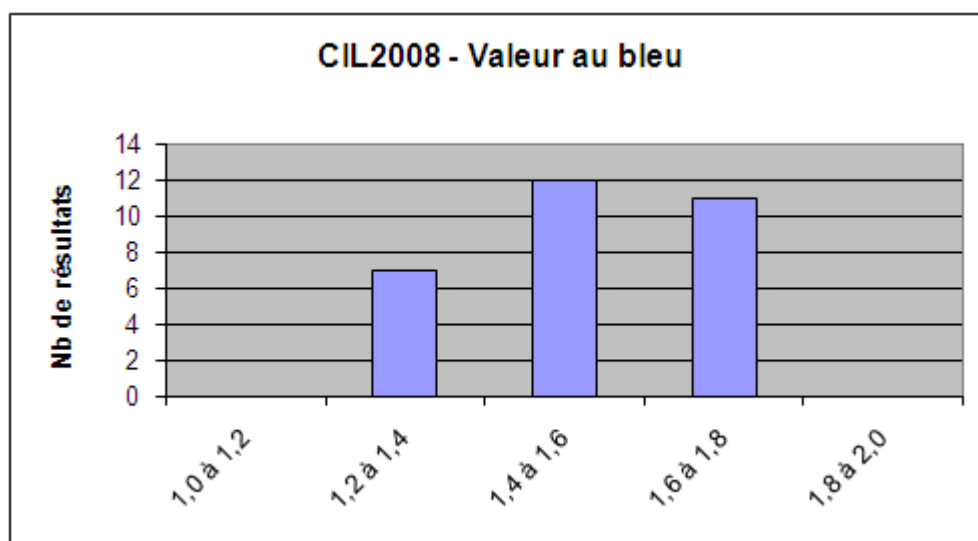
Au moment de réalisation des essais, quelques unités se sont rendu compte de la quantité insuffisante pour l'obtention de huit échantillons (4 pour l'ES et 4 pour la VB), suite à quoi nous avons demandé aux laboratoires de n'utiliser le matériau PT2B que pour l'ES et que le LPEE/LNM leurs a envoyé un autre matériau PT3A pour l'essai VB.

### V-1 Présentation des résultats

LAB1	1,5	1,5
LAB2	1,4	1,4
LAB3	/	/
LAB4	1,6	1,6
LAB5		
LAB6		
LAB7		
LAB8		1,8
LAB9		1,6
LAB10		1,6
LAB11		1,4

Résultats  
confidentiels

Tableau A : VB, Résultats bruts sans les résultats du labo. 3



VB, Histogramme des résultats individuels bruts sans les résultats du labo. 3

<b>LAB n°</b>	<b>LAB X</b>	<b>LAB Z</b>	<b>LAB A</b>	<b>LAB Y</b>	<b>LAB M</b>	<b>LAB U</b>
<b>Moyenne</b>	1,40	1,57	/	1,65	1,23	1,60
<b>LAB n°</b>	<b>LAB P</b>	<b>LAB Q</b>	<b>LAB R</b>	<b>LAB E</b>	<b>LAB S</b>	
<b>Moyenne</b>	1,45	1,61	1,53	1,30	1,47	

**Tableau B : VB, Résultats moyennes bruts sans les résultats du labo. 3**

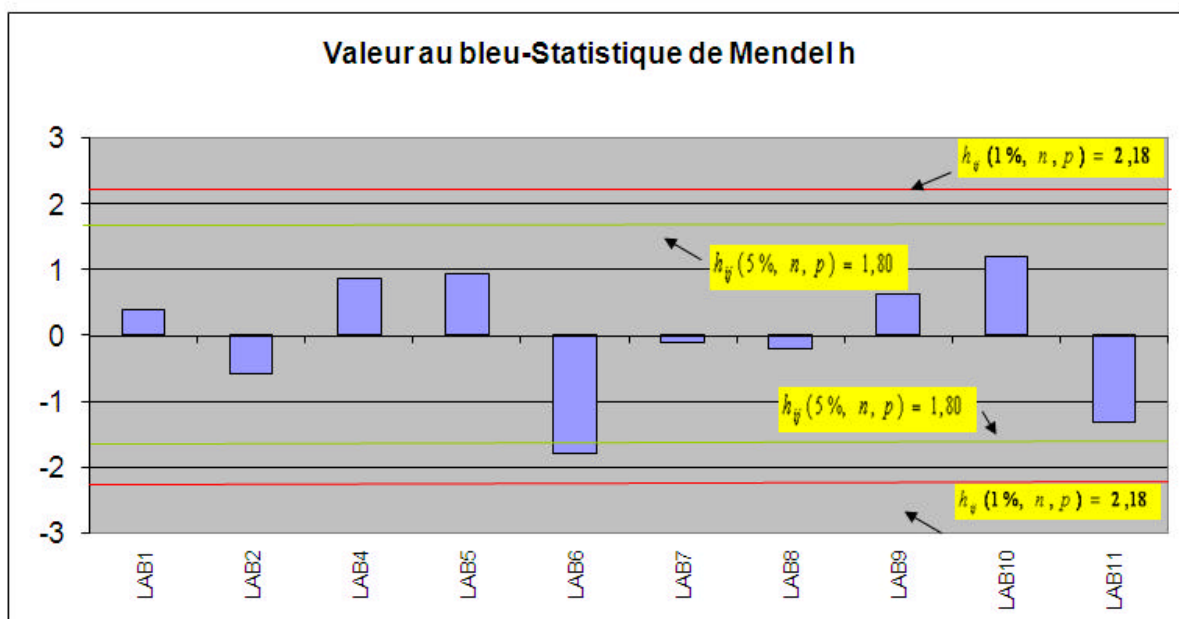
Nota : Les références des laboratoires sont données ainsi pour garder l'esprit de l'anonymat.

<b>LAB n°</b>	<b>LAB X</b>	<b>LAB Z</b>	<b>LAB A</b>	<b>LAB Y</b>	<b>LAB M</b>	<b>LAB U</b>
<b>Variance</b>	0,003	0,010	0,014	0,000	0,010	0,003
<b>LAB n°</b>	<b>LAB P</b>	<b>LAB Q</b>	<b>LAB R</b>	<b>LAB E</b>	<b>LAB S</b>	
<b>Variance</b>	0,001	0,003	/	0,002	0,003	

**Tableau C : VB, Variance des résultats bruts sans les résultats du labo. 3**

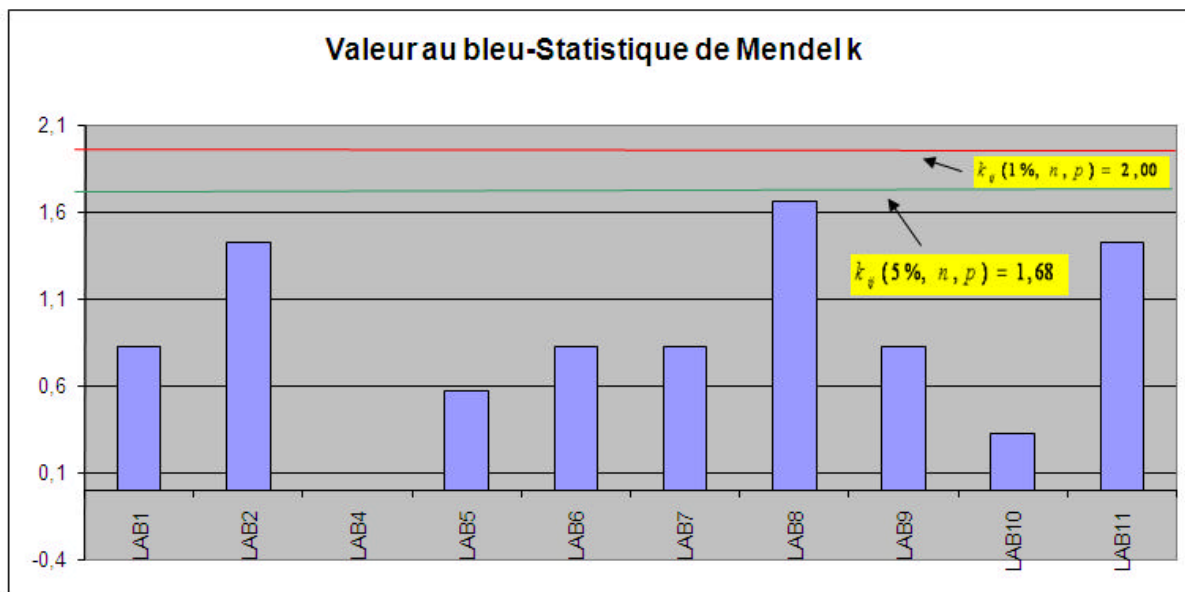
Nota : Les références des laboratoires sont données ainsi pour garder l'esprit de l'anonymat.

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



**Valeur au bleu – Statistique de cohérence interlaboratoire de Mendel, h, groupée par laboratoires sans les résultats du labo. 3.**

Le graphe h de Mendel montre que le laboratoire 6 présente une valeur suspecte (isolée)



**Valeur au bleu – Statistique de cohérence intralaboratoire de Mendel, k, groupée par laboratoires sans les résultats du labo. 3.**

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

Nous n’avons pas jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d’éliminer la valeur dite suspecte selon le graphiques h 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  $p= 10$  (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,445 pour 95 % et 0,536 pour 99%.

C Cochran	0,278
Résultat test =	Correct

**Valeurs de la statistique du test de Cochran.**

- La valeur statistique du test Cochran est égale à 0,278 ce qui correspond à une valeur correcte.

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

## V-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 :

	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
	1,802	1,206	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'aucunes des moyennes restantes inférieures ou supérieures n'est suspecte.

## V-11 Calcul de $S_r$ et $S_R$

Pour  $P=10$  (nombre de laboratoires restant) et  $n=3$  (nombre d'essais), les valeurs, obtenues, de fidélité pour les mesures de la valeur au bleu de méthylène pour une valeur moyenne  $m=1,48$  sont :

Méthode d'essai	Condition de répétabilité		Condition de reproductibilité	
	Ecart type de répétabilité <b><math>S_r</math></b>	limite de répétabilité <b><math>r</math></b>	Ecart type de reproductibilité <b><math>S_R</math></b>	limite de reproductibilité <b><math>R</math></b>
Fraction 0/2 mm	0,07	0,20	0,15	0,42

A ce jour il n'y a pas de données de fidélité publiées par la norme (EN 933-9).