



LABORATOIRE NATIONAL DE METROLOGIE

Km 7, Route d'El Jadida - Casablanca

Tél.: (212) 022 48 87 27 / 28 et 94

Fax: (212) 022 98 25 72

Dossier N°: 2011.140.09.140-2

Rapport N° RE.11.140.004

ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES

CAMPAGNE 2011

ESSAIS SUR BETON DURCI

RAPPORT D'EVALUATION

Mesure du temps de propagation du son

M. BERRADA
Directeur du LPEE/LNM

SOMMAIRE

I – Références bibliographiques

II – Introduction

III Organisation et préparation

IV Liste des laboratoires participants

V Mesure par transparence du temps de propagation du son

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

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 directives 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 le béton durci :

NM 10.1.061:2008 (Identique à EN 12350-2:1999), Essais pour béton frais. Partie2 : Essai d'affaissement.

NM 10.1.067:2008 (Identique à EN 12390-1:2001), Essais pour béton durci. Partie1 : Formes, dimensions et autres exigences relatives aux éprouvettes et aux moules.

NM 10.1.068:2008 (Identique à EN 12390-2:2001), Essais pour béton durci. Partie2 : Confection et conservation des éprouvettes pour essais de résistances.

NM 10.1.124:2008 (Identique à EN 12504-4:2005), Essais pour béton dans les structures. Partie4 : Détermination de la vitesse de propagation du son.

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 LPEE/LNM dans ces nouvelles missions est chargé de la préparation, l'organisation et l'exploitation des essais d'intercomparaison. Le LPEE/LNM peut, le cas échéant, s'appuyer sur la logistique qui lui est offerte par les laboratoires d'essai qu'il qualifié et ce pour mener à bien cette tâche.

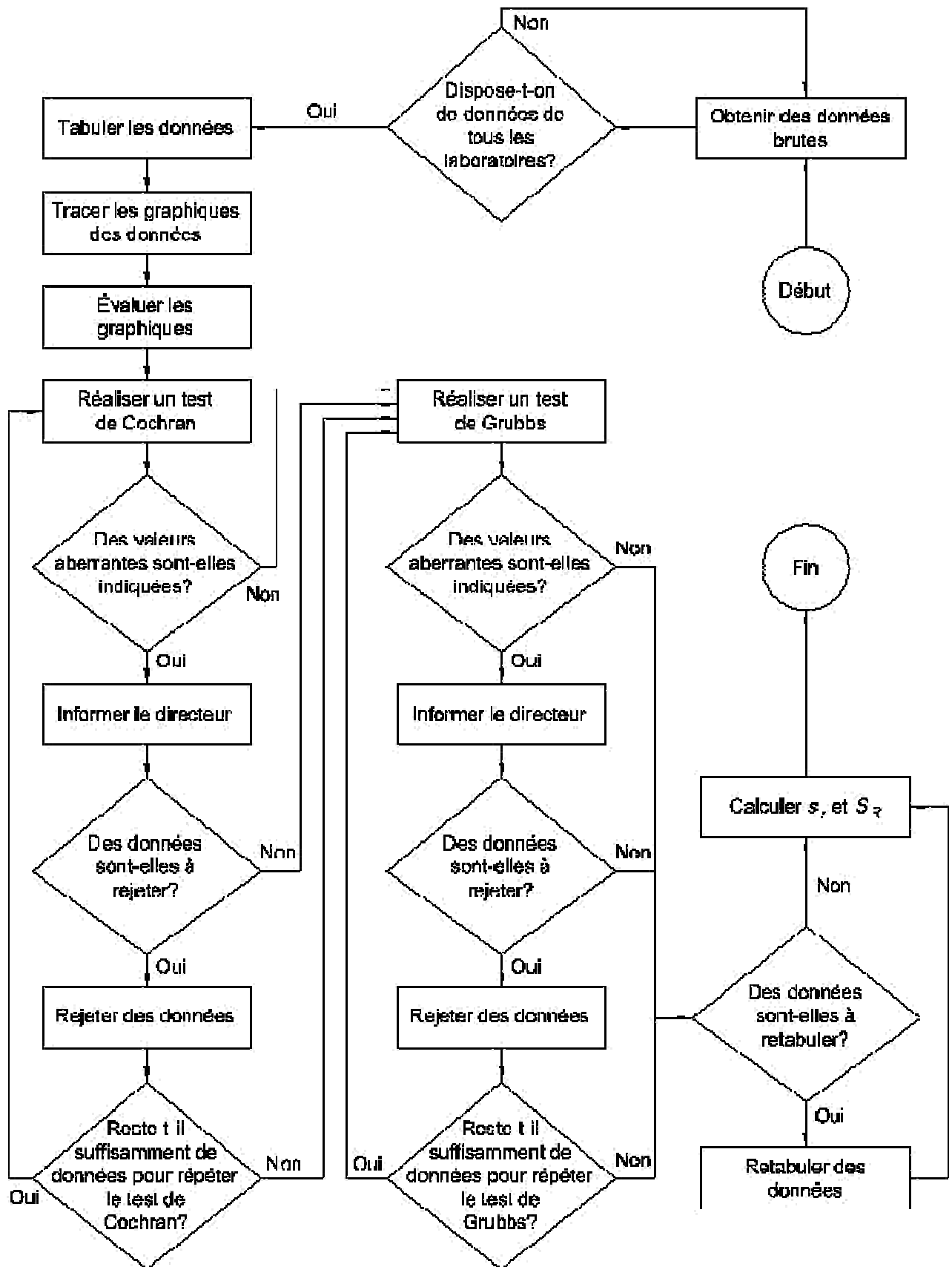
Le présent rapport est un compte rendu de l'organisation, par le LPEE/LNM, de la seconde campagne d'essai d'aptitude sur béton durci et des résultats obtenus à cette occasion. Il n'entre pas dans les attributions du LPEE/LNM de distribuer de bons ou mauvais points, mais de fournir un moyen objectif pour 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 présenté 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- Le béton a été confectionné et délivré par une centrale de BPE. Pour la présente campagne, nous n'avons pas jugé utile l'utilisation de deux types de béton ou plus. La classe du béton n'a pas été communiquée aux laboratoires participants.
- 2- La distance séparant le lieu de la centrale à béton et le lieu de la confection des éprouvettes est de 500 mètres environ.
- 3- La fabrication des éprouvettes a été confiée au laboratoire de chantier (SONADAC-Lissassfa) dépendant du LPEE/CTR-Casa et sous la supervision du LPEE/LNM
- 4- Les moules utilisés pour la confection des éprouvettes sont en métal, neufs et conformes aux spécifications de la norme EN 12390-1
- 5- Il a été confectionné (21 Avril 2011) 100 cylindres du béton de forme 150/300 mm
- 6- Le béton utilisé présente un affaissement (EN 12350-2:1999) de 7,0 cm
- 7- Le serrage du béton est réalisé à l'aide d'un ensemble moteur électrique-aiguille vibrante vérifié par le LPEE/LNM et déclaré conforme aux spécifications de la norme EN 12390-2.
- 8- La confection des 100 cylindres (hors temps de finition des faces supérieures des éprouvettes) a duré deux heures environs
 - Une personne chargée du déversement du béton de la toupie dans la brouette.
 - Une personne pour l'acheminement à l'aide d'une brouette du béton au lieu de la confection des éprouvettes
 - Une personne pour le remplissage des moules
 - Une personne pour le serrage du béton
- 9- Les 100 éprouvettes n'ont été démoulées qu'après 24 heures (la norme EN 12390-2 préconise une durée entre 16 heures et 3 jours) de la date de leur confection après avoir subi une cure initiale (24 heures) en moules dans la zone de coulage du laboratoire (température d'environ 25 °C).
- 10- Chaque laboratoire avait trois éprouvettes.
- 11- L'acheminement des éprouvettes aux laboratoires était assuré par le LPEE/LNM à l'exception de celles destinées au LPEE/CTR-SUD, LPEE/LP-LAAYOUNE et le LPEE/CTR-TETOUAN. Un agent du LPEE/CTR-SUD s'était chargé de l'acheminement des éprouvettes du LPEE/CTR-SUD et du LPEE/LP-LAAYOUNE Les éprouvettes du LPEE/TETOUAN ont été acheminées par son propre agent.
- 12- Afin que les éprouvettes soient acheminées aux laboratoires participants dans un laps temps sans qu'elles subissent des dégradations 3 véhicules ont été utilisés. Les éprouvettes après démoulage ont été entreposées sur un lit de sable, humidifiée au préalable, dans des caisses en bois. Durant tout le chemin elles sont mouillées par de l'eau courante.
- 13- Les directions prises par les véhicules sont :
 - Tanger avec escale à Kenitra
 - Oujda avec escale à Meknès et Fès
 - Marrakech avec escales à El Jadida et Safi

Les éprouvettes du LP-LAAYOUNE ont passé deux nuits dans la salle de conservation du LPEE/CTR-SUD (Agadir) avant d'être acheminées à LAAYOUNE.

- 14- Les laboratoires ont conservés les éprouvettes dans leurs salles de conservation soit dans des bacs d'eau (température $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) pour 14 laboratoires ou en salle humide (température $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ – hygrométrie relative $\geq 95\%$) pour 4 laboratoires
- 15- Les éprouvettes sont restées conservées dans les salles de conservation des laboratoires jusqu'à la date prévue par les essais (19 Mai 2011) ce qui correspond à 28 jours d'âge pour le béton)
- 16- Les essais sont réalisés selon la norme EN 12504-4 pour la mesure par transparence du temps de propagation du son.

IV Liste des laboratoires participants

Les laboratoires ayant pris part à cette campagne de comparaison inter-laboratoires sont :

- **LABOTEST-Kenitra,**
- **LPEE/CSTC-Casa,**
- **LPEE/CTR-Casa,**
- **LPEE/CTR-Fès,**
- **LPEE/CTR-Meknès,**
- **LPEE/CTR-Nord,**
- **LPEE/CTR-Tensift,**
- **LPEE/CTR-Oriental,**
- **LPEE/CTR-Sud**
- **LPEE/CTR-Tétouan,**
- **LPEE/LR-Safi,**
- **NBR-Casa et**
- **OCIT-Casa**

Au total 13 laboratoires ont participé à cette campagne.

LAB n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
LAB11	61,8		
	60,0		
LAB12			
LAB13	58,7		57,9

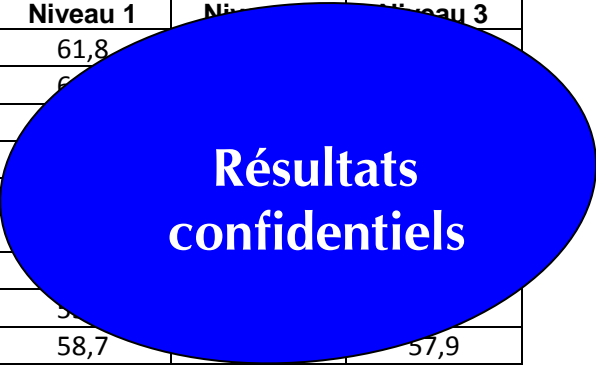
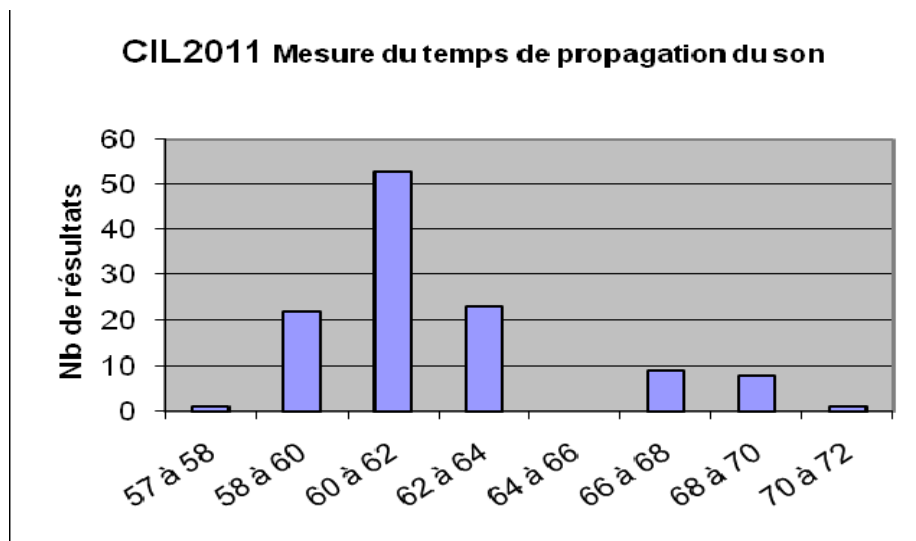


Tableau A : Résultats bruts (suite)

Les résultats bruts des mesures soniques présentés dans l'histogramme suivant :



Histogramme des résultats bruts

LABO N°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
	mi1		
LAB01	58,0		
LAB02			
LAB03			
LAB04			
LAB05			
LAB06			
LAB07			
LAB08			
LAB09			
LAB10			
LAB11			
LAB12			
LAB13	58,5		

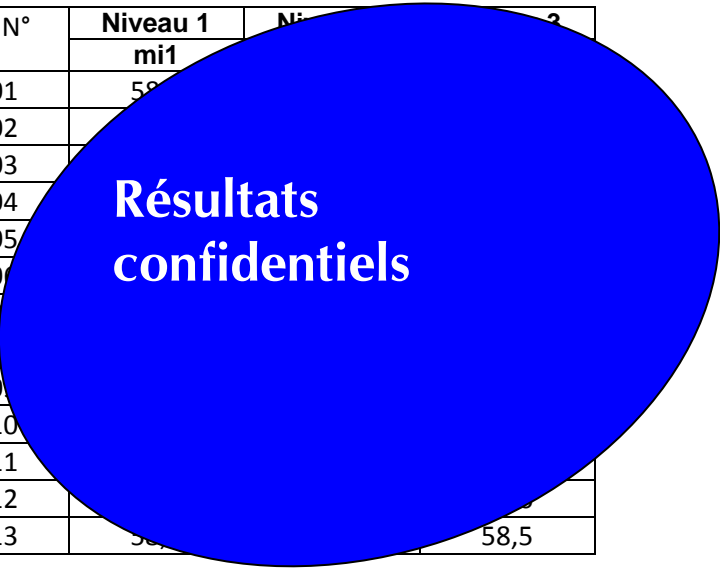


Tableau B : Moyenne des temps par éprouvette et par laboratoire (μs)

Les variances de chaque laboratoire et par niveau sont présentées dans le tableau dit C

LABO N°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
	S^2_{i1}	S^2_{i2}	S^2_{i3}
LAB01	0,023		
LAB02	0,06		
LAB03	0,06		
LAB04			
LAB05			
LAB06			
LAB07			
LAB08			
LAB09			
LAB10			0,10
LAB12			0,570
LAB13	0,023		0,023

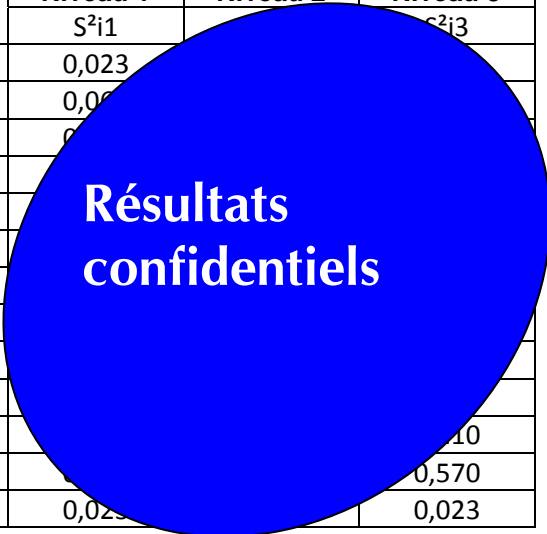
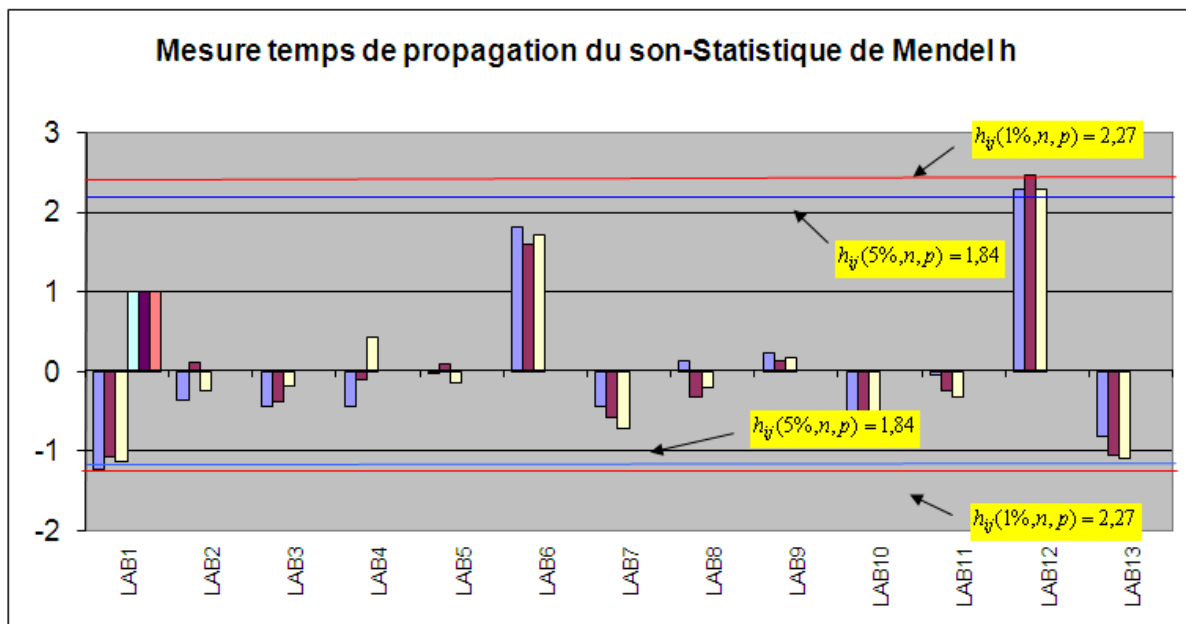


Tableau C : Variance (μs^2)

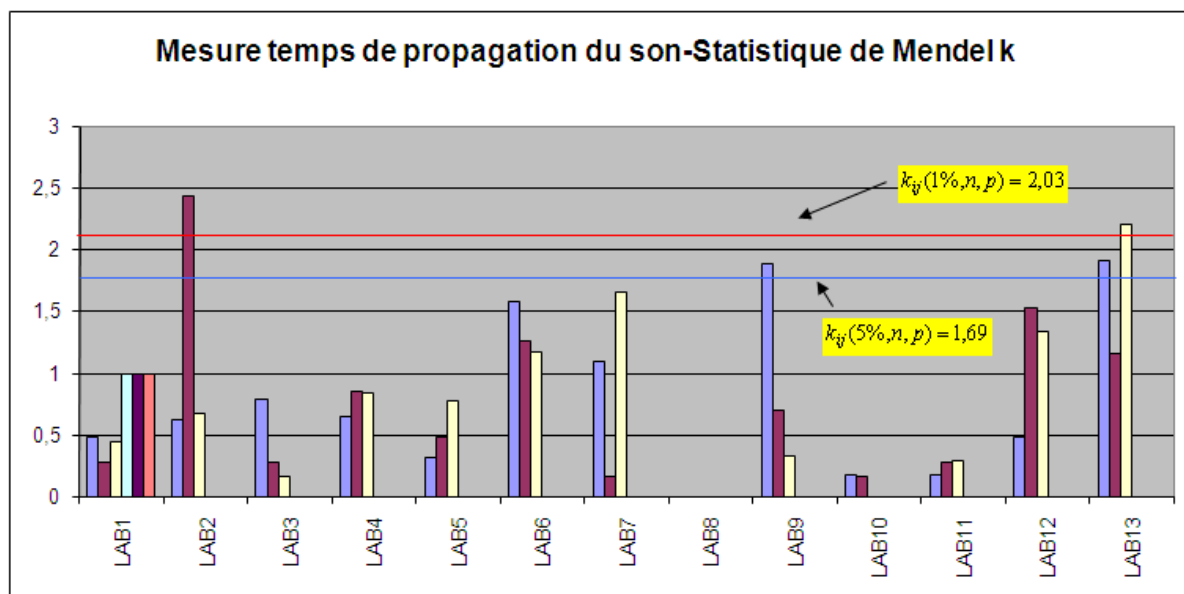
V-2 Représentations graphiques

Le graphe h de Mendel montre que les résultats moyens du laboratoire LAB12 (Valeurs aberrantes pour la statistique h de Mendel) sont supérieurs à ceux de tous les laboratoires et ce pour tous les niveaux.



Mesure du temps de propagation du son sur éprouvettes de béton durci – Statistique de cohérence interlaboratoire de Mendel, h, groupée par laboratoires.

Le graphe k de Mendel montre plutôt une grande variabilité (dispersion) pour les laboratoires LAB02 (valeur aberrante pour le niveau 2), LAB09 (valeur isolée pour le niveau 1) et LAB13 (valeur isolée pour le niveau 1 et aberrante pour le niveau 3).



Mesure du temps de propagation du son sur éprouvettes de béton durci – Statistique de cohérence intralaboratoire de Mendel, k, groupée par laboratoires.

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. Toutefois les tests de Cochran et de Grubbs peuvent confirmer ou non notre décision.

V-3 Test de Cochran

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

- Pour $n=3$ (nb de résultat par niveau) et $p=13$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,371 pour 95 % et 0,450 à pour 1%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,281	0,458	0,375
Résultat test =	Correct	Valeur aberrante	Valeur isolée

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

- Au niveau 1 l’écart type maximal a donnée une valeur statistique du test égale à 0,281 ce qui correspond à une valeur correcte.

- Au niveau 2, la plus grande valeur de l’écart type S est pour le laboratoire LAB02. Elle a donné une valeur statistique du test égale à 0,458 ce qui correspond bien à une valeur aberrante.

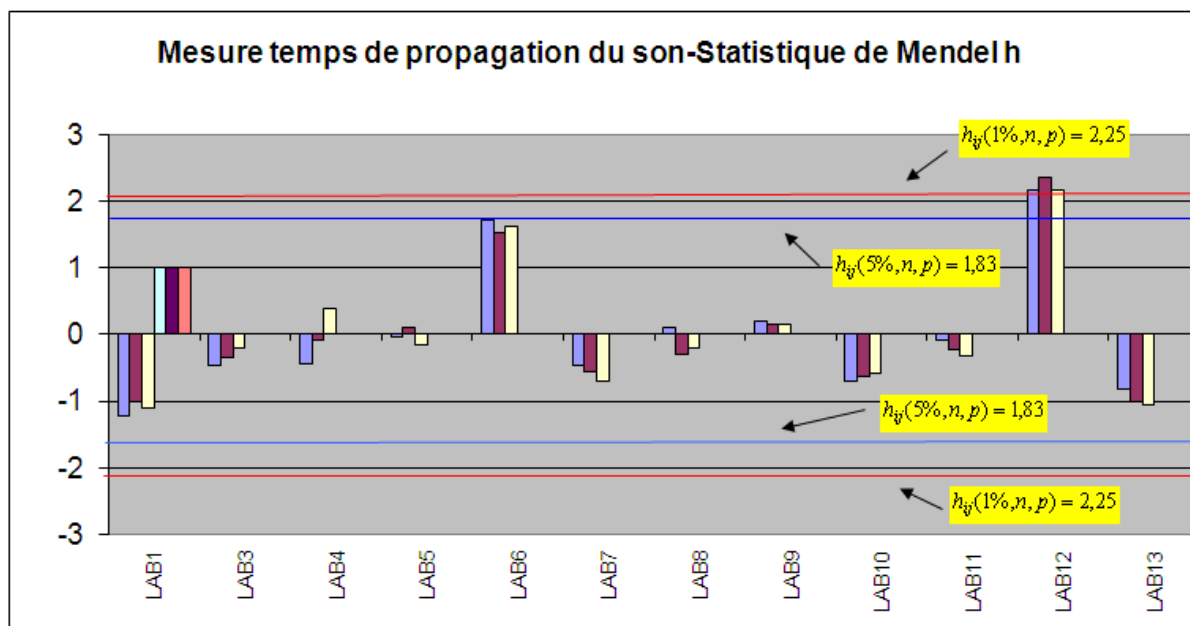
- Au niveau 3, la plus grande valeur de l’écart type S est pour le laboratoire LAB13. Elle a donné une valeur statistique du test égale à 0,357 ce qui correspond bien à une valeur isolée.

Nous procédons à l'élimination des résultats du laboratoire LAB02 (rappelons nous que les résultats du laboratoire LAB02 ont été déclarés aberrantes par la statistique k de Mendel)

Nous allons maintenant recommencer les mêmes traitements avec les résultats restants

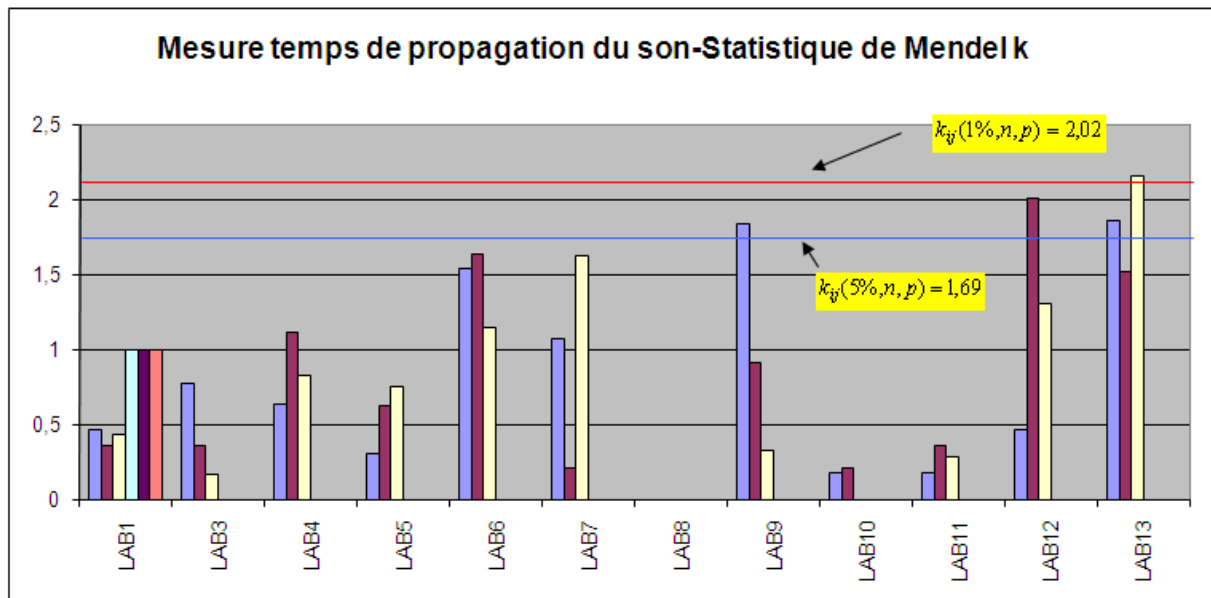
V-4 Représentations graphiques (statistique de Mendel) deuxième itération

Les statistiques h et k de Mendel sur les résultats restants (sans ceux du laboratoire LAB02)



Mesure du temps de propagation du son sur éprouvettes de béton durci – Statistique de cohérence inter-laboratoires de Mendel, h, groupée par laboratoires excepté le labo LAB02.

Le graphe h de Mendel montre toujours que les résultats moyens du laboratoire LAB12 sont suspects (Valeur aberrante pour la statistique h de Mendel cette fois ci pour le niveau 2 et isolées pour les 2 autres niveaux).



Mesure du temps de propagation du son sur éprouvettes de béton durci – Statistique de cohérence intra-laboratoires de Mendel, k, groupée par laboratoires excepté le labo LAB02.

Le graphe k de Mendel quand à lui montre toujours une grande variabilité (dispersion) mais cette fois pour les laboratoires LAB09 (valeur isolée pour le niveau 1), LAB12 (valeur isolée pour le niveau 2) et LAB13 (valeur isolée pour le niveau 1 et aberrante pour le niveau 3).

Nous n'avons pas, à nouveau, jugé utile, dans la suite de traitement des résultats, d'éliminer les valeurs dites suspectes selon les graphiques h et k de Mendel, les tests de Cochran et de Grubbs confirmeront ou non notre décision.

V-5 Test de Cochran – deuxième itération

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

- Pour $n=3$ (nb de résultat par niveau) et $p=12$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de Cochran sont 0,392 pour 95 % et 0,475 à pour 1%.

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
C Cochran	0,290	0,336	0,389
Résultat test =	Correct	Correct	Correct

Valeurs de la statistique du test de Cochran.

Le résultat du test de Cochran est maintenant concluant, nous pouvons réaliser les tests de Grubbs.

V-6 Test de Grubbs

A $p=12$ Les valeurs critiques de Grubbs sont, pour le Grubbs simple 2,412 pour 95 % et 2,636 pour 99 % et pour le Grubbs double 0,254 pour 95 % et 0,174 pour 99%.
L'application du test de Grubbs aux moyennes donne les résultats suivants :

Niveau	Simple inférieur	Simple supérieur	Type du test
1	1,215	1,215	Statistique du test de Grubbs
2	1,017	1,017	
3	1,108	1,108	
Valeurs isolées	2,412		Valeurs critiques de Grubbs
Valeurs aberrantes	2,636		

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. Nous pouvons maintenant calculer les paramètres de fidélité.

V-5 Calcul de S_r et S_R

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

Niveau	P_j	m_j	S_{rj}	S_{Rj}
1	12	61,98	0,326	3,177
2	12	62,36	0,274	3,308
3	12	62,08	0,350	3,277

Valeurs calculées de m_j , S_{rj} et S_{Rj} pour la mesure du temps de propagation du son sur éprouvettes de béton durci.

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
Cylindres (160 mm de diamètre et 320 mm de hauteur)	0,5	1,4	5,2	14,7

A ce jour il n'y a pas de données de fidélité publiées par la norme (EN 12504-4).