

LABORATOIRE PUBLIC D'ESSAIS ET D'ETUDES
LABORATOIRE NATIONAL DE METROLOGIE
Km 7, Route d'El Jadida OASIS –Casablanca Maroc-
Fax + 212.522 98-25-72 Tél. + 212.522 48-87-28/29/27
E.mail : berrada@lpee.ma Web : www.lpee.ma/central/lnm.htm

Dossier N°: 2010.970.09.812
Rapport N° RE.10.970.007

ESSAIS DE COMPARAISON INTERLABORATOIRES
CAMPAGNE 2010
ESSAIS SUR ENROBES BITUMIMEUX
RAPPORT D'EVALUATION

Mélanges bitumineux
Confection d'éprouvettes à la presse à cisaillement giratoire
(PCG).
Détermination de l'indice du compactage (indice des vides)

LPEE / LNM
M. BERRADA
Directeur du LNM
Tél.: 022 48 87 27 Fax : 022 98 25 72

SOMMAIRE

I – Références bibliographiques

II – Introduction

III Organisation et préparation

IV Liste des laboratoires participants

V Essai de compactage à la PCG-Traitement des résultats.

V-1 Présentation des résultats bruts

V-2 Représentations graphiques des résultats bruts

V-3 Application du test de Cochran

V-4 Déterminations des scores Z

V-5 Calcul de Sr et SR

I – Références bibliographiques

Les méthodes, les test statistiques et les tables statistiques utilisées sont décrites dans les norme ISO 5725-2(1994) et ISO/CEI 17043

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 EN 12697-31(2007), Mélanges bitumineux Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud. Partie 31 : Confection d'éprouvettes à la presse à compactage giratoire.

NF EN 12697-35 + A1(2007), Mélanges bitumineux Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud. Partie 5 : Malaxage en laboratoire.

NF EN 12697-5(2010), Mélanges bitumineux Méthode d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud. Partie 5 : Masse volumique réelle (MVR) des matériaux bitumineux.

NF EN 12697-6(2003) Mélanges bitumineux

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

II – Introduction

La fonction d'un laboratoire, d'essais ou d'analyses, 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 confiées au LNM. la préparation, l'organisation et l'exploitation des essais d'intercomparaison. Le LPEE/LNM, 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 présenté sous forme d'histogramme ce qui permet de constituer une image instantanée des résultats.

LA STRUCTURE GENERALE DES TESTS EST :

- Test de COCHRAN

- 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 **

- Test pour les scores Z

-Si $|z| \leq 2,0$ indique des performances satisfaisantes et ne génère aucun signal.

-Si $2,0 < |z| \leq 3,0$ indique des performances discutables et génère un signal d'avertissement.

-Si $|z| > 3,0$ indique des performances insatisfaisantes et génère un signal d'action.

III Organisation et préparation :

- 1 Pour les besoins de cette campagne, la méthode suivi consiste à l'envoi aux unités participantes 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 de concassage classe 0/4
 - Gravette classe 4/10
 - Gravette classe 10/14
 - Bitume classe 20/30
- 3 La composition minérale fournie aux unités participantes est comme suit :
 - Sable c 0/4 : 45 %
 - Gravette c 4/10 : 25 %
 - Gravette c 10/14: 30 %
 - Bitume c 20/30 : 5,5 %
- 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 et déterminer ainsi la compacité.

Cette composition minérale est le fruit d'une étude de formulation pour atteindre une valeur cible pour une MVR de 2,536 g/cm³.

IV Liste des laboratoires participants

Désignation	Type d'essai
	Essai à la PCG
LPEE/CERIT (Casablanca)	X
LPEE/CTR-Sud (Agadir)	X

V Essai de compactage à la PCG (Compacité)

V-1 Présentation des résultats bruts

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

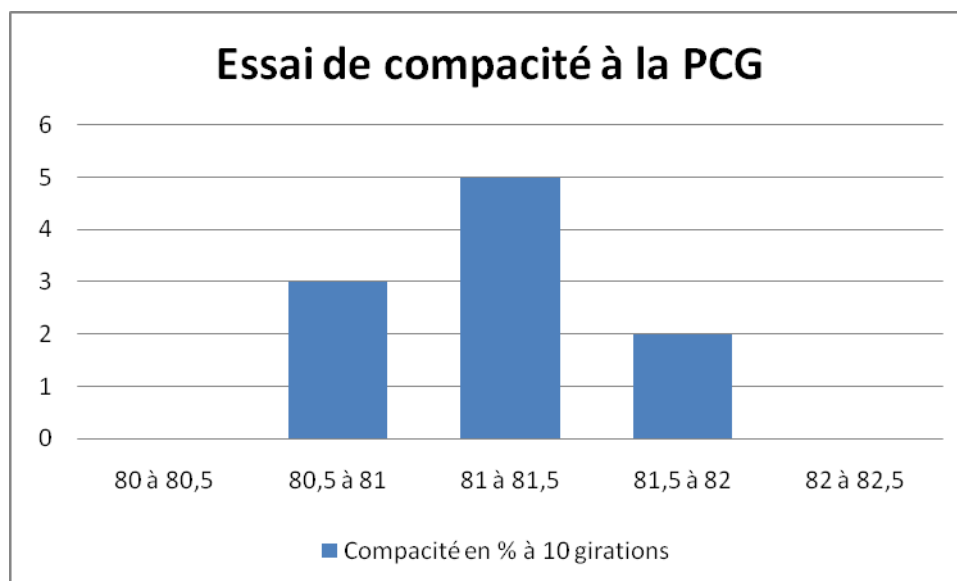
LABO n°	10 girations		100 girations	
	Compacité (%)	Compacité (%)	Compacité (%)	Compacité (%)
T1	81,300	81,300	91,300	91,300
	80,700	80,700	90,700	90,700
	81,000	81,000	91,000	91,000
T2	81,800	81,800	91,800	91,800
	81,800	81,800	91,800	91,800
	80,800	80,800	90,800	90,800

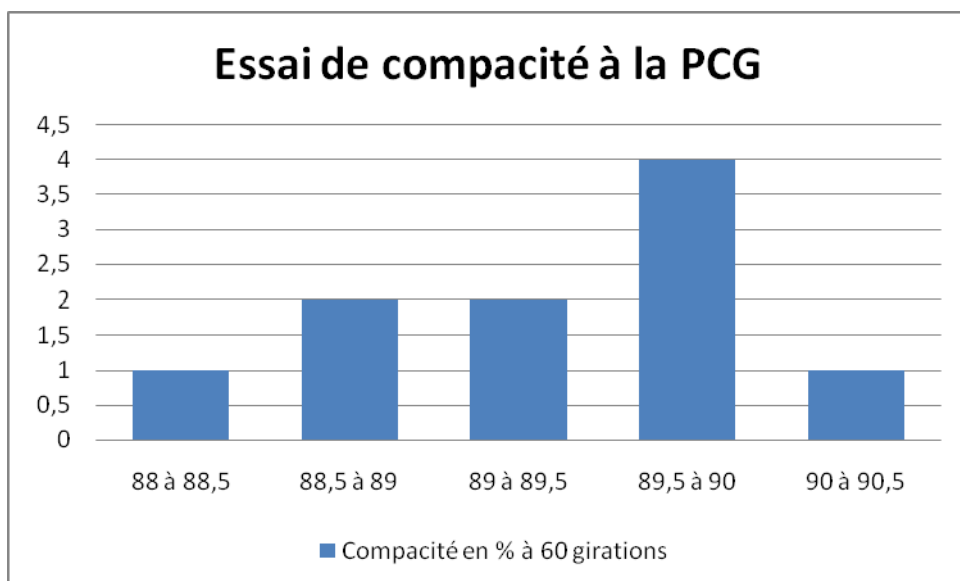
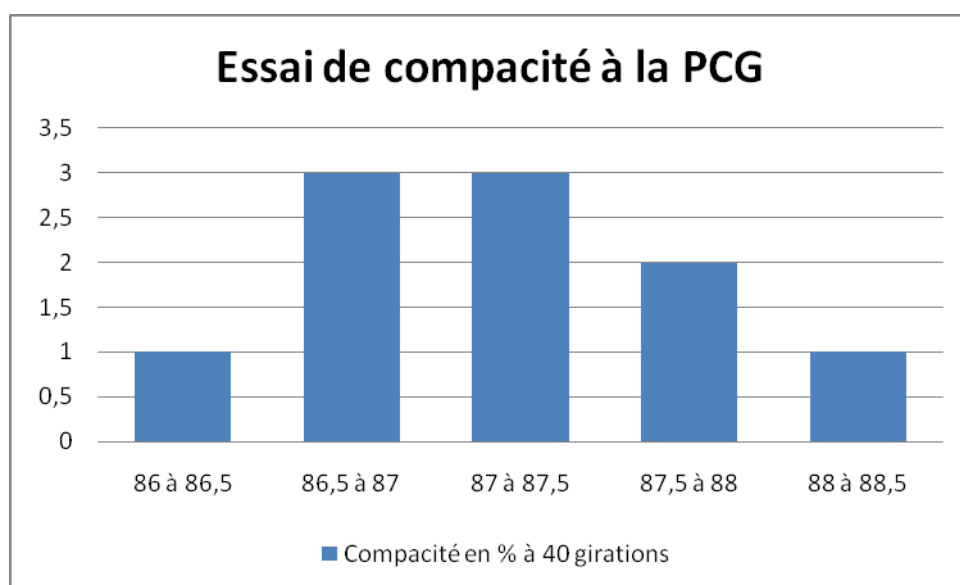
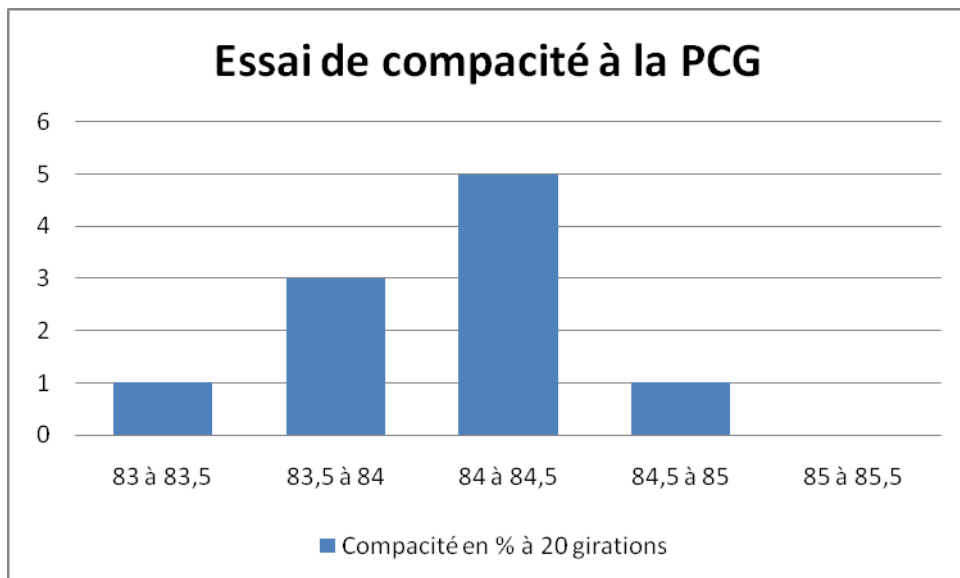
Résultats confidentiels

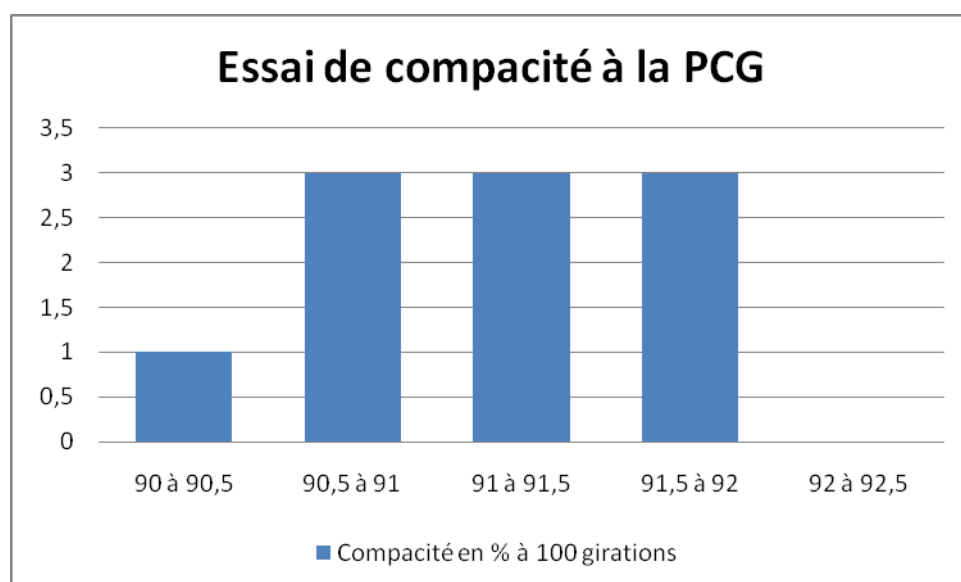
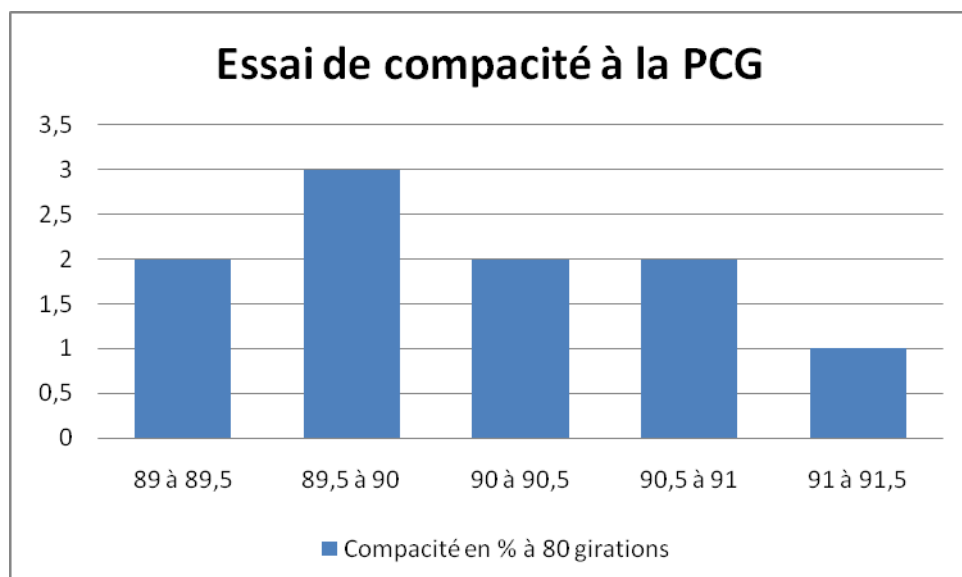
**Tableau A Résultats bruts
Compacité (%)**

V-2 Représentation graphique des résultats bruts

Les valeurs brutes de la compacité, pour différentes girations, obtenues par chaque laboratoire sont données dans le graphique suivant :







V-3 Test de Cochran

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

- Pour $n=5$ (nb de résultats par niveau) et $p=2$ (nb de laboratoires) les valeurs critiques de COCHRAN sont 0,906 pour 95 % et 0,959 pour 99 %.

	Niveau 1 pour					
	10 girations	20 girations	40 girations	60 girations	80 girations	100 girations
C Cochran	0,511	0,617	0,609	0,655	0,629	0,627
Résultats du test	Correct	Correct	Correct	Correct	Correct	Correct

Compte tenu du nombre limité des laboratoires participants (deux), nous ne pouvons pas appliquer le test de Grubbs qui, quand à lui, nécessite la participation d'au moins trois laboratoires.

V-4 Calcul des Scores Z

Trois Scores Z ont été calculés et les résultats du test obtenus sont les suivants :

V-4-1 Résultats des Scores Z (Classique)

LABO n°	Valeurs des Scores Z (Moyenne ou Classique) pour une compacité à					
	10 girations	20 girations	40 girations	60 girations	80 girations	100 girations
T1	-0,71	-0,71	-0,71	-0,71	-0,71	-0,71
T2	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71

V-4-2 Résultats des Scores Z (Référence)

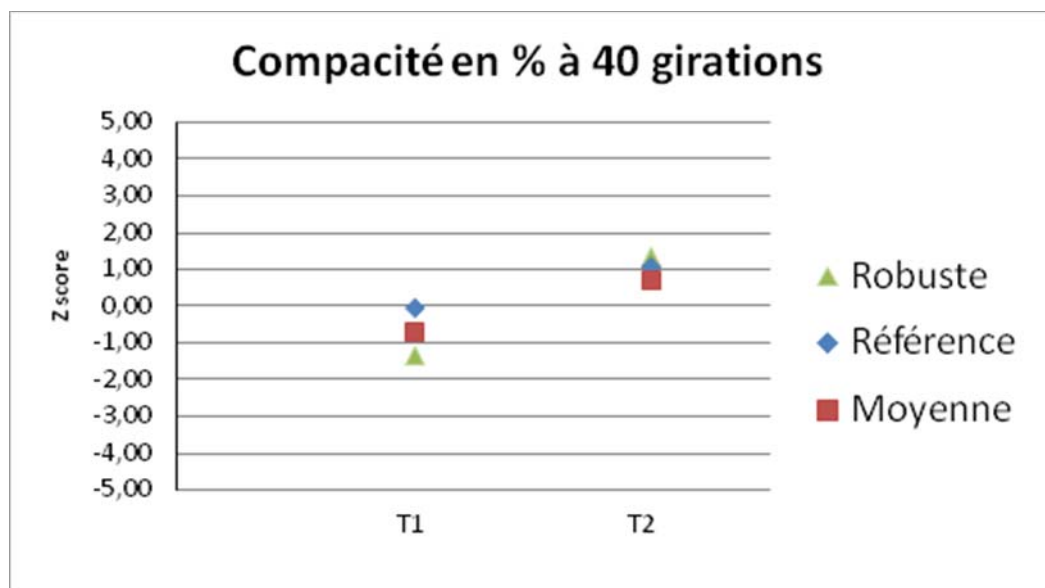
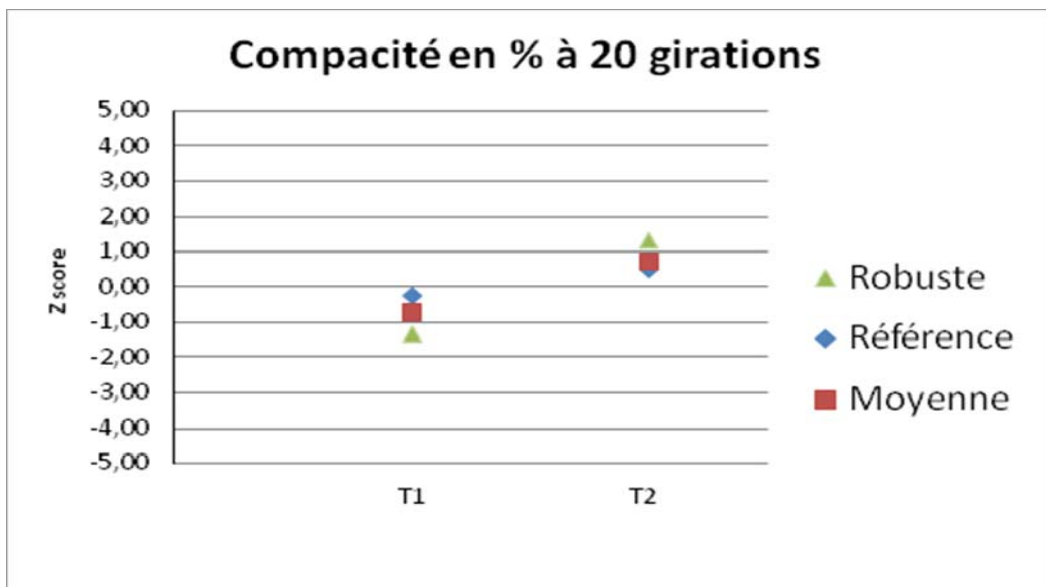
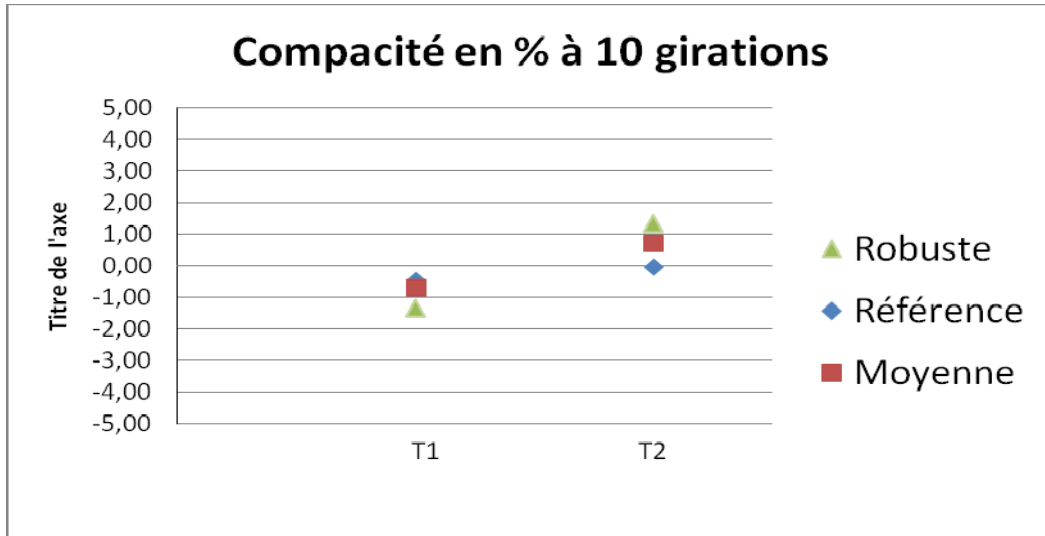
LABO n°	Valeurs des Scores Z (Référence) pour une compacité à					
	10 girations	20 girations	40 girations	60 girations	80 girations	100 girations
T1	-0,49	-0,25	-0,05	0,13	-0,26	0,18
T2	-0,05	0,48	1,08	1,32	1,64	1,64

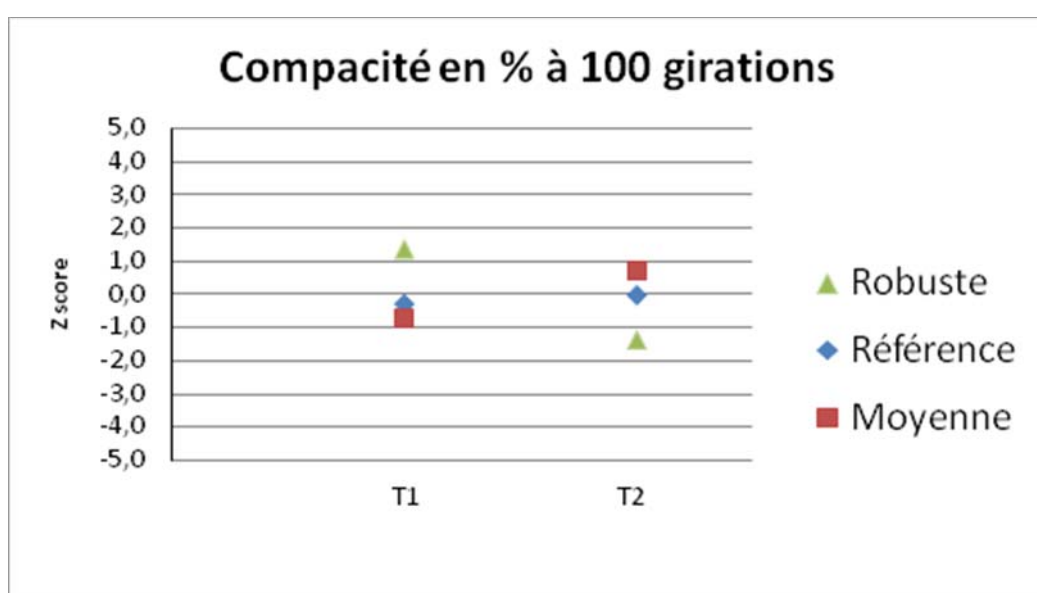
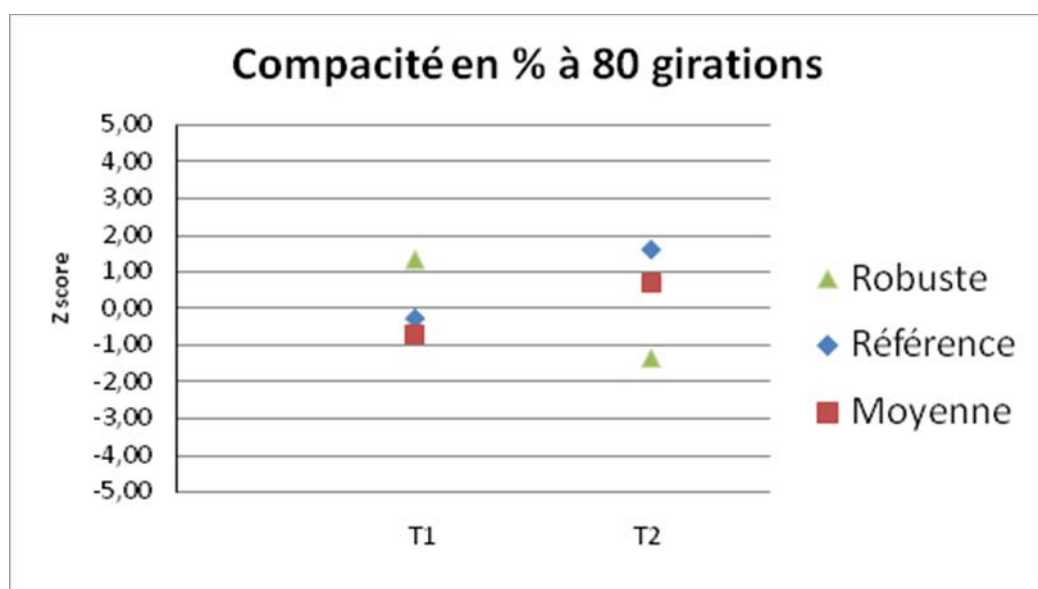
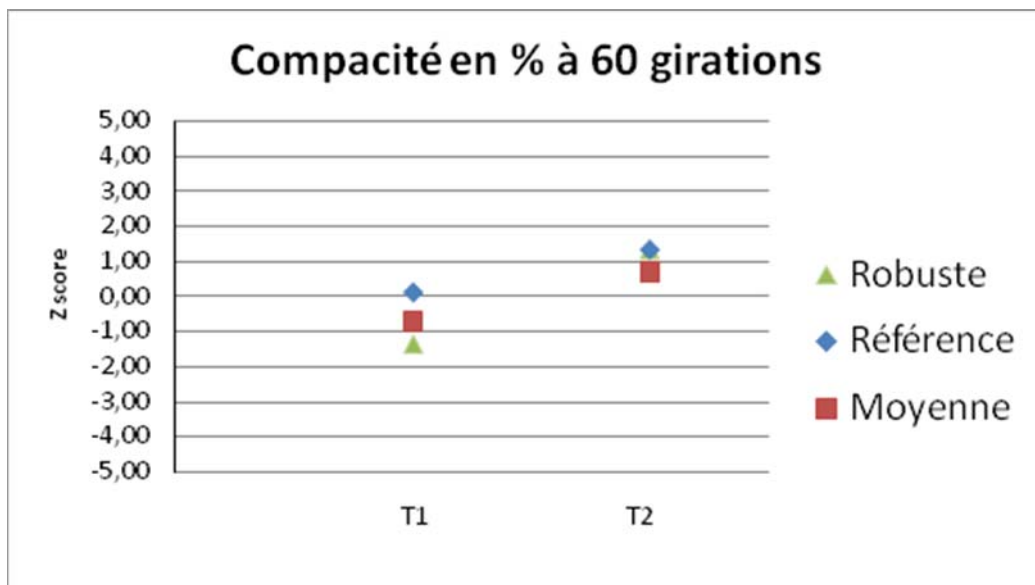
V-4-3 Résultats des Scores Z (Robuste)

LABO n°	Valeurs des Scores Z (Robuste) pour une compacité à					
	10 girations	20 girations	40 girations	60 girations	80 girations	100 girations
T1	-1,35	-1,35	-1,35	-1,35	1,35	1,35
T2	1,35	1,35	1,35	1,35	-1,35	-1,35

Les valeurs des Scores Z (Classiques, Moyennes et Robustes) sont tous inférieures à 2 ce qui conduit à conclure que les performances des laboratoires participants sont tous satisfaisantes et qu'il n'y a pas lieu de générer des signaux d'avertissements et d'actions.

V-4-4 Représentation graphique des résultats des Scores Z :





V-5 Calcul de S_r et S_R

Pour $P = 2$ (nombre de laboratoire) et $n = 5$ (nombre d'essais), les valeurs obtenues, de fidélité pour les mesures de la compacité 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
Compacité (%)	à 10 girations	0,374	1,048	0,389	1,089
	à 20 girations	0,339	0,950	0,477	1,335
	à 40% de giration	0,335	0,939	0,591	1,655
	à 60 girations	0,357	1,000	0,625	1,750
	à 80 girations	0,265	0,741	0,706	1,976
	à 100 girations	0,344	0,962	0,595	1,665

Les valeurs de fidélité publiées dans la norme (NF EN 12697-31) sont

$$S_r^{norme} = 0,339\% , r = 0,950\% , S_R^{norme} = 0,494\% \text{ et } R = 1,384\%$$

Et ce pour **60 girations**.