



**ESSAIS INTER LABORATOIRES**  
**CLUB LABORATOIRES :**  
**COTITA OUEST**

Alençon, le 29 septembre 2014

Affaire suivie par : Jérôme JARRY ☎ 02 33 81 27 00:

**Campagne d'essais croisés inter laboratoire**

**Laboratoire organisateur :** IFSTTAR Nantes

**Matériaux :** Enrobé bitumineux

**Essais :** Masse volumique réelle  
Masse volumique apparente

**Normes de référence :** NF EN 12697-5 (mars 2010) :  $\rho_{mv}$  (MVRE)  
*Mode opératoire A : méthode volumétrique*

NF EN 12697-6 (août 2012) :  $\rho_{bsea}$  (MVA)  
*Mode opératoire C : éprouvette paraffinée*

**ANNÉE 2014**

## RESULTATS DES ESSAIS INTERLABORATOIRES

### Essais sur enrobés bitumineux

#### Masse volumique réelle et masse volumique apparente

	labo	$\rho_{mv}$ (MVRE)	$\rho_{bsea}$ (MVA)
		Mg/m <sup>3</sup>	Mg/m <sup>3</sup>
1	A	2,599	2,568
		2,612	2,533
		2,601	2,548
2	B	2,605	2,543
		2,622	2,539
		2,598	2,521
3	C	2,642	2,542
		2,641	2,550
		2,641	2,560
4	D	2,601	2,540
		2,590	2,558
		2,590	2,559
5	E	2,612	2,559
		2,608	2,536
		2,607	2,568
6	F	2,595	2,550
		2,589	2,558
		2,588	2,564
7	G	2,614	2,577
		2,605	2,536
		2,602	2,558
8	H	2,598	2,552
		2,618	2,539
		2,638	2,522
9	I		2,593
			2,476
			2,549
10	J		2,575
			2,564
			2,558
11	K		2,459
			2,474
			2,385
12	L		2,556
			2,548
			2,492
13	M		2,521
			2,524
			2,538
14	N		2,522
			2,532
			2,486
15	O		2,506
			2,562
			2,538
<b>Moyennes</b>		<b>2,609</b>	<b>2,536</b>

# ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général :  $\rho_{mv}$  (MVRE) en  $Mg/m^3$

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H
MVRE	2,599	2,605	2,642	2,601	2,612	2,595	2,614	2,598
MVRE	2,612	2,622	2,641	2,590	2,608	2,589	2,605	2,618
MVRE	2,601	2,598	2,641	2,590	2,607	2,588	2,602	2,638
Moy MVRE	2,604	2,608	2,641	2,594	2,609	2,591	2,607	2,618
Écart	0,013	0,024	0,001	0,011	0,005	0,007	0,012	0,040

Pour chaque Laboratoire, l'écart doit être inférieur à r.

Moyenne = 2,609      Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 2,598  
 Maximum = 2,642      Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 2,620  
 Minimum = 2,588

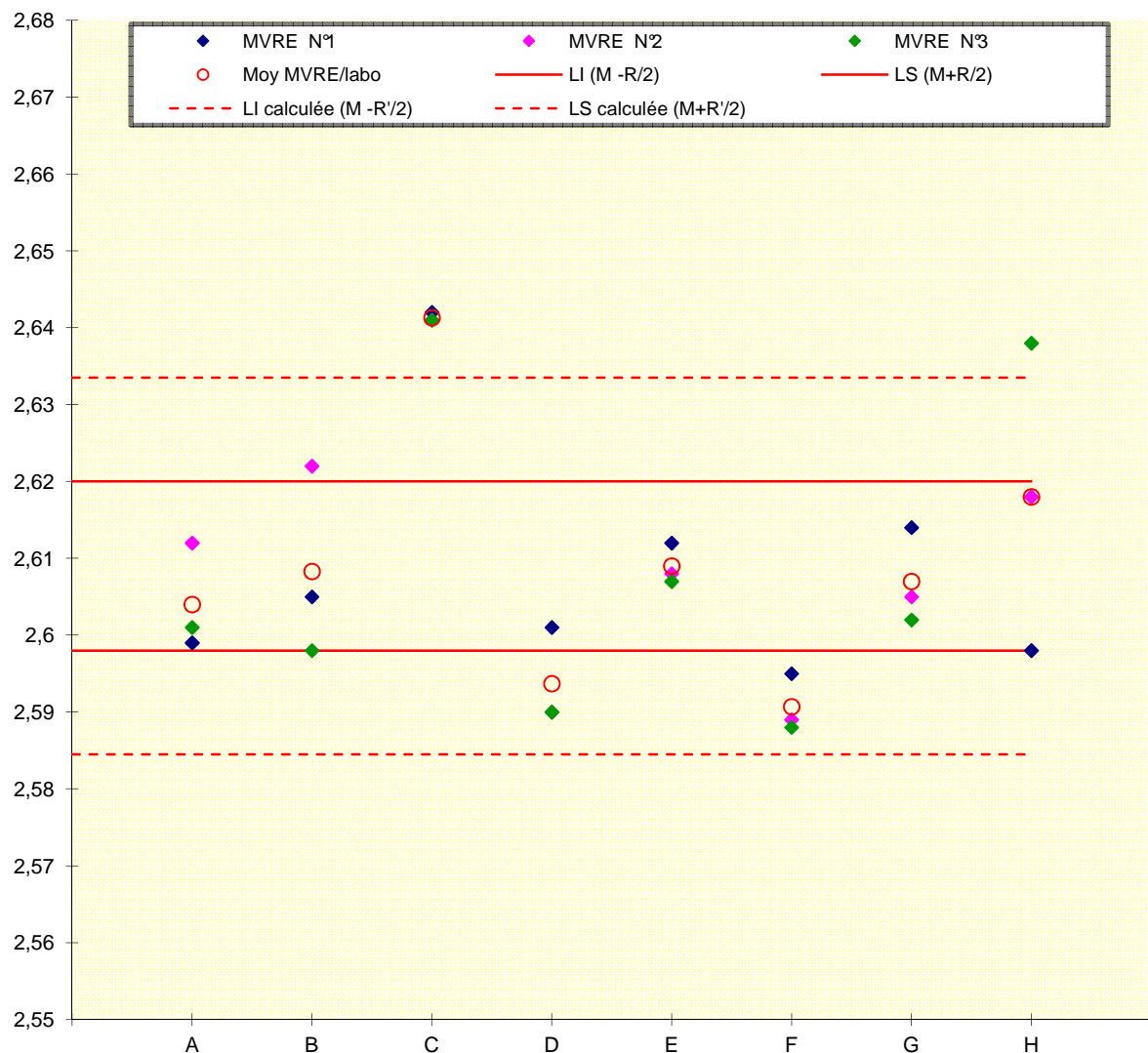
Selon la norme NF EN 12697-5:

R = 0,022  
r = 0,011

Reproductibilité  
répétabilité

Calculé :

R' = 0,049  
r' = 0,026



# ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint :  $\rho_{mv}$  (MVRE) en  $Mg/m^3$

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H
MVRE	2,599	2,605		2,601	2,612	2,595	2,614	
MVRE	2,612	2,622		2,590	2,608	2,589	2,605	
MVRE	2,601	2,598		2,590	2,607	2,588	2,602	
Moy MVRE	2,604	2,608		2,594	2,609	2,591	2,607	
Écart	0,013	0,024		0,011	0,005	0,007	0,012	

Pour chaque Laboratoire, l'écart doit être inférieur à r.

Moyenne = 2,602  
 Maximum = 2,622  
 Minimum = 2,588

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 2,591  
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 2,613

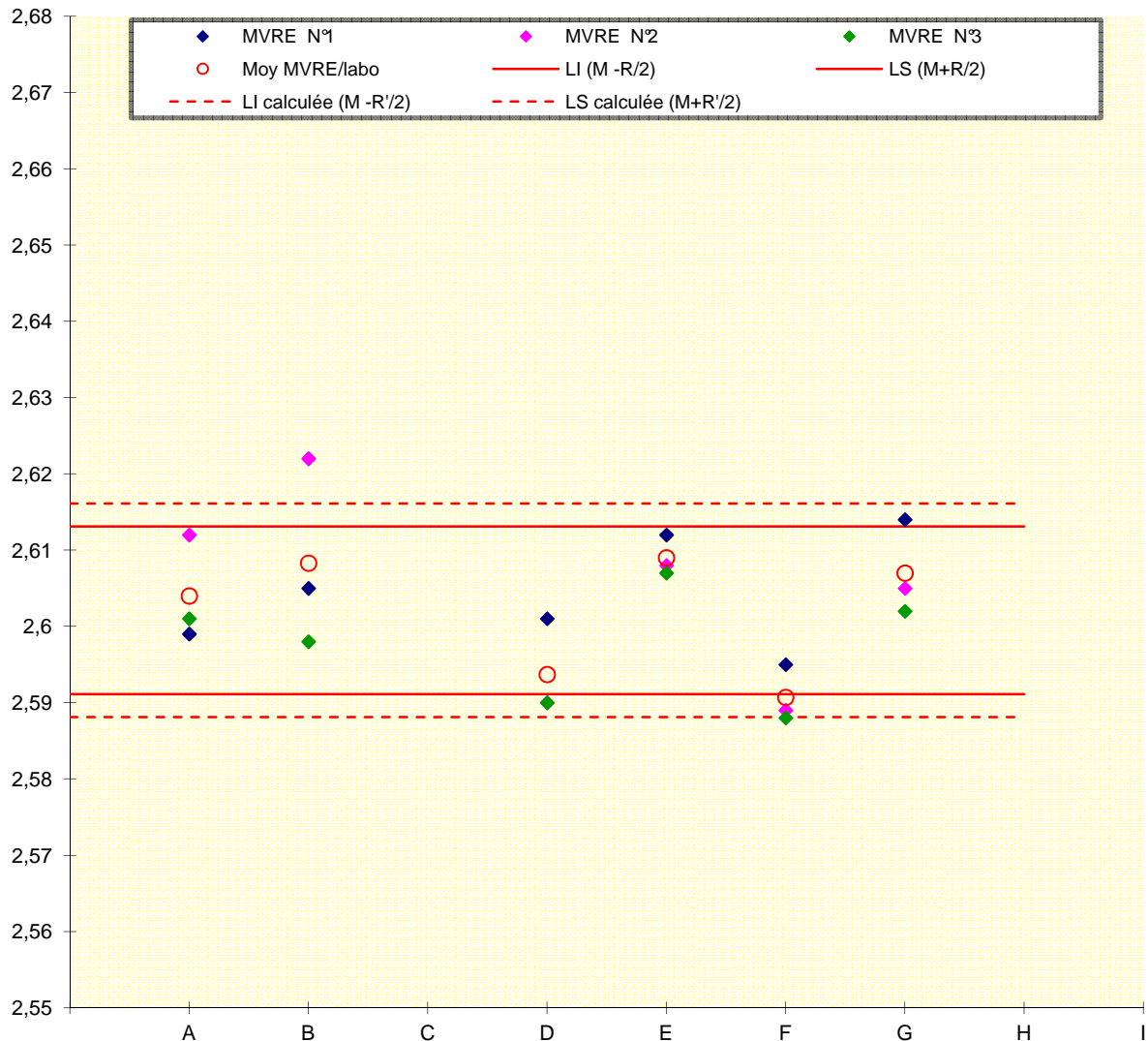
Selon la norme NF EN 12697-5:

R = 0,022  
 r = 0,011

Reproductibilité  
 répétabilité

Calculé :

R' = 0,028  
 r' = 0,020



# ESSAIS INTER LABORATOIRES

## Club Laboratoires : COTITA OUEST

### Graphique général : $\rho_{bsea}$ (MVA) en $Mg/m^3$

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
MVA	2,568	2,543	2,542	2,54	2,559	2,55	2,577	2,552	2,593	2,575	2,459	2,556	2,521	2,522	2,506
MVA	2,533	2,539	2,55	2,558	2,536	2,558	2,536	2,539	2,476	2,564	2,474	2,548	2,524	2,532	2,562
MVA	2,548	2,521	2,560	2,559	2,568	2,564	2,558	2,522	2,549	2,558	2,385	2,492	2,538	2,486	2,538
Moy MVA	2,550	2,534	2,551	2,552	2,554	2,557	2,557	2,538	2,539	2,566	2,439	2,532	2,528	2,513	2,535
Écart	0,035	0,022	0,018	0,019	0,032	0,014	0,041	0,030	0,117	0,017	0,089	0,064	0,017	0,046	0,056

Pour chaque Laboratoire, l'écart doit être inférieur à r.

Moyenne = 2,536  
 Maximum = 2,593  
 Minimum = 2,385

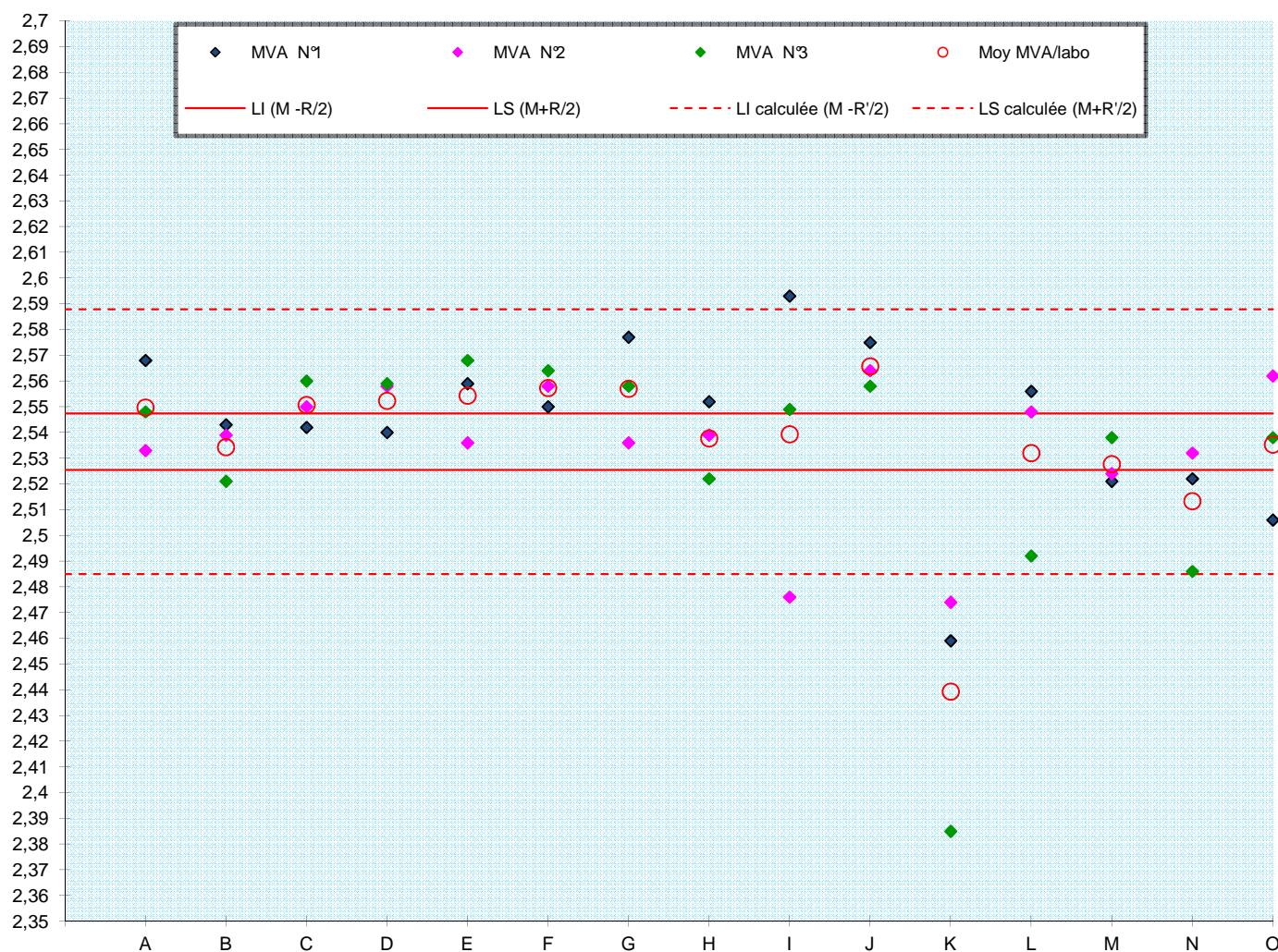
Limite Inférieure =  
 Limite Supérieure =  
 Moyenne - R/2 = 2,525  
 Moyenne + R/2 = 2,547

Selon la norme NF EN 12697-6:

R = 0,022 Reproductibilité  
 r = 0,017 répétabilité

Calculé :

R' = 0,103  
 r' = 0,073



# ESSAIS INTER LABORATOIRES

## Club Laboratoires : COTITA OUEST

### Graphique restreint : $\rho_{bsea}$ (MVA) en $Mg/m^3$

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
MVA	2,568	2,543	2,542	2,54	2,559	2,55	2,577	2,552		2,575		2,556	2,521	2,522	2,506
MVA	2,533	2,539	2,55	2,558	2,536	2,558	2,536	2,539		2,564		2,548	2,524	2,532	2,562
MVA	2,548	2,521	2,56	2,559	2,568	2,564	2,558	2,522		2,558		2,492	2,538	2,486	2,538
Moy MVA	2,55	2,534	2,551	2,552	2,554	2,557	2,557	2,538		2,566		2,532	2,528	2,513	2,535
Écart	0,035	0,022	0,018	0,019	0,032	0,014	0,041	0,030		0,017		0,064	0,017	0,046	0,056

Pour chaque Laboratoire, l'écart doit être inférieur à r.

Moyenne = 2,544

Maximum = 2,577

Minimum = 2,486

Limite Inférieure =

Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 2,533

Moyenne + R/2 = 2,555

Selon la norme NF EN 12697-6:

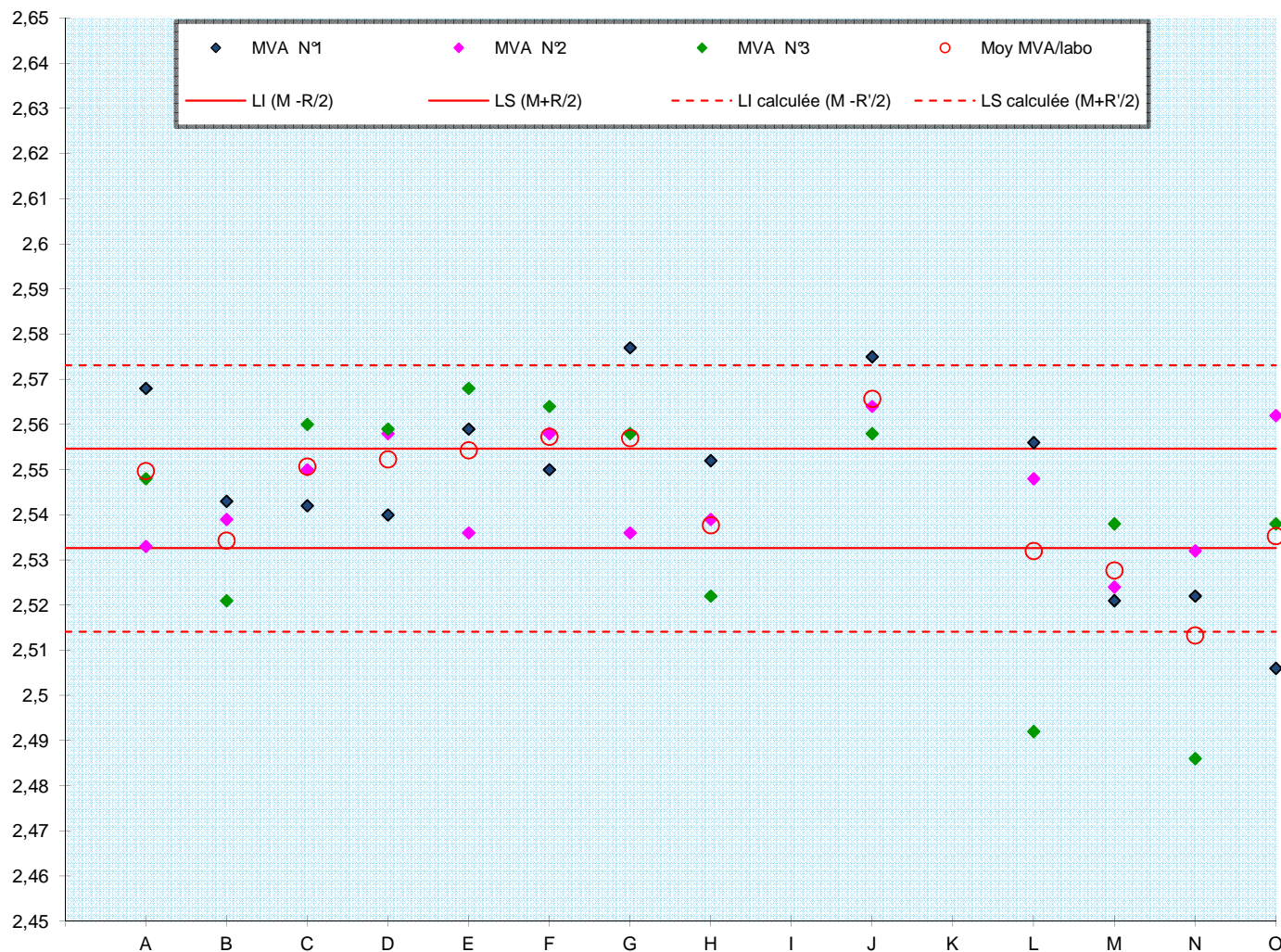
R = 0,022 Reproductibilité

r = 0,017 répétabilité

Calculé :

R' = 0,059

r' = 0,051



# ESSAIS INTER LABORATOIRES

## Club Laboratoires : COTITA OUEST

### Graphique restreint : $\rho_{bsea}$ (MVA) en $Mg/m^3$

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
MVA	2,568	2,543	2,542	2,54	2,559	2,55	2,577	2,552		2,575		2,556	2,521		2,506
MVA	2,533	2,539	2,55	2,558	2,536	2,558	2,536	2,539		2,564		2,548	2,524		2,562
MVA	2,548	2,521	2,56	2,559	2,568	2,564	2,558	2,522		2,558		2,492	2,538		2,538
Moy MVA	2,550	2,534	2,551	2,552	2,554	2,557	2,557	2,538		2,566		2,532	2,528		2,535
Écart	0,035	0,022	0,018	0,019	0,032	0,014	0,041	0,030		0,017		0,064	0,017		0,056

Pour chaque Laboratoire, l'écart doit être inférieur à r.

Moyenne = 2,546

Maximum = 2,577

Minimum = 2,492

Limite Inférieure =

Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 2,535

Moyenne + R/2 = 2,557

Selon la norme NF EN 12697-6:

Valeurs pour le mode opératoire B

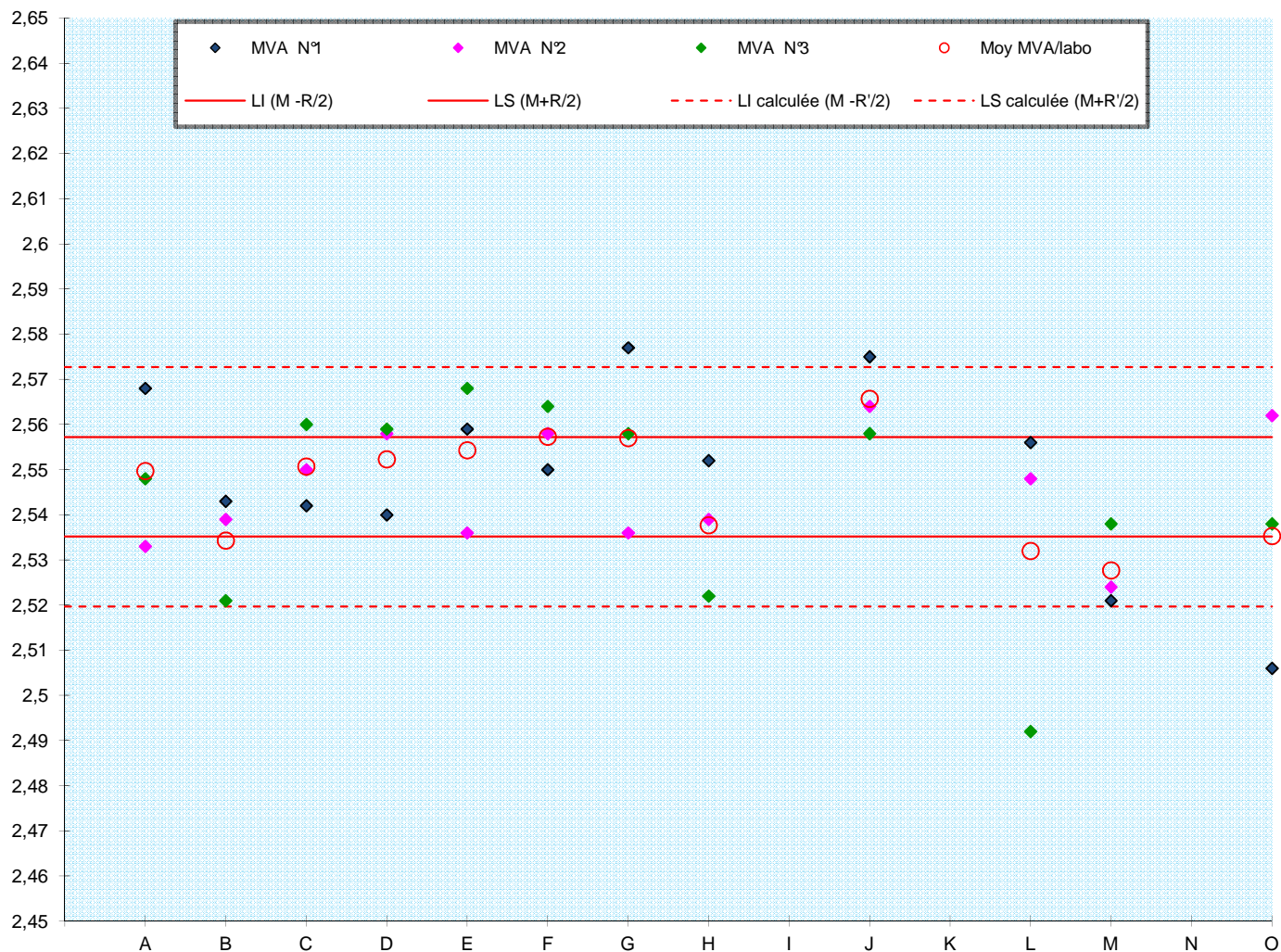
R = 0,022 Reproductibilité

r = 0,017 répétabilité

Calculé :

R' = 0,053

r' = 0,050



# RESULTATS DES ESSAIS INTERLABORATOIRES

## Mélanges bitumineux

Masse volumique réelle :  $\rho_{mv}$  (MVRE)

Masse volumique apparente :  $\rho_{bsea}$  (MVA)

### I) Définition

**Valeur aberrante** : élément d'un ensemble de valeurs qui est incohérent avec les autres éléments de cet ensemble

### II) Test de COCHRAN : ( Variance intralaboratoire )

#### II - 1 - Test sur l'ensemble des laboratoires :

Essai	MVRE	MVA
C =	0,570	0,345
Nombre de labo n =	8	15

Valeurs critiques pour le test de Cochran :

Nombre de labo n =	8	15
Valeurs normales	si $C \leq 0,516$	si $C \leq 0,335$
Valeurs isolées	si $0,516 < C \leq 0,615$	si $0,335 < C \leq 0,407$
Valeurs abérrantes	si $C > 0,615$	si $C > 0,407$

#### II - 2 - Test après retrait du ou des laboratoire(s) suspect(s) :

Essai	MVRE	MVA
C =	0,504	0,343
Nombre de labo n =	7	14

Valeurs critiques pour le test de Cochran :

Nombre de labo n =	7	14
Valeurs normales	si $C \leq 0,561$	si $C \leq 0,352$

### III) Test de GRUBBS : ( Moyenne abérrante )

#### III - 1 - Test après retrait éventuel de(s) laboratoire(s) éliminé(s) par le test Cochran :

Niveau	Simple		Double	
	grande ( $G_p$ )	petite ( $G_1$ )	grande (G)	petite (G)
MVRE (n = 7)	2,037	1,033	0,158	0,583
MVA (n = 14)	0,942	3,095	0,880	0,128

Nombre de Labo : 7	Valeurs critiques de Grubbs			
Valeurs normales	si $G \leq 2,020$		si $G \geq 0,0708$	
Valeurs isolées	si $2,020 < "G" \leq 2,139$		si $0,0308 \leq G < 0,0708$	
Valeurs abérrantes	si $"G" > 2,139$		si $G < 0,0308$	

Nombre de Labo : 14	Valeurs critiques de Grubbs			
Valeurs normales	si $G \leq 2,507$		si $G \geq 0,3112$	
Valeurs isolées	si $2,507 < "G" \leq 2,755$		si $0,2280 \leq G < 0,3112$	
Valeurs abérrantes	si $"G" > 2,755$		si $G < 0,2280$	

#### III - 2 - Test après retrait du ou des laboratoire(s) suspect(s) :

Niveau	Simple		Double	
	grande ( $G_p$ )	petite ( $G_1$ )	grande (G)	petite (G)
MVRE (n = 6)	0,867	1,440	0,591	0,047
MVA (n = 13)	1,489	2,048	0,700	0,479

Nombre de Labo : 6	Valeurs critiques de Grubbs			
Valeurs normales	si $G \leq 1,887$		si $G \geq 0,0349$	

Nombre de Labo : 13	Valeurs critiques de Grubbs			
Valeurs normales	si $G \leq 2,462$		si $G \geq 0,2836$	



**IV) Reproductibilité R et répétabilité r :****Critères :  $R' \leq R$  et  $r' \leq r$** 

Les valeurs R et r, prises en compte, sont celles définies dans les normes d'essais :

NF EN 12697-5 (Masse volumique réelle de matériaux bitumineux) - méthode en utilisant de l'eau :

Méthode A :  $R = 0,022 \text{ Mg/m}^3$  et  $r = 0,011 \text{ Mg/m}^3$ 

NF EN 12697-6 (Masse volumique apparente d'éprouvettes bitumineuses)

dans le cas d'un mélange avec 100% de passants au tamis de 11,2mm :

Mode opératoire B :  $R = 0,022 \text{ Mg/m}^3$  et  $r = 0,017 \text{ Mg/m}^3$ Il n'y a pas de valeurs disponibles pour le mode opératoire C utilisé pour les essais croisés (éprouvette paraffinée)**IV - 1 - Test après retrait éventuel des laboratoires éliminés par les test Cochran et Grubbs :**

Niveau	R	R'	r	r'
MVRE	0,022	0,028	0,011	0,020
MVA	0,022	0,059	0,017	0,051

**IV - 1 - Test après retrait éventuel du ou des laboratoire(s) suspect(s) :**

Niveau	R	R'	r	r'
MVA	0,022	0,053	0,017	0,050

Commentaires :

- MVRE : La reproductibilité et la répétabilité sont supérieures à celles définies dans la norme.

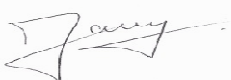

Les laboratoires A, B et G présentent des écarts supérieurs à r.

- MVA : Après retrait du laboratoire suspect dont la valeur moyenne est inférieure à LI calculée ( $M - R/2$ ), la reproductibilité reste invalidée.

La répétabilité n'est pas satisfaite, les laboratoires A, B, C, D, E, G, H, L et O présentent des écarts supérieurs à r.

**Les masses volumiques géométriques, présentées en annexe, sont très dispersées.****Elles justifient les valeurs de fidélité non conformes concernant la MVA et tendent à prouver que l'échantillon global n'est pas homogène.****IV) CONCLUSIONS :**

Essais concernés	Laboratoire concerné par:			
	Anomalie Cochran	Anomalie Grubbs	Anomalie R	
			> 5 %	≤ 5 %
MVRE (n = 8)	H	C		
MVA (n = 15)	I	K		N

Auteur : Le Chef du Laboratoire à Alençon, le 29/09/2014  J. JARRY	Vérificateur : Le chef de laboratoire du Mans  F. RABILLER
---	--

## ANNEXE

### Essais croisés MVRE - MVA Enrobé

#### MVA géométriques

Labo	Eprouvette n°	L (mm)	l (mm)	H (mm)	masse (g)	Volume (cm <sup>3</sup> )	MVa (g/cm <sup>3</sup> )	MVa moy (g/cm <sup>3</sup> )
A	25	142,675	49,975	70,15	1267,3	500,2	2,53	2,51
	26	143,475	49,9	68,75	1229,4	492,2	2,50	
	27	145,85	50,35	69,925	1286,7	513,5	2,51	
	28	146,05	50,125	70,225	1291,4	514,1	2,51	
	29	144,425	50,5	69,9	1269,6	509,8	2,49	
	30	148,675	50,375	69,1	1289,2	517,5	2,49	
B	73	144,075	50,125	68,9	1236,1	497,6	2,48	2,50
	74	143,15	51,025	68,925	1257,4	503,4	2,50	
	75	143,4	50,15	69,525	1235	500,0	2,47	
	76	146,1	50,175	69,875	1285	512,2	2,51	
	77	149,55	49,875	68,75	1285,9	512,8	2,51	
	78	144,175	50,35	70,025	1285,5	508,3	2,53	
C	13	148	69	50	1287	510,6	2,52	2,50
	14	147	70	50	1299	514,5	2,52	
	15	144	68	50	1230	489,6	2,51	
	16	148	70	50	1294	518,0	2,50	
	17	144	69	50	1220	496,8	2,46	
	18	148	69	50	1286	510,6	2,52	
D	31	70	50	148	1289	518,0	2,49	2,49
	32	70,2	51,3	145	1309,7	522,2	2,51	
	33	69,3	50,2	143	1227,2	497,5	2,47	
	34	70	49,8	145	1262,6	505,5	2,50	
	35	70	49,9	143	1258,2	499,5	2,52	
	36	69,4	49,7	152	1287,2	524,3	2,46	
E	4	69,06	49,5	145,3	1253	496,7	2,52	2,51
	5	69,23	50	141,8	1216,4	490,8	2,48	
	6	69,28	49,5	146,5	1269,4	502,4	2,53	
F	91	69,57	49,58	146,5	1282,14	505,3	2,54	2,51
	92	69,32	49,59	141,85	1239,89	487,6	2,54	
	93	69,79	49,53	143,16	1261,2	494,9	2,55	
	94	69,22	49,49	151,03	1280,6	517,4	2,48	
	95	70,11	50,34	149,66	1285,7	528,2	2,43	
	96	69,17	50,33	149,82	1303,8	521,6	2,50	
G	37	69,8	49,8	143,1	1256,95	497,4	2,53	2,49
	38	69,5	49,9	151,4	1302,9	525,1	2,48	
	39	70,1	49,9	146,9	1282,05	513,9	2,49	
	40	68,9	50,2	144,3	1199,43	499,1	2,40	
	41	68,9	50,1	145,8	1258,35	503,3	2,50	
	42	70,2	50,2	143,8	1279,65	506,8	2,53	
H	19	146,92	70,31	51,21	1319,76	529,0	2,49	2,49
	20	146,78	70,21	49,38	1267,71	508,9	2,49	
	21	151,81	69,14	49,65	1280,98	521,1	2,46	
	22	150,5	68,62	50,12	1292,89	517,6	2,50	
	23	143,86	69,8	50,14	1267,77	503,5	2,52	
24	146,16	69,81	50,11	1263,5	511,3	2,47		
I	49	142	69	50	1248	489,9	2,55	2,55
	50	148	70	50	1287	518,0	2,48	
	51	144	69	49	1214	486,9	2,49	
	52	144	70	50	1297	504,0	2,57	
	53	142	68	49	1229	473,1	2,60	
	54	144	69	49	1268	486,9	2,60	
K	85	144	50,4	69,5	1282,4	504,4	2,54	2,46
	86	147,6	49,5	69,5	1238,4	507,8	2,44	
	87	149,7	50,8	68,8	1252,5	523,2	2,39	
L	82	144,6	70,2	50,3	1279,6	510,6	2,51	2,47
	83	145	70	50,5	1283,1	512,6	2,50	
	84	143,5	69,1	50,2	1201,5	497,8	2,41	
M	79	145,2	69,5	50,1	1247,9	505,6	2,47	2,47
	80	150,5	69,6	49,7	1288,1	520,6	2,47	
	81	144,6	69,5	50,3	1245,5	505,5	2,46	

<b>Moyenne</b>	<b>2,499</b>
<b>Mini</b>	<b>2,39</b>
<b>Maxi</b>	<b>2,60</b>

