



ESSAIS INTER LABORATOIRES
CLUB LABORATOIRES :
COTITA OUEST

Alençon, le 17 Février 2014

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

Campagne d'essais croisés inter laboratoire

Laboratoire organisateur : Laboratoire routes et matériaux
Conseil général du Calvados

Matériaux : Bitume routier usuel
Bitume routier de grade dur

Essais : Pénétrabilité à l'aiguille
Point de ramollissement
(Méthode Bille et Anneau)

Normes de références : NF EN 1426 (juin 2007) : pénétrabilité
NF EN 1427 (juin 2007) : Bille et anneau

ANNÉE 2013

RESULTATS DES ESSAIS INTERLABORATOIRES

Essais sur bitume

Pénétrabilité à l'aiguille et point de ramollissement (bille et anneau)

	labo	Pot A		Pot B	
		pénétrabilité (0,1mm)	Ramollissement (°C)	pénétrabilité (0,1mm)	Ramollissement (°C)
1	A	76	46,8	15	67,4
		75	46,8	15	67,4
2	B	74	47,0	15	67,2
		72	47,2	15	67,4
3	C	73	46,8	16	67,8
		73	46,8	13	68,4
4	D	79	45,0	7	65,2
		76	45,0	7	65,0
5	E	78	46,4	15	67,0
		78	46,2	14	67,0
6	F	78	45,4	13	66,4
		77	45,6	14	66,6
7	G	80	45,6	15	66,0
		80	45,6	15	66,0
8	H	77	44,0	13	64,6
		77	43,8	13	64,4
9	I	80	46,0	15	66,6
		81	45,8	15	66,0
10	J	80	46,4	15	66,0
		80	46,2	15	66,4
11	K	51	46,6	10	66,6
		56	46,2	9	66,6
12	L	78	44,6	18	65,4
		77	44,6	18	65,0
Moyennes		75,3	45,9	13,8	66,4

ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : Pot A - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéA	76	74	73	79	78	78	80	77	80	80	51	78
pénéA	75	72	73	76	78	77	80	77	81	80	56	77
Moy pénéA	75,5	73	73	77,5	78	77,5	80	77	80,5	80	53,5	77,5
Écart	1,0	2,0	0,0	3,0	0,0	1,0	0,0	0,0	1,0	0,0	5,0	1,0

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

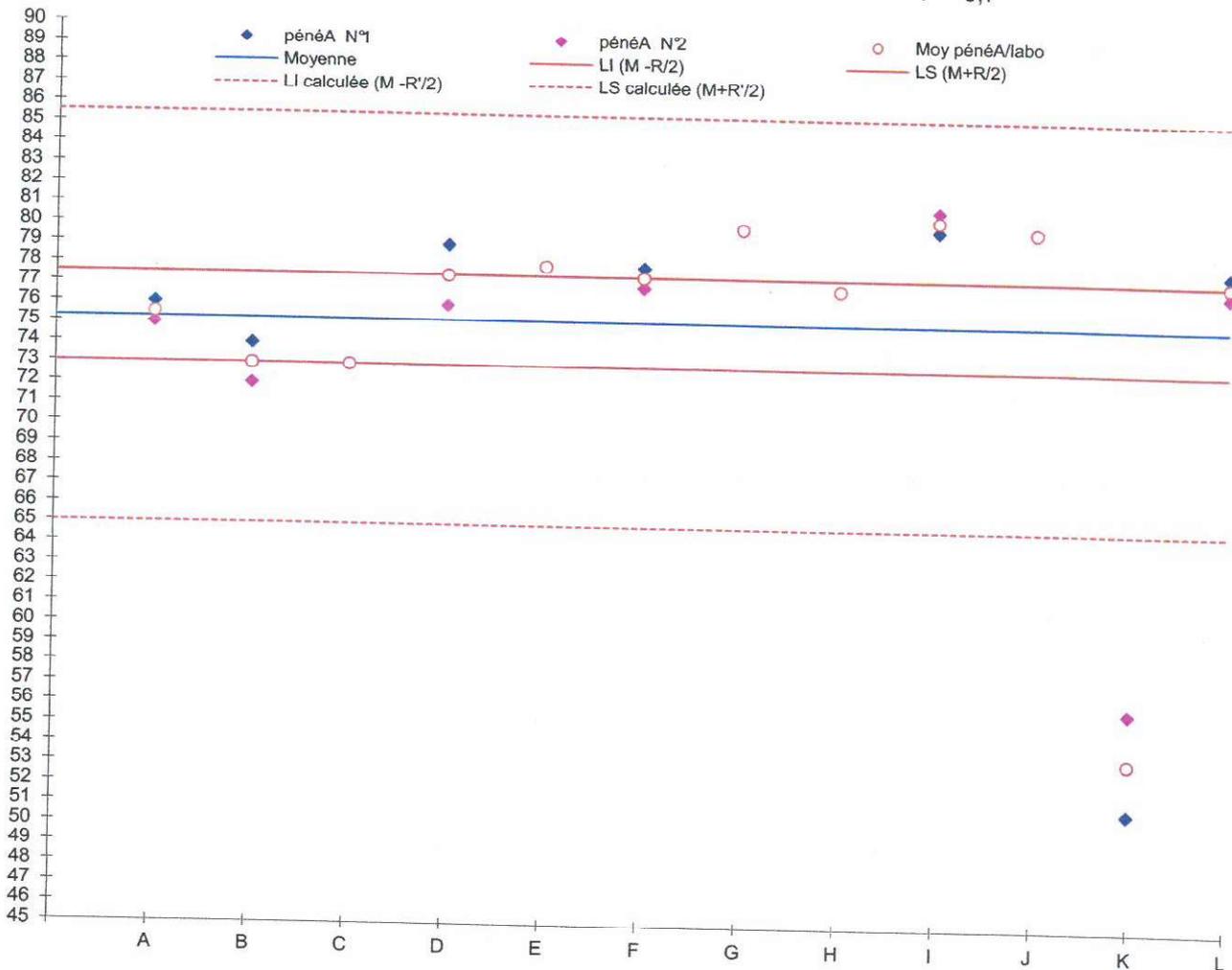
Moyenne = 75,3
Maximum = 81,0
Minimum = 51,0

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 73,0
Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 77,5

Selon la norme NF EN 1426:

R = 4,5 Reproductibilité
r = 3,0 répétabilité

Calculé :
R' = 20,5
r' = 3,7



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot A - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéA	76	74	73	79	78	78	80	77	80	80		78
pénéA	75	72	73	76	78	77	80	77	81	80		77
Moy pénéA	75,5	73	73	77,5	78	77,5	80	77	80,5	80		77,5
Écart	1,0	2,0	0,0	3,0	0,0	1,0	0,0	0,0	1,0	0,0		1,0

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

Moyenne = 77,2
 Maximum = 81,0
 Minimum = 72,0

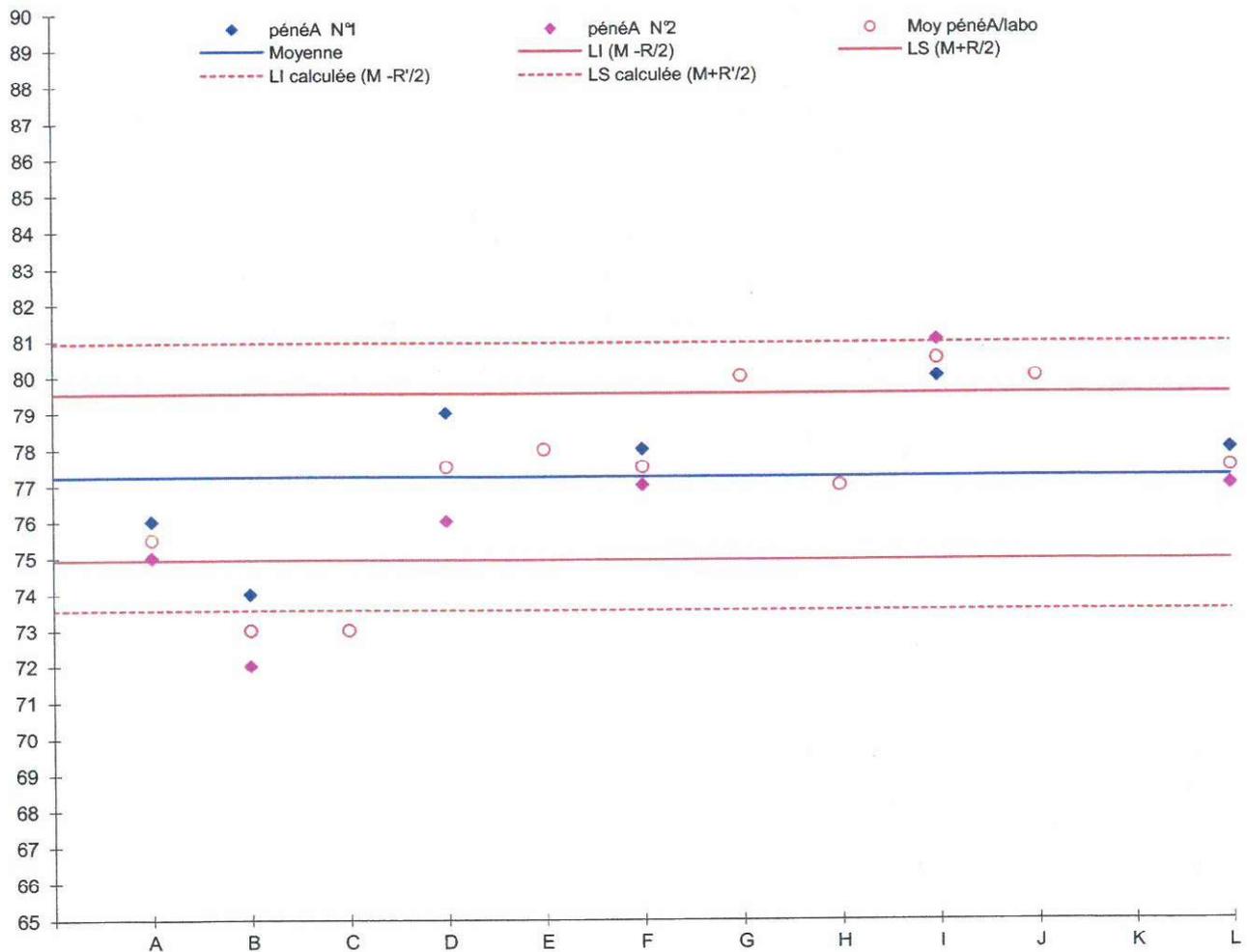
Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 74,9
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 79,5

Selon la norme NF EN 1426:

R = 4,6 Reproductibilité
 r = 3,1 répétabilité

Calculé :

R' = 7,4
 r' = 2,5



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot A - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéA	76			79	78	78	80	77	80	80		78
pénéA	75			76	78	77	80	77	81	80		77
Moy pénéA	75,5			77,5	78	77,5	80	77	80,5	80		77,5
Écart	1,0			3,0	0,0	1,0	0,0	0,0	1,0	0,0		1,0

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

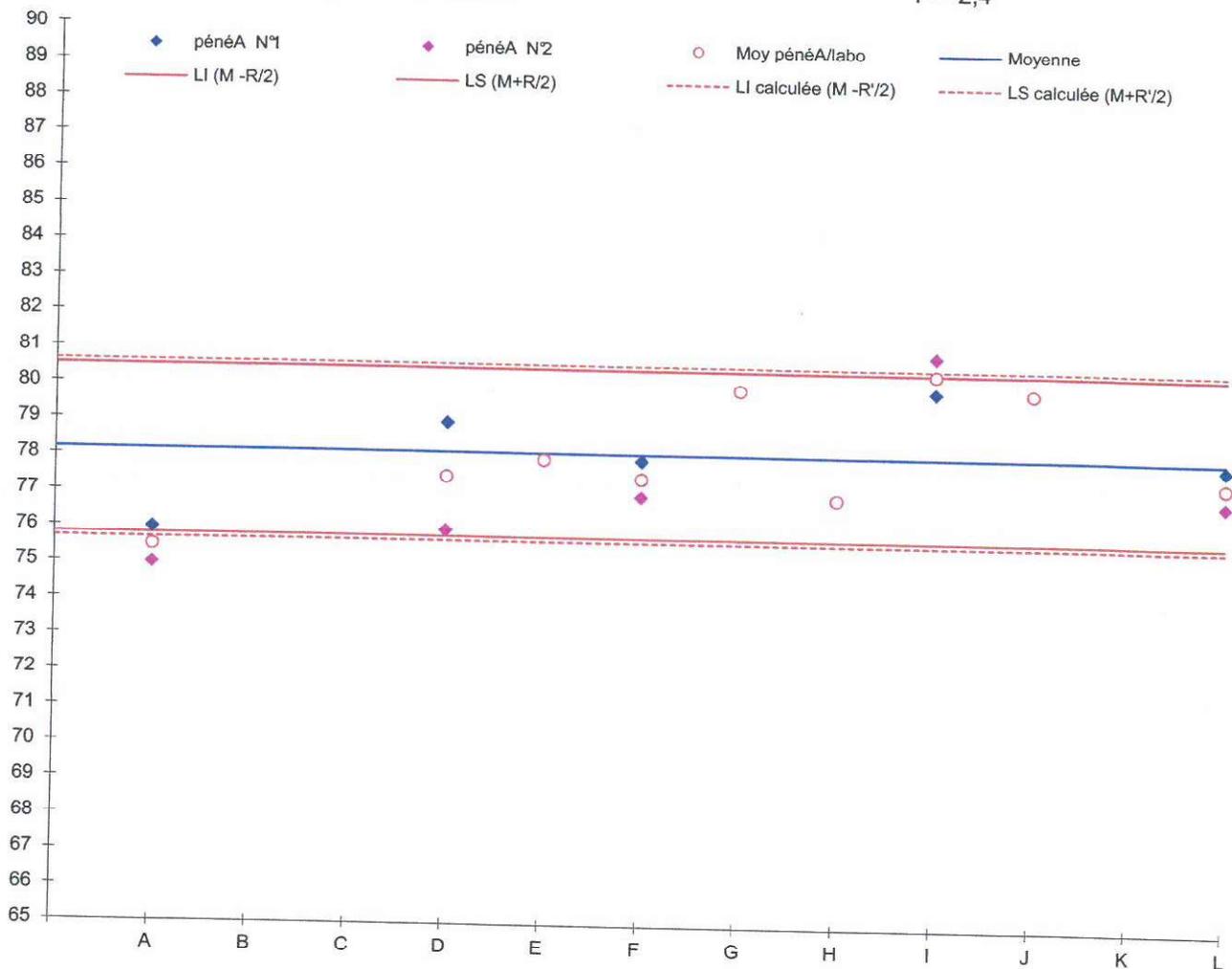
Moyenne = 78,2
 Maximum = 81,0
 Minimum = 75,0

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 75,8
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 80,5

Selon la norme NF EN 1426:

R = 4,7
 r = 3,1
 Reproductibilité
 répétabilité

Calculé :
 R' = 4,9
 r' = 2,4



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot A - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéA				79	78	78	80	77	80	80		78
pénéA				76	78	77	80	77	81	80		77
Moy pénéA				77,5	78	77,5	80	77	80,5	80		77,5
Écart				3,0	0,0	1,0	0,0	0,0	1,0	0,0		1,0

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

Moyenne = 78,5
Maximum = 81,0
Minimum = 76,0

Limite Inférieure =
Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 76,2
Moyenne + R/2 = 80,9

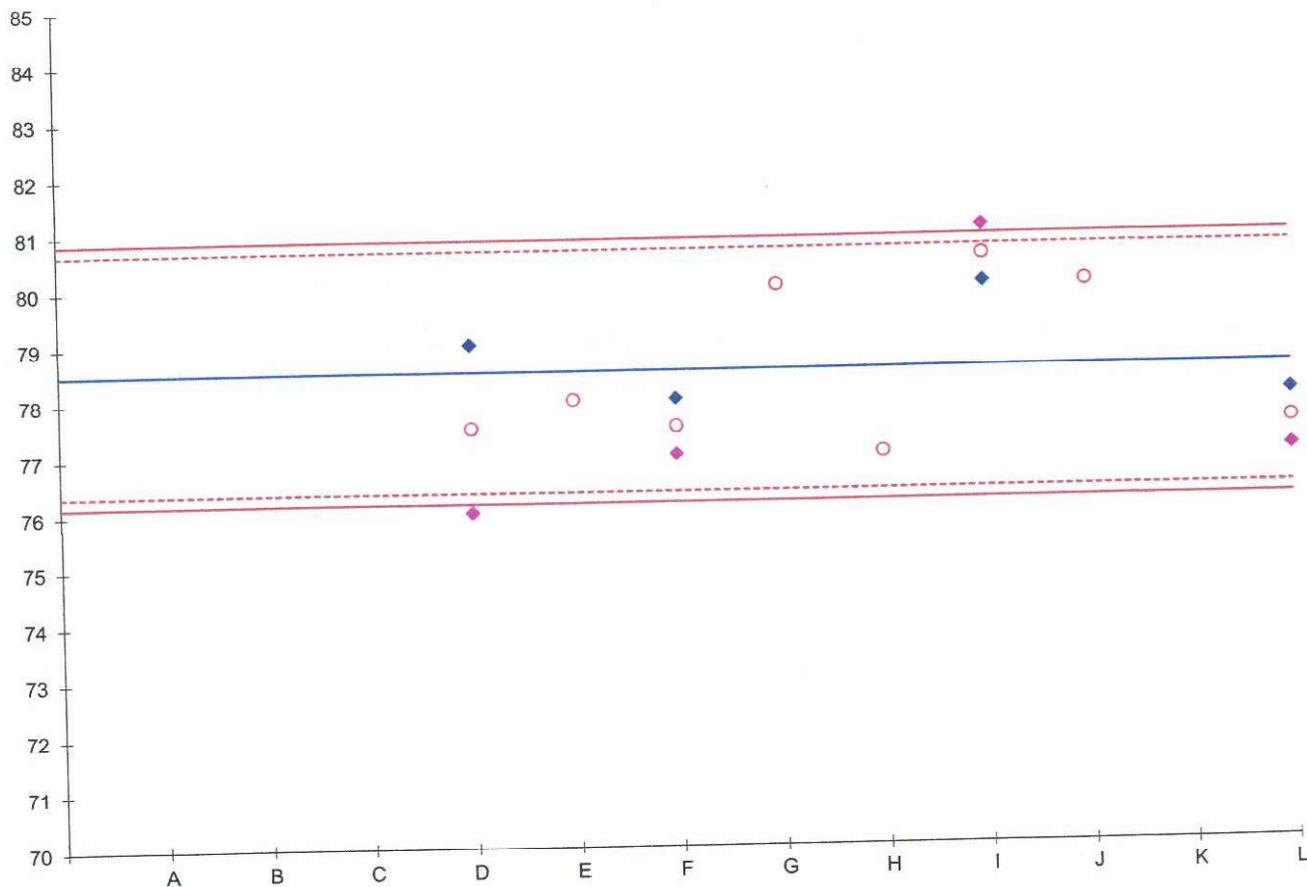
Selon la norme NF EN 1426:

R = 4,7 Reproductibilité
r = 3,1 répétabilité

Calculé :

R' = 4,3
r' = 2,4

◆ pénéA N°1 ♦ pénéA N°2 ○ Moy pénéA/labo
— Moyenne — LI (M - R/2) — LS (M + R/2)
- - - LI calculée (M - R'/2) - - - LS calculée (M + R'/2)



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : Pot A - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA A	46,8	47	46,8	45	46,4	45,4	45,6	44	46	46,4	46,6	44,6
TBA A	46,8	47,2	46,8	45	46,2	45,6	45,6	43,8	45,8	46,2	46,2	44,6
Moy TBA A	46,8	47,1	46,8	45	46,3	45,5	45,6	43,9	45,9	46,3	46,4	44,6
Écart	0,0	0,2	0,0	0,0	0,2	0,2	0,0	0,2	0,2	0,2	0,4	0,0

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

Moyenne = 45,9
Maximum = 47,2
Minimum = 43,8

Limite Inférieure =
Limite Supérieure =

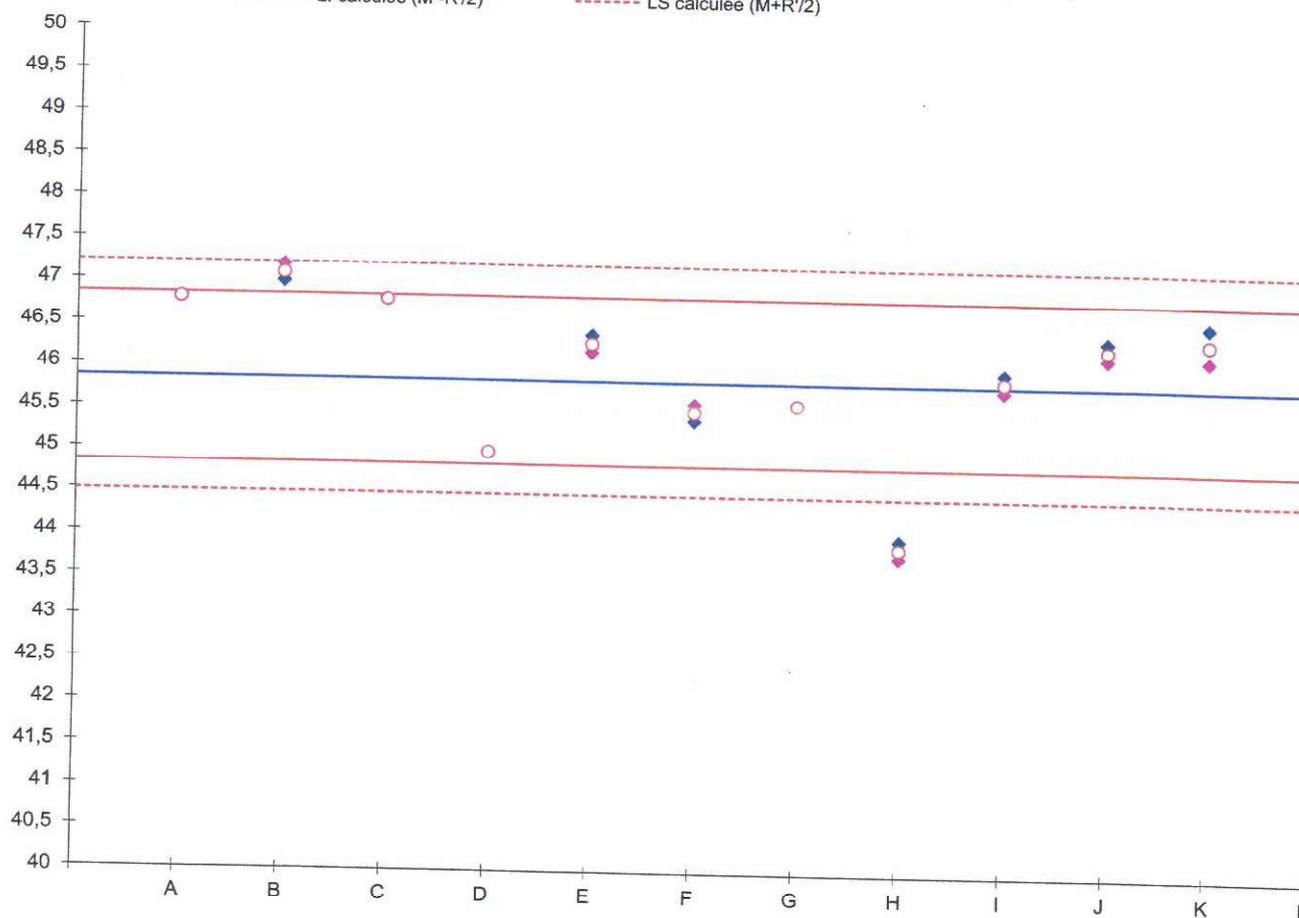
Moyenne - R/2 = 44,9
Moyenne + R/2 = 46,9

Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0 Reproductibilité
r = 1,0 répétabilité

Calculé :
R' = 2,7
r' = 0,4

◆ TBA A N°1 ◆ TBA A N°2 ○ Moy TBA A/labo
— Moyenne — LI (M - R/2) — LS (M + R/2)
- - - LI calculée (M - R'/2) - - - LS calculée (M + R'/2)



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot A - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA A	46,8	47	46,8	45	46,4	45,4	45,6		46	46,4	46,6	44,6
TBA A	46,8	47,2	46,8	45	46,2	45,6	45,6		45,8	46,2	46,2	44,6
Moy TBA A	46,8	47,1	46,8	45	46,3	45,5	45,6		45,9	46,3	46,4	44,6
Écart	0,0	0,2	0,0	0,0	0,2	0,2	0,0		0,2	0,2	0,4	0,0

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

Moyenne = 46,0
Maximum = 47,2
Minimum = 44,6

Limite Inférieure =
Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 45,0
Moyenne + R/2 = 47,0

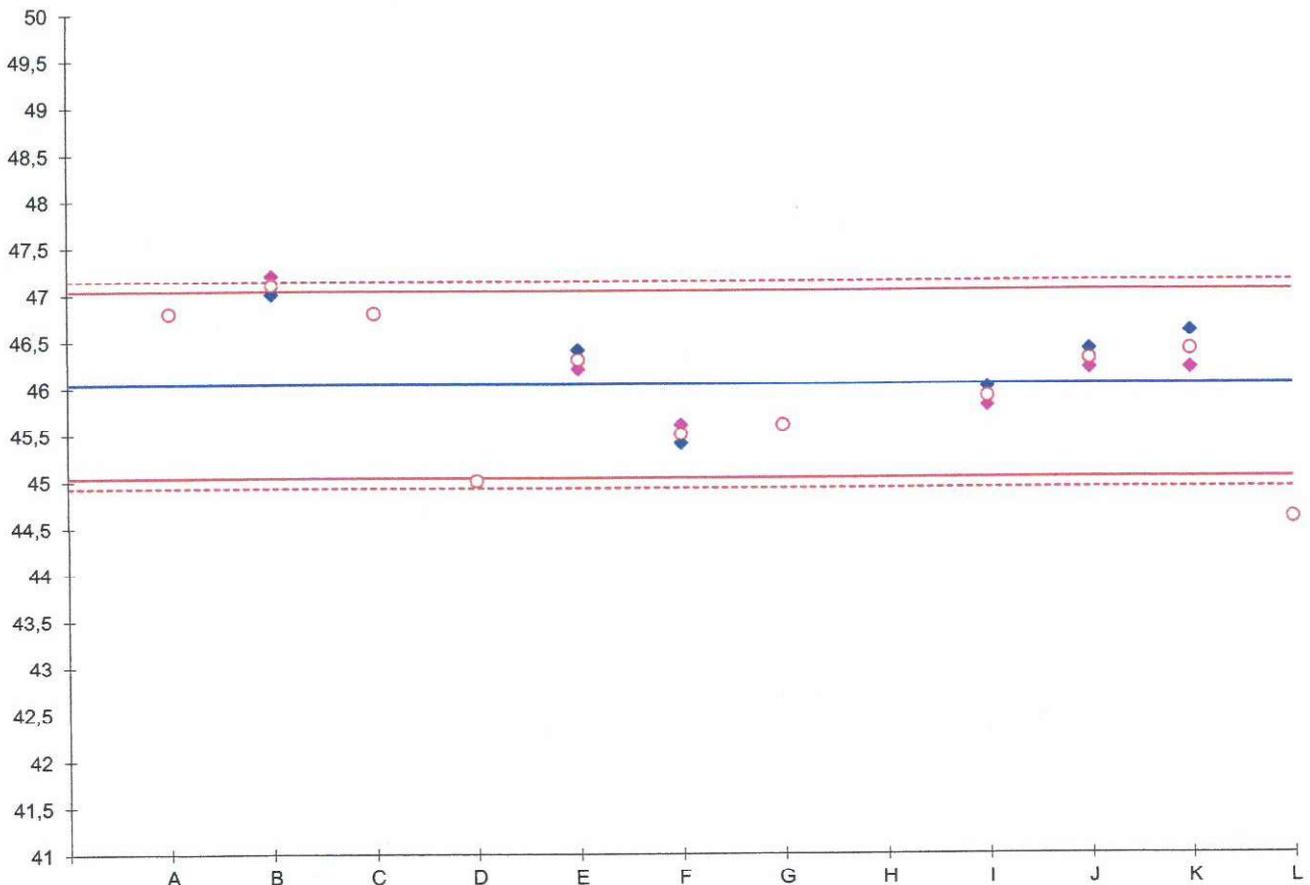
Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0 Reproductibilité
r = 1,0 répétabilité

Calculé :

R' = 2,2
r' = 0,4

◆ TBA A N°1 ◆ TBA A N°2 ○ Moy TBA A/labo
— Moyenne — LI (M-R/2) — LS (M+R/2)
- - - LI calculée (M-R'/2) - - - LS calculée (M+R'/2)



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot A - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA A	46,8	47	46,8	45	46,4	45,4	45,6		46	46,4	46,6	
TBA A	46,8	47,2	46,8	45	46,2	45,6	45,6		45,8	46,2	46,2	
Moy TBA A	46,8	47,1	46,8	45	46,3	45,5	45,6		45,9	46,3	46,4	
Écart	0,0	0,2	0,0	0,0	0,2	0,2	0,0		0,2	0,2	0,4	

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

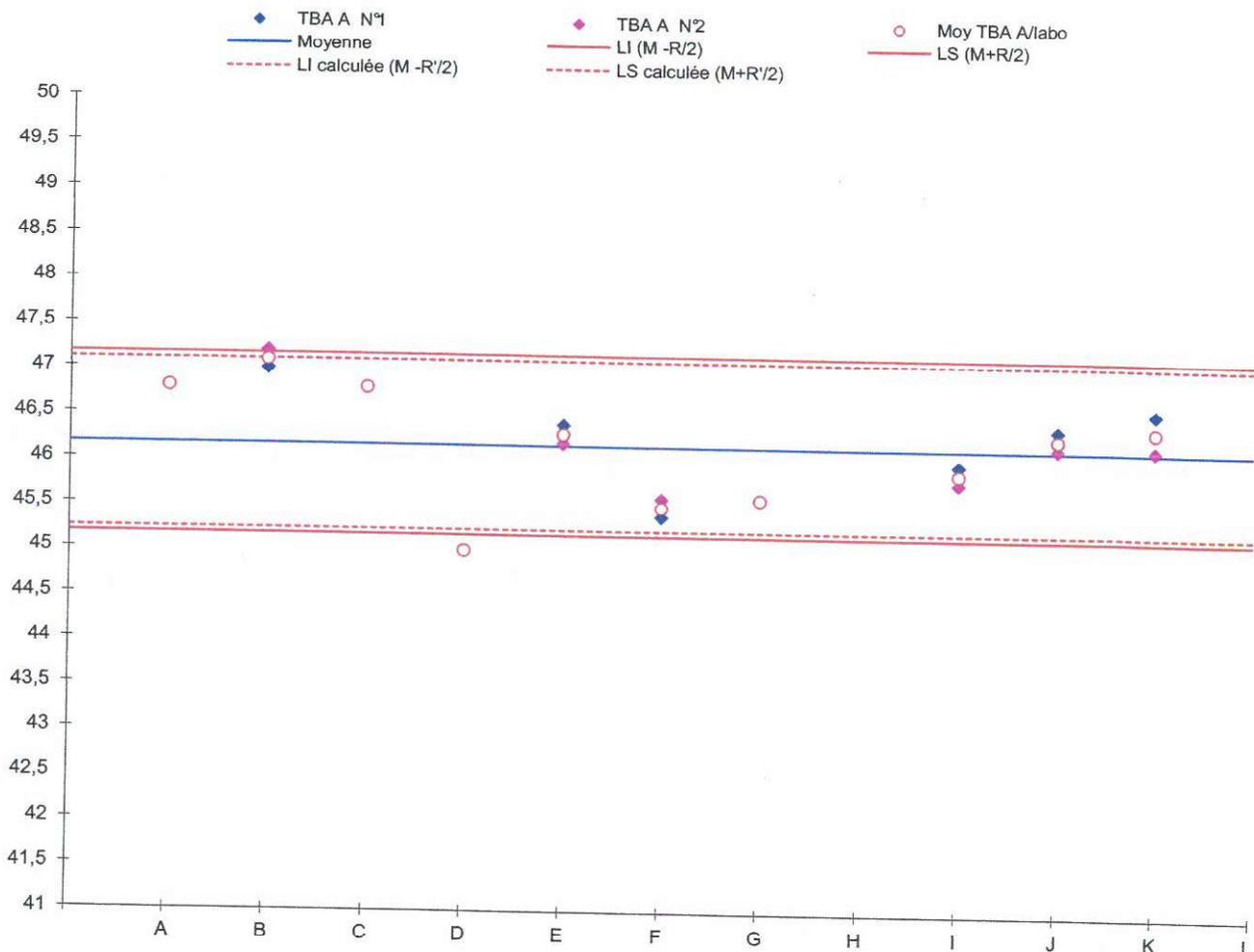
Moyenne = 46,2
 Maximum = 47,2
 Minimum = 45,0

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 45,2
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 47,2

Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0 Reproductibilité
 r = 1,0 répétabilité

Calculé :
 R' = 1,9
 r' = 0,4



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : Pot B - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéB	15	15	16	7	15	13	15	13	15	15	10	18
pénéB	15	15	13	7	14	14	15	13	15	15	9	18
Moy pénéB	15,0	15,0	14,5	7,0	14,5	13,5	15,0	13,0	15,0	15,0	9,5	18,0
Écart	0,0	0,0	3,0	0,0	1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	0,0

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

Moyenne = 13,8
Maximum = 18,0
Minimum = 7,0

Limite Inférieure =
Limite Supérieure =

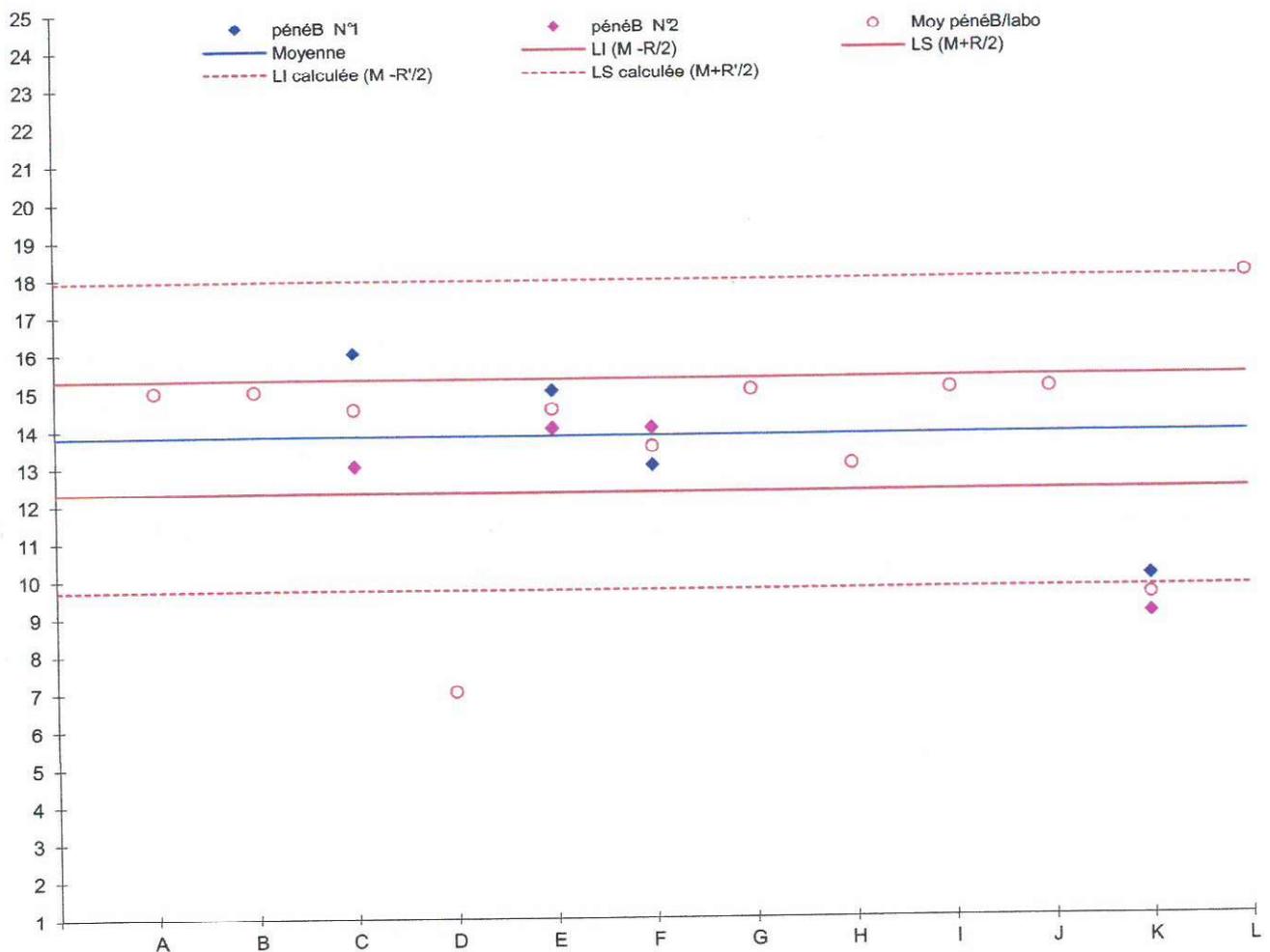
Moyenne - R/2 = 12,3
Moyenne + R/2 = 15,3

Selon la norme NF EN 1426:

R = 3,0 Reproductibilité
r = 2,0 répétabilité

Calculé :

R' = 8,2
r' = 2,0



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéB	15	15		7	15	13	15	13	15	15	10	18
pénéB	15	15		7	14	14	15	13	15	15	9	18
Moy pénéB	15,0	15,0		7,0	14,5	13,5	15,0	13,0	15,0	15,0	9,5	18,0
Écart	0,0	0,0		0,0	1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	0,0

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

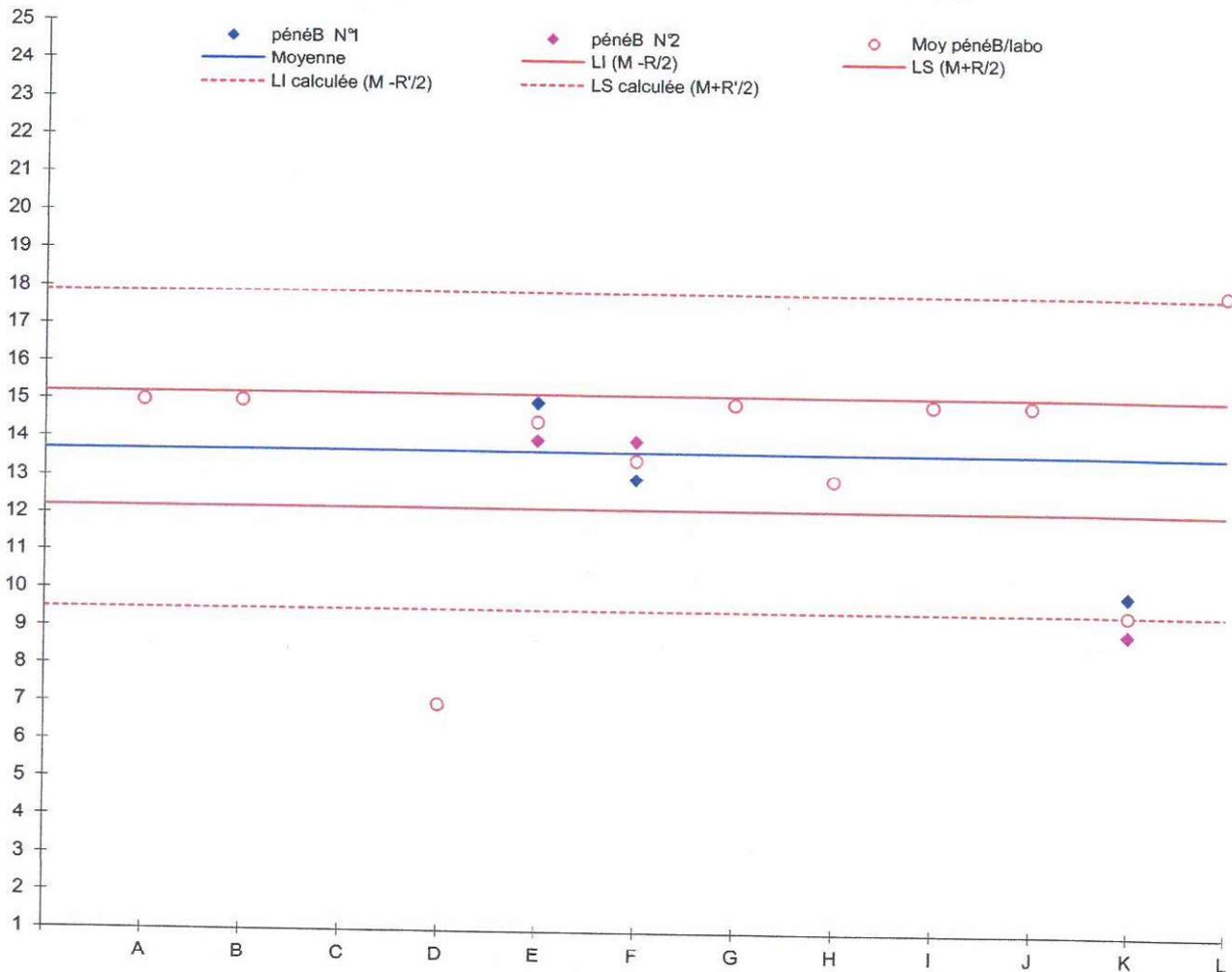
Moyenne = 13,7
Maximum = 18,0
Minimum = 7,0

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 12,2
Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 15,2

Selon la norme NF EN 1426:

R = 3,0 Reproductibilité
r = 2,0 répétabilité

Calculé :
R' = 8,5
r' = 1,0



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéB	15	15			15	13	15	13	15	15	10	18
pénéB	15	15			14	14	15	13	15	15	9	18
Moy pénéB	15,0	15,0			14,5	13,5	15,0	13,0	15,0	15,0	9,5	18,0
Écart	0,0	0,0			1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	0,0

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

Moyenne = 14,4
Maximum = 18,0
Minimum = 9,0

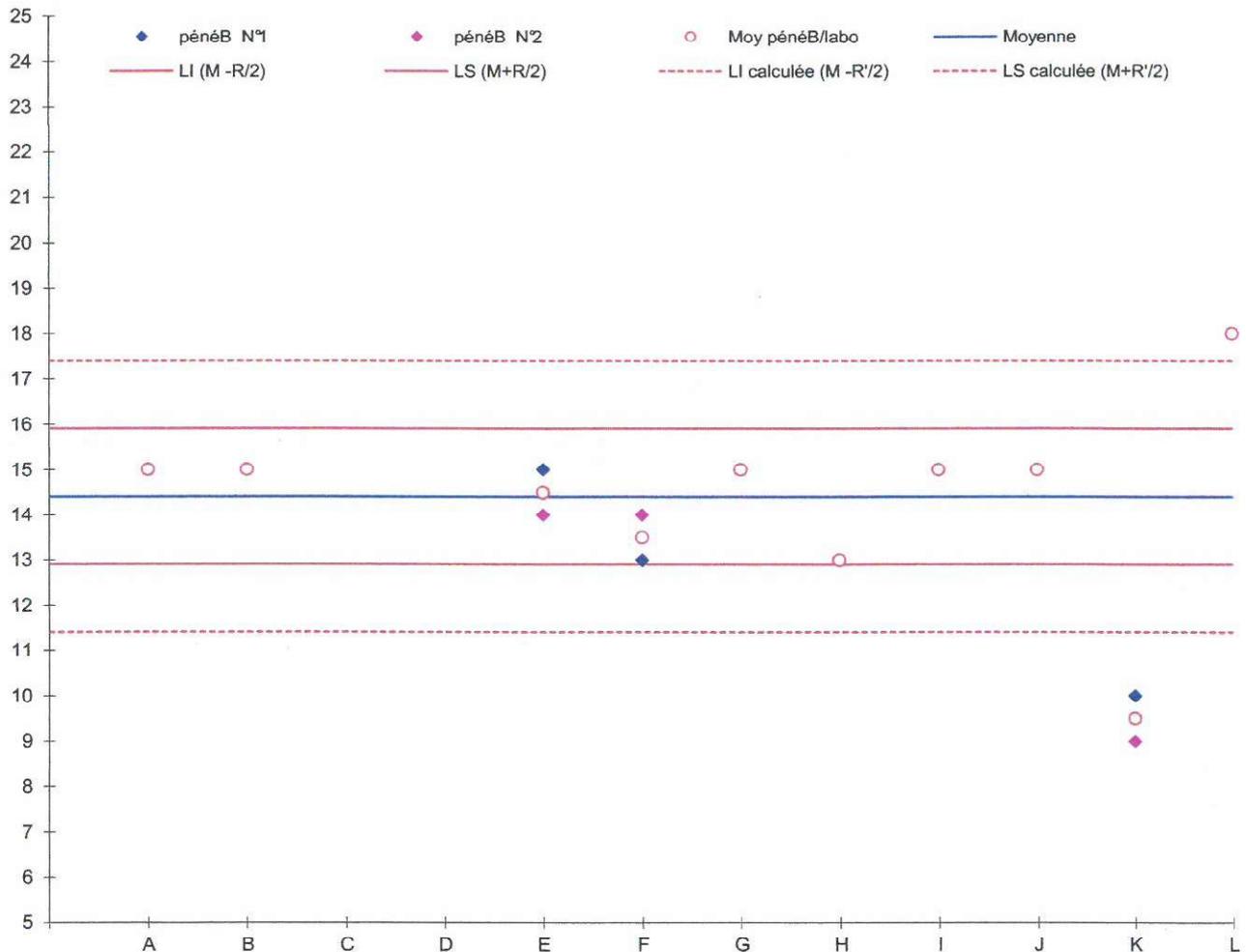
Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 12,9
Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 15,9

Selon la norme NF EN 1426:

R = 3,0 Reproductibilité
r = 2,0 répétabilité

Calculé :

R' = 6,1
r' = 1,1



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéB	15	15			15	13	15	13	15	15		18
pénéB	15	15			14	14	15	13	15	15		18
Moy pénéB	15,0	15,0			14,5	13,5	15,0	13,0	15,0	15,0		18,0
Écart	0,0	0,0			1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0		0,0

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

Moyenne = 14,9
Maximum = 18,0
Minimum = 13,0

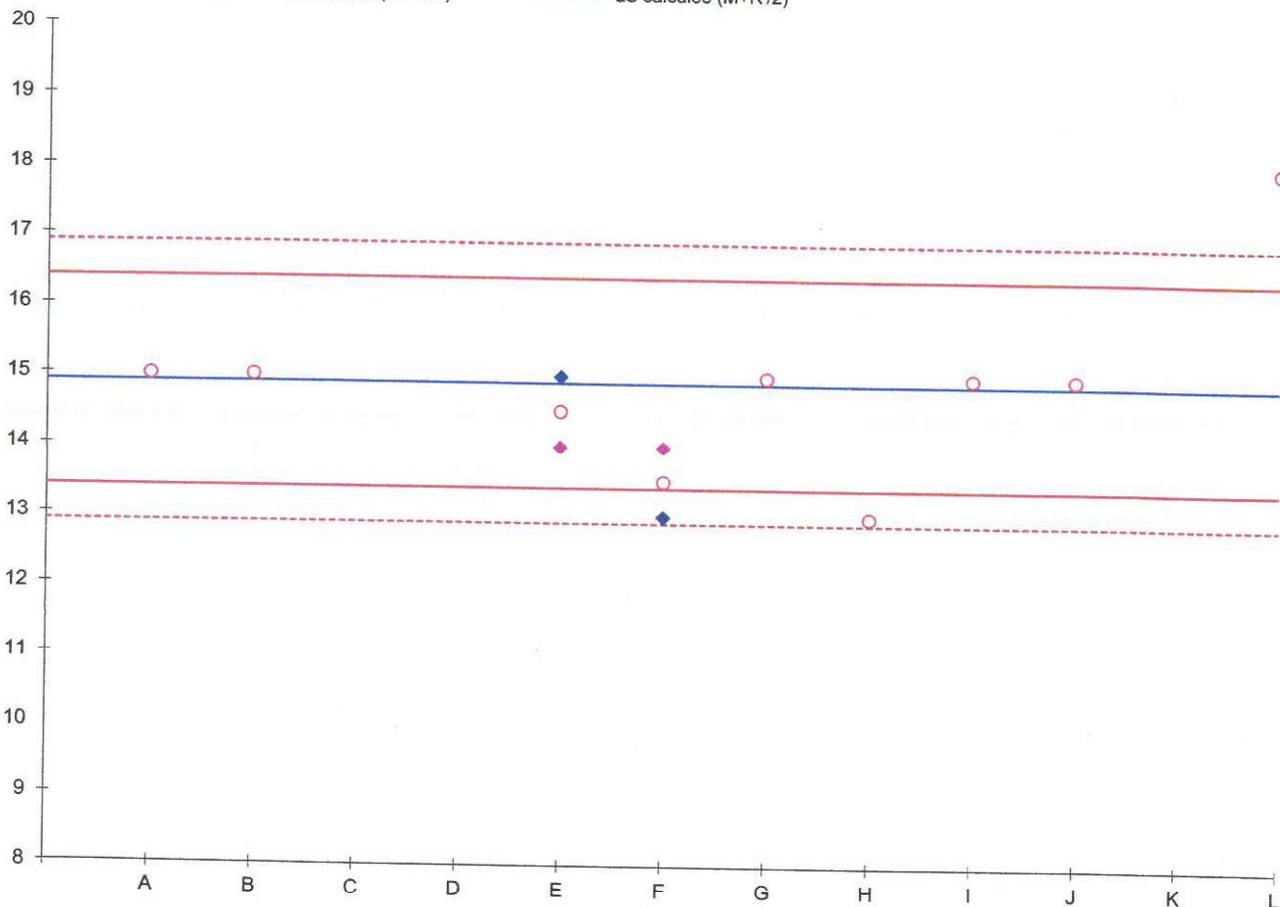
Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 13,4
Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 16,4

Selon la norme NF EN 1426:

R = 3,0 Reproductibilité
r = 2,0 répétabilité

Calculé :
R' = 3,9
r' = 0,9

◆ pénéB N°1
— Moyenne
◆ pénéB N°2
— LI (M - R/2)
- - - LI calculée (M - R'/2)
○ Moy pénéB/labο
— LS (M + R/2)
- - - LS calculée (M + R'/2)



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - Pénétrabilité à l'aiguille

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
pénéB	15	15			15	13	15	13	15	15		
pénéB	15	15			14	14	15	13	15	15		
Moy pénéB	15,0	15,0			14,5	13,5	15,0	13,0	15,0	15,0		
Écart	0,0	0,0			1,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0		

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

Moyenne = 14,5
Maximum = 15,0
Minimum = 13,0

Limite Inférieure =
Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 13,0
Moyenne + R/2 = 16,0

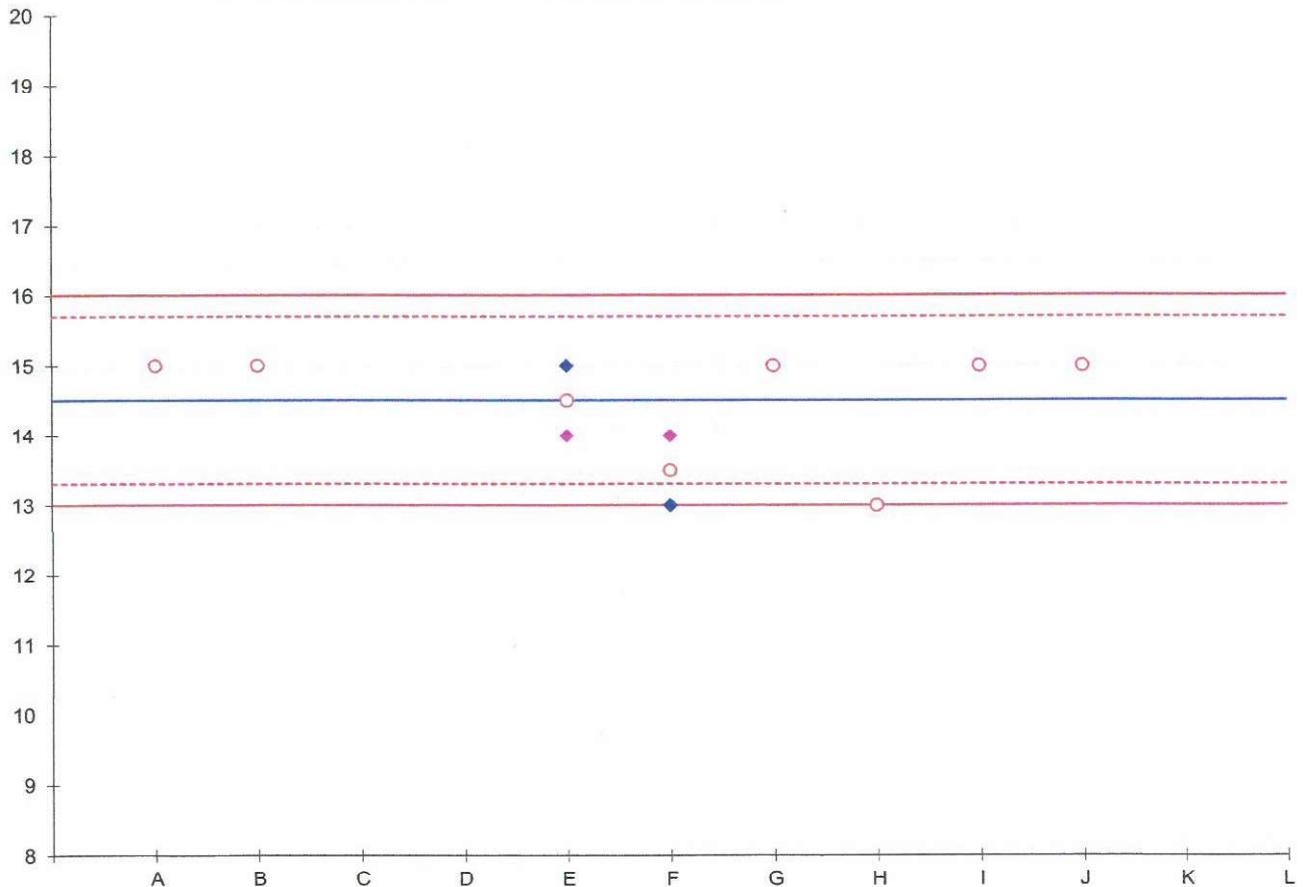
Selon la norme NF EN 1426:

R = 3,0 Reproductibilité
r = 2,0 répétabilité

Calculé :

R' = 2,4
r' = 1,0

◆ pénéB N°1
— Moyenne
◆ pénéB N°2
— LI (M - R/2)
- - - LI calculée (M - R'/2)
○ Moy pénéB/labo
— LS (M + R/2)
- - - LS calculée (M + R'/2)



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : Pot B - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA B	67,4	67,2	67,8	65,2	67	66,4	66	64,6	66,6	66	66,6	65,4
TBA B	67,4	67,4	68,4	65	67	66,6	66	64,4	66	66,4	66,6	65
Moy TBA B	67,4	67,3	68,1	65,1	67,0	66,5	66,0	64,5	66,3	66,2	66,6	65,2
Écart	0,0	0,2	0,6	0,2	0,0	0,2	0,0	0,2	0,6	0,4	0,0	0,4

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

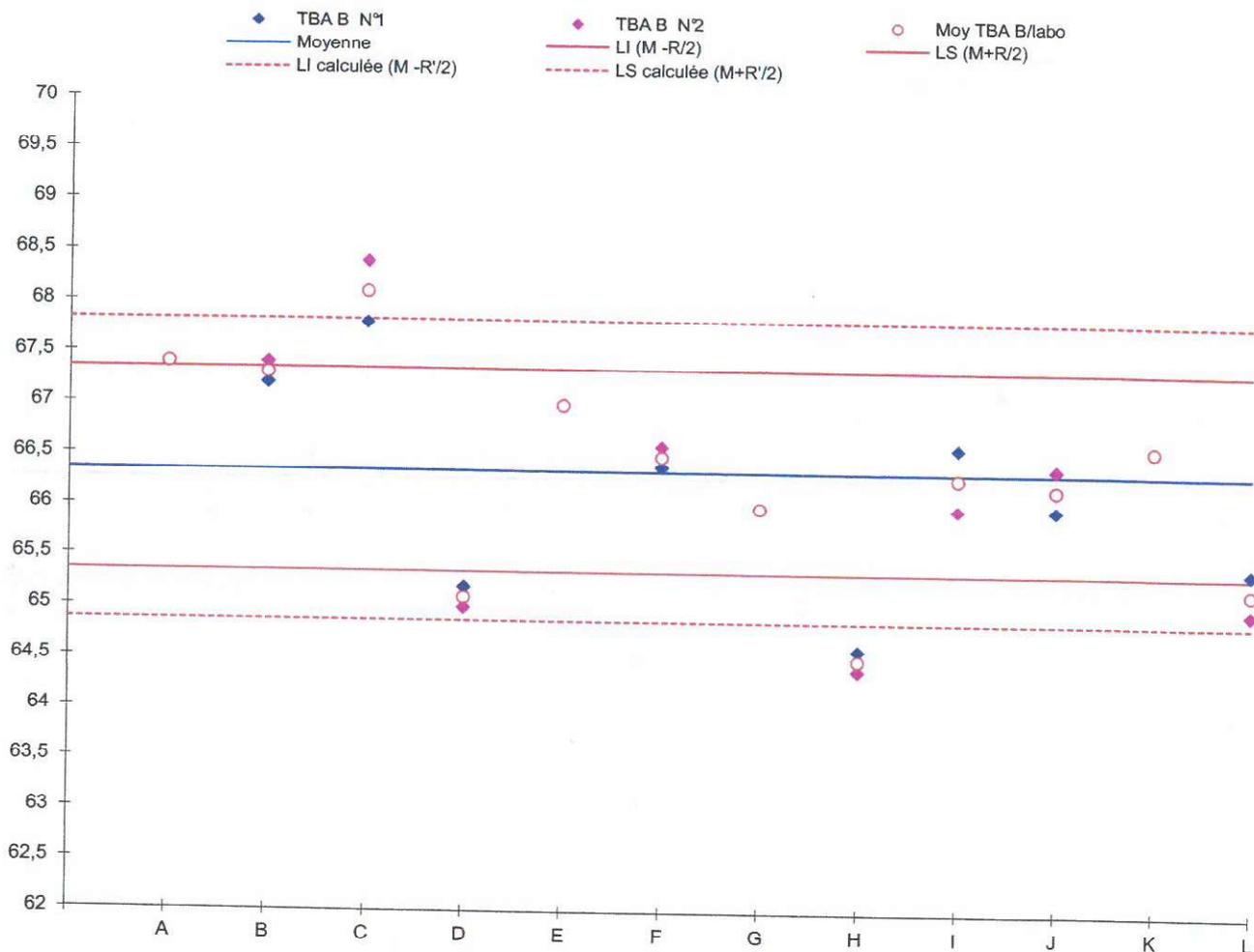
Moyenne = 66,4
Maximum = 68,4
Minimum = 64,4

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 65,4
Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 67,4

Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0 Reproductibilité
r = 1,0 répétabilité

Calculé :
R' = 3,0
r' = 0,6



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA B	67,4	67,2		65,2	67	66,4	66		66,6	66	66,6	65,4
TBA B	67,4	67,4		65	67	66,6	66		66	66,4	66,6	65
Moy TBA B	67,4	67,3		65,1	67,0	66,5	66,0		66,3	66,2	66,6	65,2
Écart	0,0	0,2		0,2	0,0	0,2	0,0		0,6	0,4	0,0	0,4

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

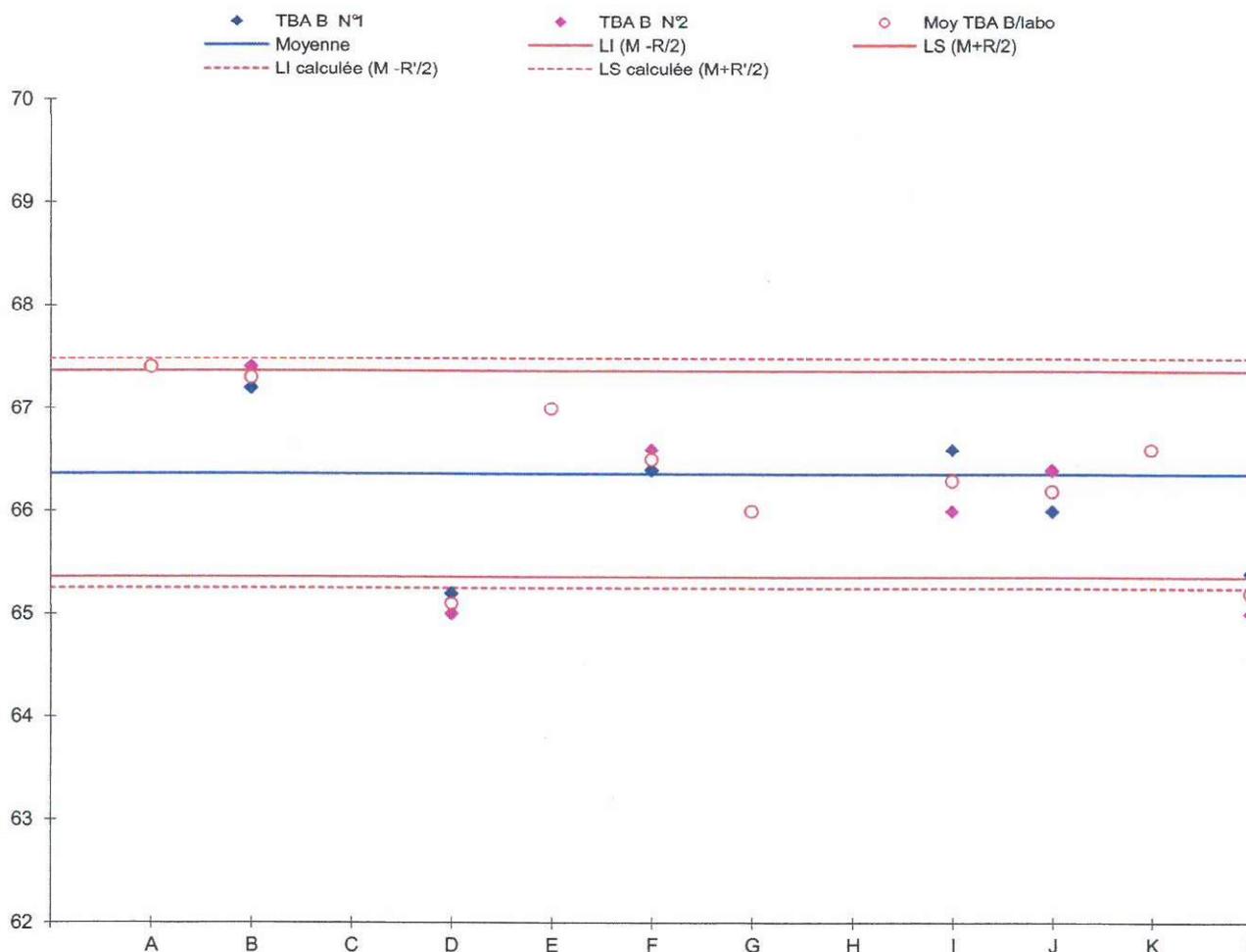
Moyenne = 66,4
 Maximum = 67,4
 Minimum = 65,0

Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 65,4
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 67,4

Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0 Reproductibilité
 r = 1,0 répétabilité

Calculé :
 R' = 2,23
 r' = 0,6



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : Pot B - bille & anneau

Laboratoire	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
TBA B	67,4	67,2			67	66,4	66		66,6	66	66,6	65,4
TBA B	67,4	67,4			67	66,6	66		66	66,4	66,6	65
Moy TBA B	67,4	67,3			67,0	66,5	66,0		66,3	66,2	66,6	65,2
Écart	0,0	0,2			0,0	0,2	0,0		0,6	0,4	0,0	0,4

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

Moyenne = 66,5

Maximum = 67,4

Minimum = 65,0

Limite Inférieure =

Limite Supérieure =

Moyenne - R/2 = 65,5

Moyenne + R/2 = 67,5

Selon la norme NF EN 1427:

R = 2,0

r = 1,0

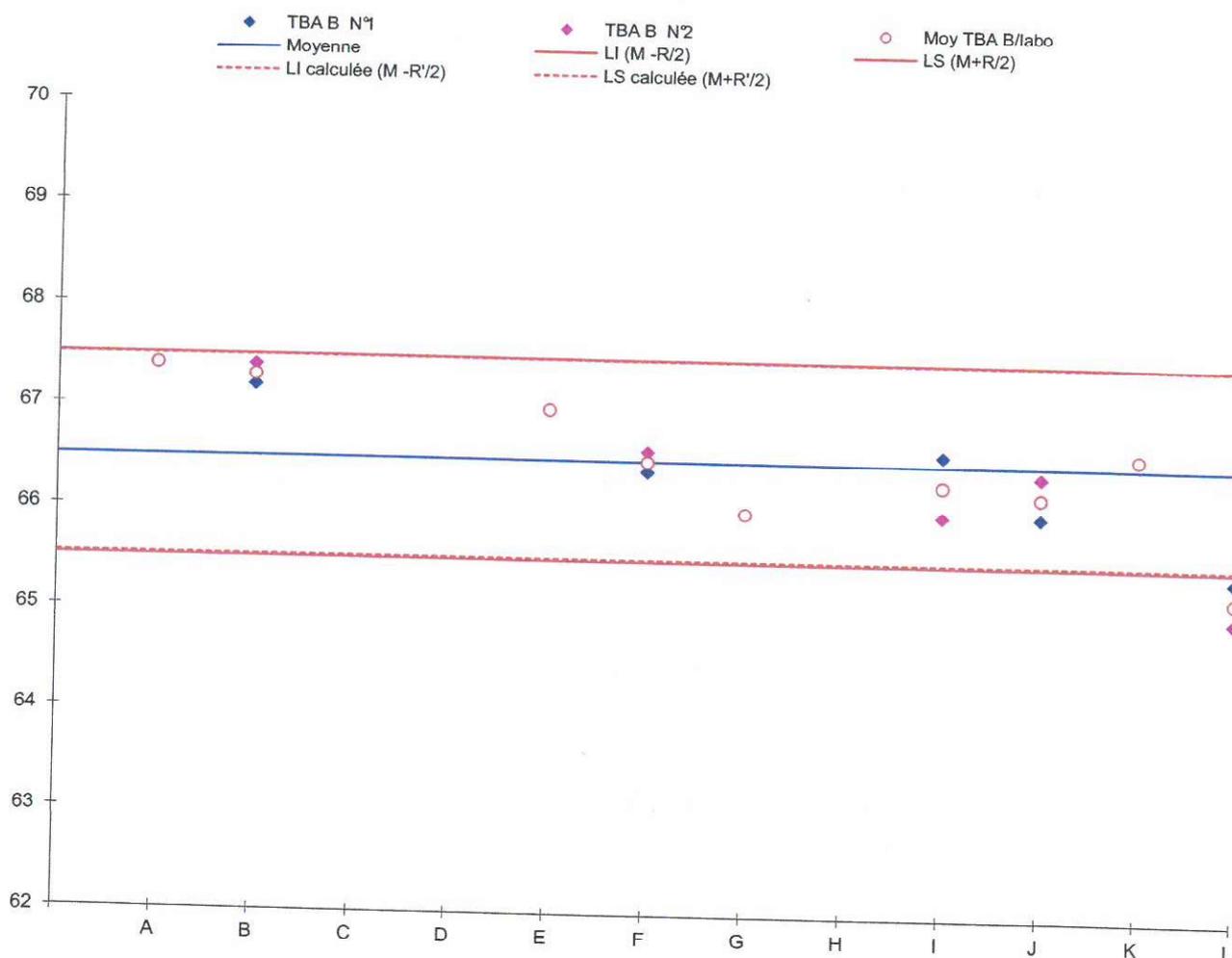
Reproductibilité

répétabilité

Calculé :

R' = 2,0

r' = 0,6



RESULTATS DES ESSAIS INTERLABORATOIRES

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 :

Niveau	Pot A		Pot B	
	péné	TBA	péné	TBA
C =	0,595	0,400	0,750	0,300
Nombre de labo n =	12			

Nombre de labo n = 12	Valeurs critiques pour le test de Cochran :
Valeurs normales	si $C \leq 0,541$
Valeurs isolées	si $0,541 < C \leq 0,653$
Valeurs aberrantes	si $C > 0,653$

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

Niveau	Pot A		Pot B	
	péné	TBA	péné	TBA
C =	0,529		0,333	
Nombre de labo n =	11		11	

Nombre de labo n = 11	Valeurs critiques pour le test de Cochran :
Valeurs normales	si $C \leq 0,570$
Valeurs isolées	si $0,570 < C \leq 0,684$
Valeurs aberrantes	si $C > 0,684$

III) Test de GRUBBS : (Moyenne aberrante)

III - 1 - Test après retrait éventuel du (ou des) laboratoire(s) éliminé(s) par le test Cochran :

Niveau	Simple		Double	
	grande (G_p)	petite (G_1)	grande (G)	petite (G)
Pot A péné (n=11)	1,277	1,649	0,658	0,335
Pot A TBA (n=12)	1,289	2,010	0,715	0,383
Pot B péné (n=11)	1,434	2,219	0,736	0,170
Pot B TBA (n=12)	1,673	1,769	0,589	0,506

Nombre de Labo : 12	Valeurs critiques de Grubbs	
Valeurs normales	si $G \leq 2,412$	si $G \geq 0,2537$
Valeurs isolées	si $2,412 < "G" \leq 2,636$	si $0,1738 \leq G < 0,2537$
Valeurs aberrantes	si $"G" > 2,636$	si $G < 0,1738$

Nombre de Labo : 11	Valeurs critiques de Grubbs	
Valeurs normales	si $G \leq 2,355$	si $G \geq 0,2213$
Valeurs isolées	si $2,355 < "G" \leq 2,564$	si $0,1448 \leq G < 0,2213$
Valeurs aberrantes	si $"G" > 2,564$	si $G < 0,1448$

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 1426 (pénétrabilité à l'aiguille)

- pour des pénétrabilités ≥ 50 : $R = 6\%$ et $r = 4\%$ de la valeur moyenne (Pot A)
- pour des pénétrabilités < 50 : $R = 3$ et $r = 2$ (Pot B)

NF EN 1427 (Point de ramollissement - méthode bille et anneau)

- pour un essai dans l'eau avec un bitume non modifié : $R = 2$ et $r = 0$

IV - 1 - Test après retrait éventuel des laboratoires éliminés par les test Cochran et Grubbs

Niveau	R	R'	r	r'
Pot A péné (n=11)	4,6	7,4	3,1	2,5
Pot A TBA (n=12)	2,0	2,7	1,0	0,4
Pot B péné (n=11)	3,0	8,5	2,0	1,0
Pot B TBA (n=12)	2,0	3,0	1,0	0,6

IV - 2 - Test après retrait des laboratoires suspects :

Niveau	R	R'	r	r'
Pot A péné (n=8)	4,7	4,3	3,1	2,4
Pot A TBA (n=10)	2,0	1,9	1,0	0,4
Pot B péné (n=8)	3,0	2,4	2,0	1,0
Pot B TBA (n=9)	2,0	2,0	1,0	0,6

IV) CONCLUSION :

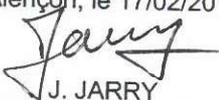
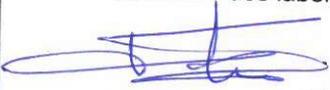
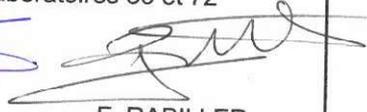
Essais concernés	Laboratoire concerné par:				Anomalie r
	Anomalie Cochran	Anomalie Grubbs	Anomalie R		
			> 5 %	≤ 5 %	
Pot A péné.	K			A - B - C	
Pot A TBA				H - L	
Pot B péné.	C		D - K - L		
Pot B TBA				C - D - H	

Les tests appliqués sur les résultats d'essais interlaboratoires sont positifs pour les autres laboratoires. Leurs résultats sont cohérents.

Néanmoins, après validation des reproductibilités et répétabilités au regard des valeurs requises par les normes, il apparaît que :

- pour la TBA pot A, la valeur moyenne du laboratoire D est inférieure à la limite
- pour la TBA pot B, la valeur moyenne du laboratoire L est inférieure à la limite

Ces laboratoires devront vérifier leur procédures.

<p>Auteur : Le Chef du Laboratoire à Alençon, le 17/02/2014</p>  <p>J. JARRY</p>	<p>Vérificateurs : Les chefs des laboratoires 53 et 72</p>   <p>J. GAUTIER BRET F. RABILLER</p>
---	---