



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) : ρ_{mv} (MVRE)
Mode opératoire A : méthode volumétrique

NF EN 12697-6 (août 2012) : ρ_{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	ρ_{mv} (MVRE)	ρ_{bsea} (MVA)
		Mg/m ³	Mg/m ³
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
Moyennes		2,609	2,536

ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : ρ_{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

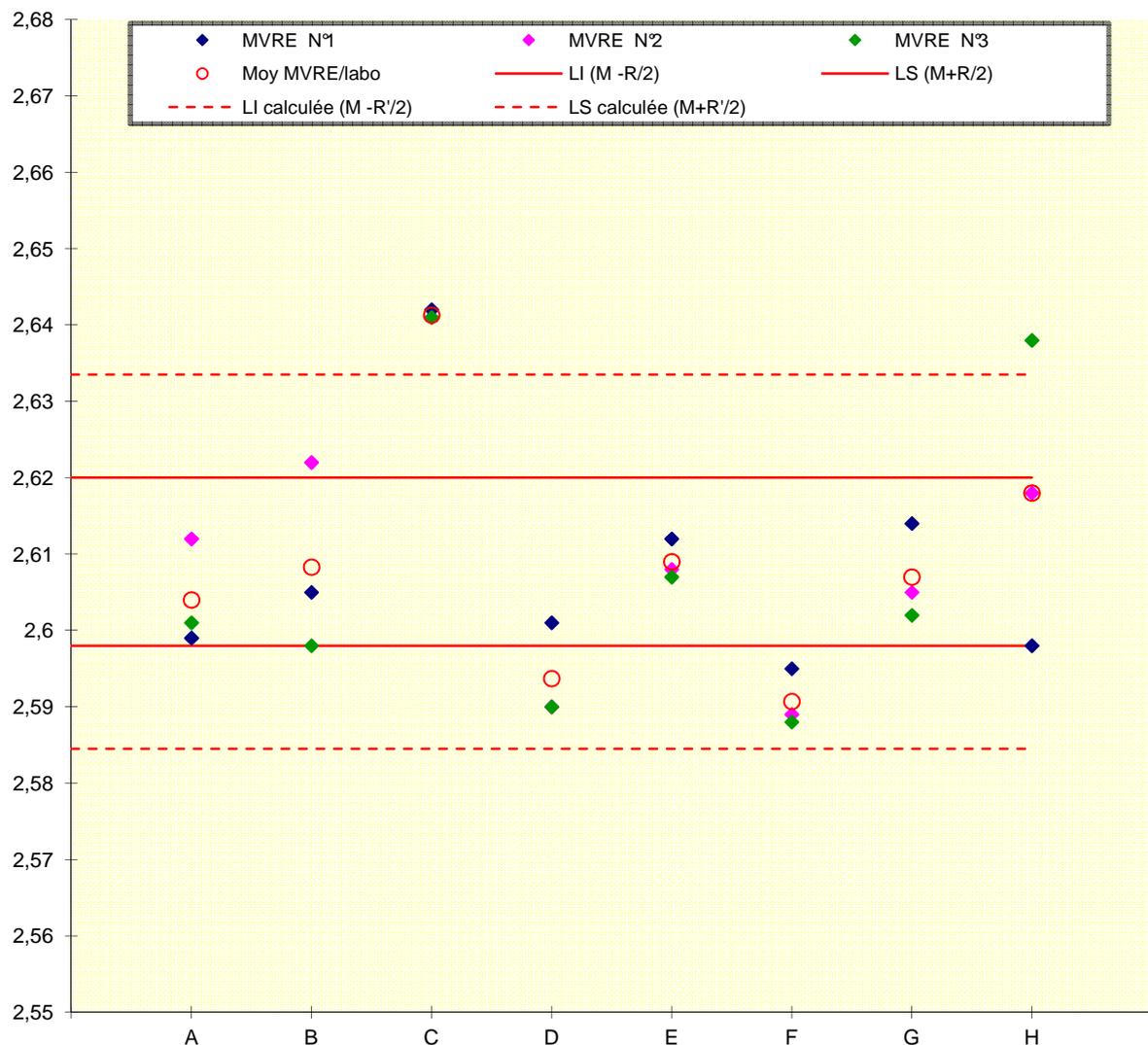
Selon la norme NF EN 12697-5:

R = 0,022
r = 0,011

Reproductibilité
répétabilité

Calculé :

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



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : ρ_{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 Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 2,591
 Maximum = 2,622 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 2,613
 Minimum = 2,588

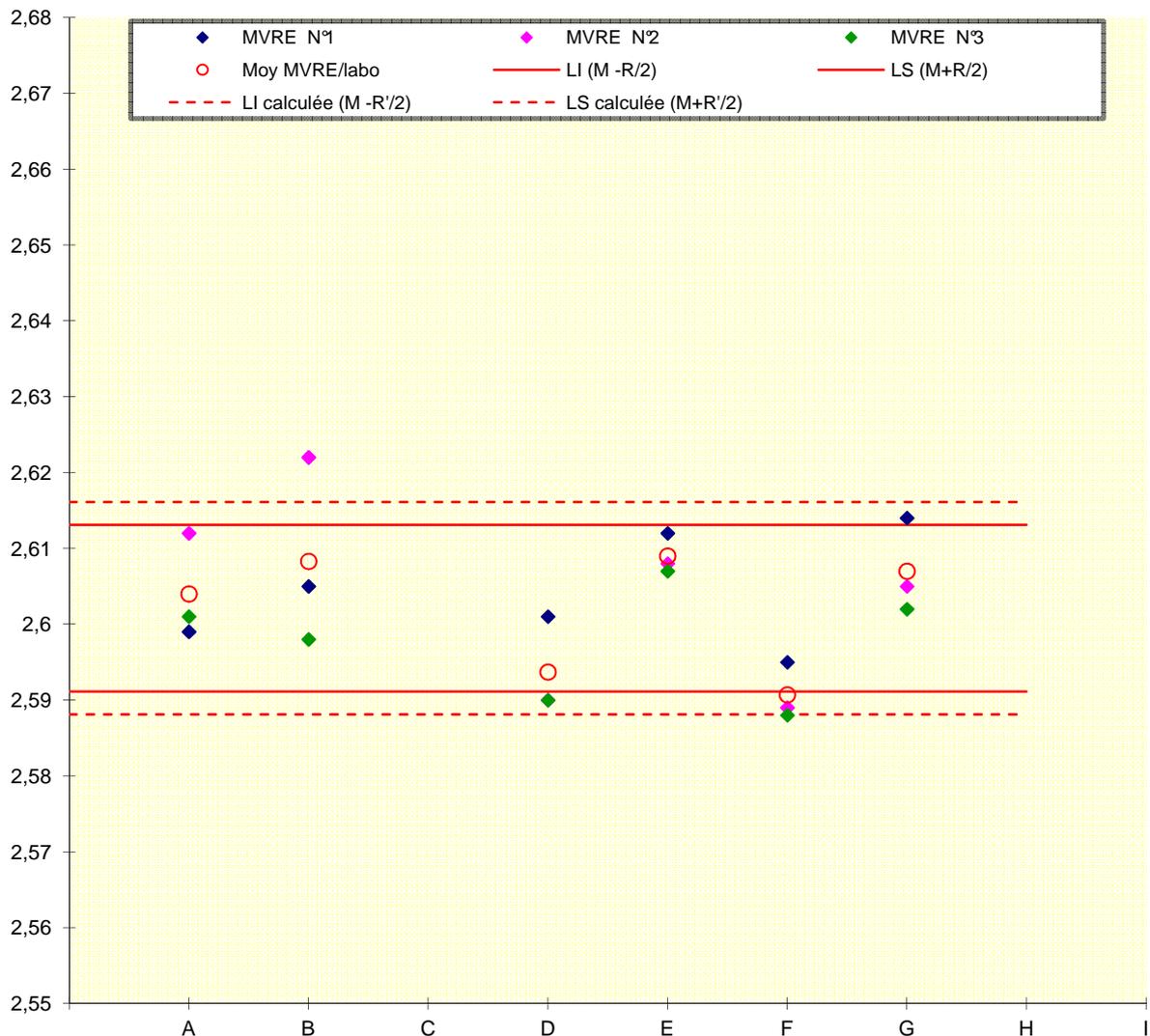
Selon la norme NF EN 12697-5:

R = 0,022
r = 0,011

Reproductibilité
répétabilité

Calculé :

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



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique général : ρ_{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

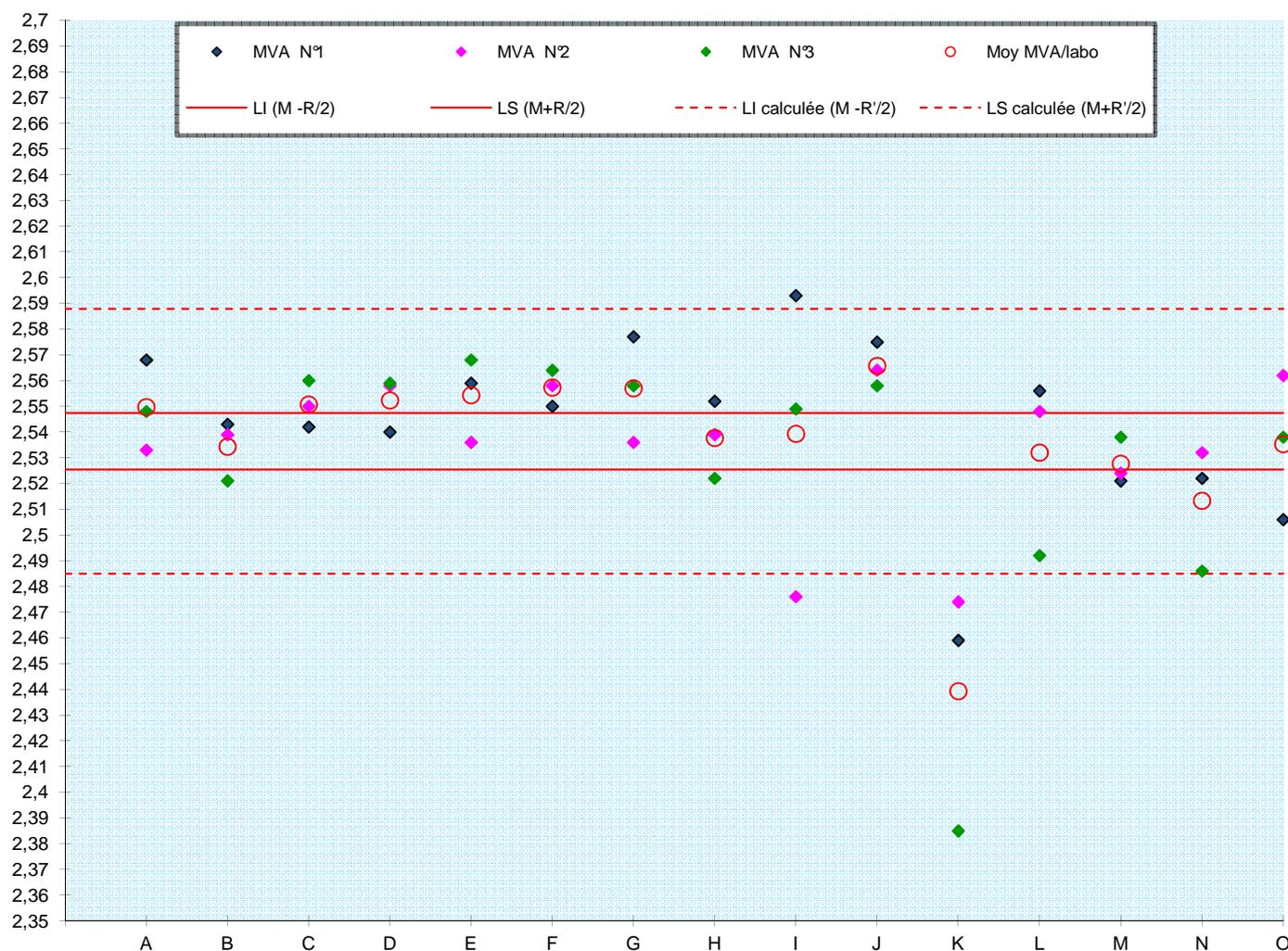
Limite Inférieure =
 Limite Supérieure =
 Moyenne - R/2 = 2,525
 Moyenne + R/2 = 2,547

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 : ρ_{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:

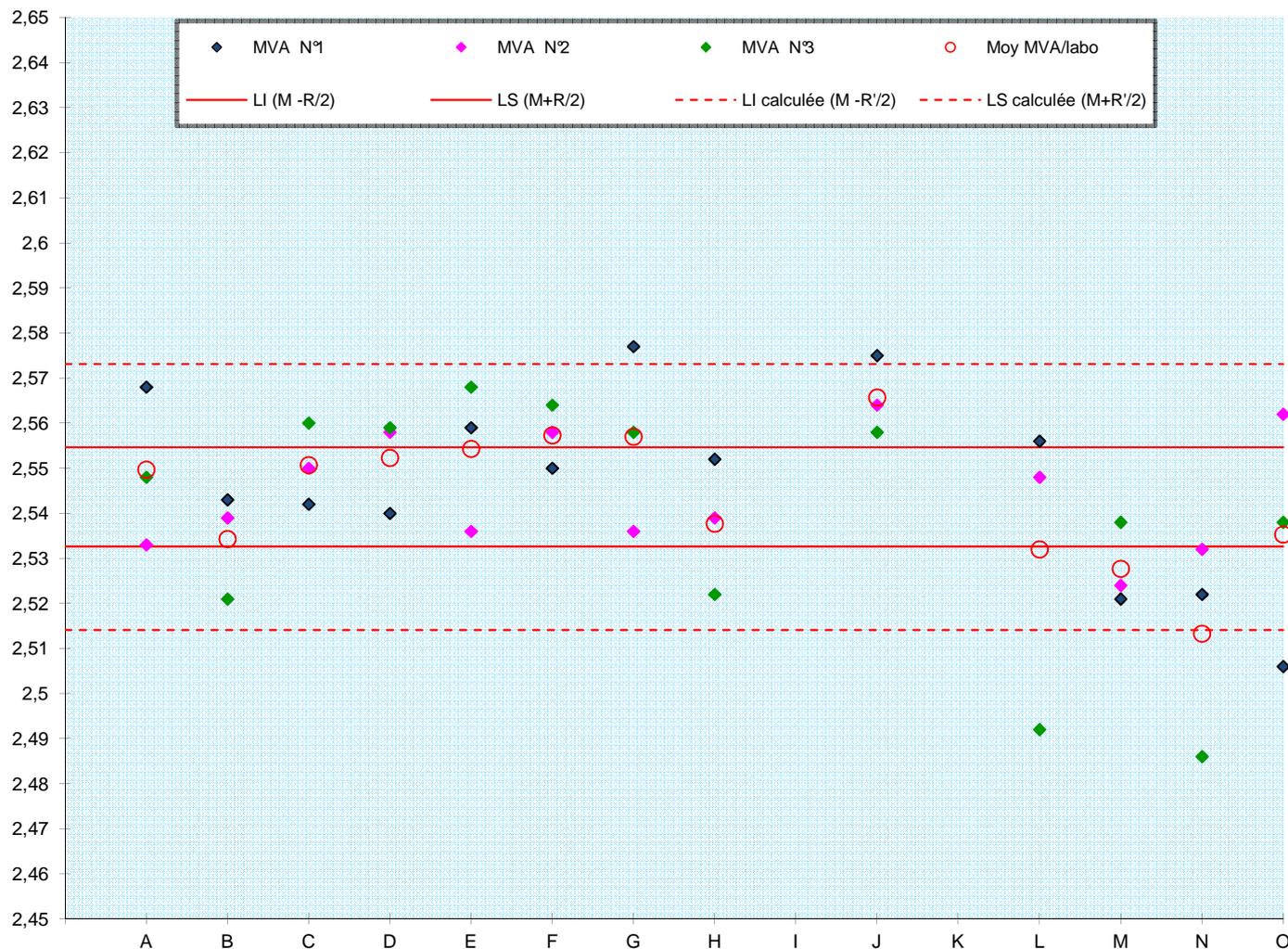
R = 0,022 Reproductibilité

r = 0,017 répétabilité

Calculé :

R' = 0,059

r' = 0,051



ESSAIS INTER LABORATOIRES

Club Laboratoires : COTITA OUEST

Graphique restreint : ρ_{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

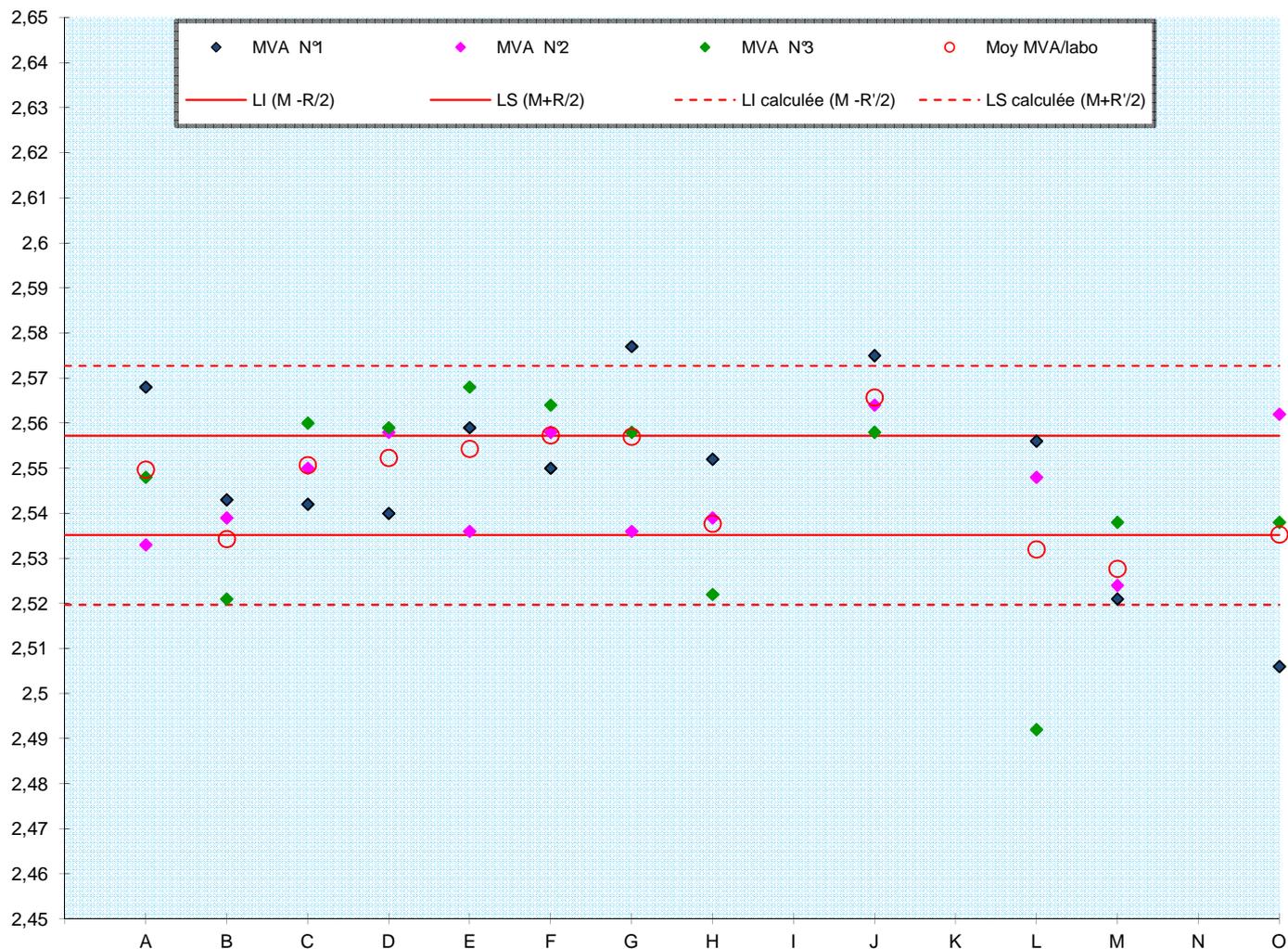
Limite Inférieure = Moyenne - R/2 = 2,535
 Limite Supérieure = Moyenne + R/2 = 2,557

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 : ρ_{mv} (MVRE)

Masse volumique apparente : ρ_{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 ³)	MVa (g/cm ³)	MVa moy (g/cm ³)
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	

Moyenne	2,499
Mini	2,39
Maxi	2,60

