

Rapport de présentation des résultats

N° 5-1-008

Concernant les essais

« Valeur au bleu » selon la norme NF EN 933-9 d'août 1999

« Écoulement des sables » selon la norme NF EN 933-6 de septembre 2002

*« Détermination de la masse volumique réelle » selon la norme NF EN 1097-6 de juin 2001
et 1097-6/A1 de février 2006*

*e*ssais d'*a*ptitude *p*ar *i*nter *C*omparaison
5^{ème} Campagne – 1^{ème} Session – Série n° 8





Le mot du **Président de l'e.a.p.i.c**

Décidément les essais sur les granulats motivent. En 2007, 39 laboratoires avaient choisi de se comparer sur les essais Los Angeles et micro Deval. En 2008 vous avez plébiscité la proposition d'EAPIC d'organiser des essais portant sur les sables. Ainsi 64 laboratoires ont participé à la campagne dont 61 pour la mesure de la valeur au bleu, 46 pour la mesure du temps d'écoulement des sables, et 51 pour la détermination de la masse volumique réelle des granulats.

La fidélité de la méthode NF EN 933-9 d'août 1999 pour la Valeur au bleu n'est pas abordée dans la norme correspondante. Des valeurs ont été déterminées à partir d'un essai circulaire dit expérience européenne. Si on les prend comme élément de comparaison, alors le résultat pour l'essai au bleu de méthylène n'appelle pas de remarque particulière. Un oeil expert peut cependant observer que la distribution des valeurs ne semble pas tout à fait gaussienne. Les spécialistes trouveront certainement une explication pour compléter ultérieurement la norme et rétablir l'harmonie des courbes.

En revanche la valeur de reproductibilité pour l'essai d'écoulement des sables pose question. Il n'est pas à la hauteur de ce que l'on pouvait attendre au vu des données de fidélité de la norme NF EN 933-6 de septembre 2002. L'examen des résultats a été affiné en choisissant comme critère de tri, l'utilisation du dispositif d'alimentation de l'équipement de mesure. Ce dispositif n'est pas obligatoire. L'effet de la trémie est modeste, mais il doit être pris en compte. La photographie de l'état de la maîtrise de cet essai en 2008 doit conduire à engager une étude pour identifier les causes possibles et celles probables qui affectent la reproductibilité. Une telle étude est en dehors du champ des missions actuelles d'EAPIC. L'essai d'écoulement a fait ses preuves ; c'est à la fois un guide pour le suivi des installations de broyage, classification des carrières et un outil de formulation des enrobés. Une analyse collective de l'essai doit permettre à améliorer la méthode et/ou le matériel.

Engagé comme prévu sur la route de la certification qualité, version ISO 9000, nous avons amélioré la lisibilité du rapport que vous avez entre les mains. Un tableau indique avec un code de couleurs les résultats des laboratoires en termes de Z. score. Ce paramètre traduit l'écart des résultats du laboratoire à la moyenne. Nous tiendrons compte de l'expression de votre réaction au travers de l'enquête de satisfaction qui vous parviendra prochainement.





L'Index

- L'index *page 5*

- Le recueil des données *page 7*

- Le traitement des données *page 11*

- Présentation des résultats obtenus par l'ensemble des laboratoires participants concernant la Valeur au bleu *page 13*
 - Exploitation des résultats Valeur au bleu sur 0/2 *page 14*
 - Exploitation des résultats Valeur au bleu sur 0/0,125 *page 18*

- Présentation des résultats obtenus pour l'ensemble des laboratoires participants concernant l'écoulement des sables *page 22*
 - Exploitation des résultats Ecoulement des sables *page 22*

- Présentation des résultats obtenus pour l'ensemble des laboratoires participants concernant la Détermination de la masse volumique réelle *page 26*
 - Exploitation des résultats Détermination de la Masse Volumique Réelle *page 26*

- Organisation de l'e.a.p.i.c *page 31*

- ANNEXES PERSONALISEES *page 33*





Le Recueil des Données

La session d'essais inter comparaison a débuté le 15 septembre 2008 par l'envoi des échantillons à chaque laboratoire participant, et s'est terminée. L'envoi des résultats était prévu pour le 15 novembre 2008.

A part quelques retardataires, cette date a été respectée. Seuls 4 laboratoires ont dépassé cette date, le dernier a rendu ses résultats le 3 décembre 2008.

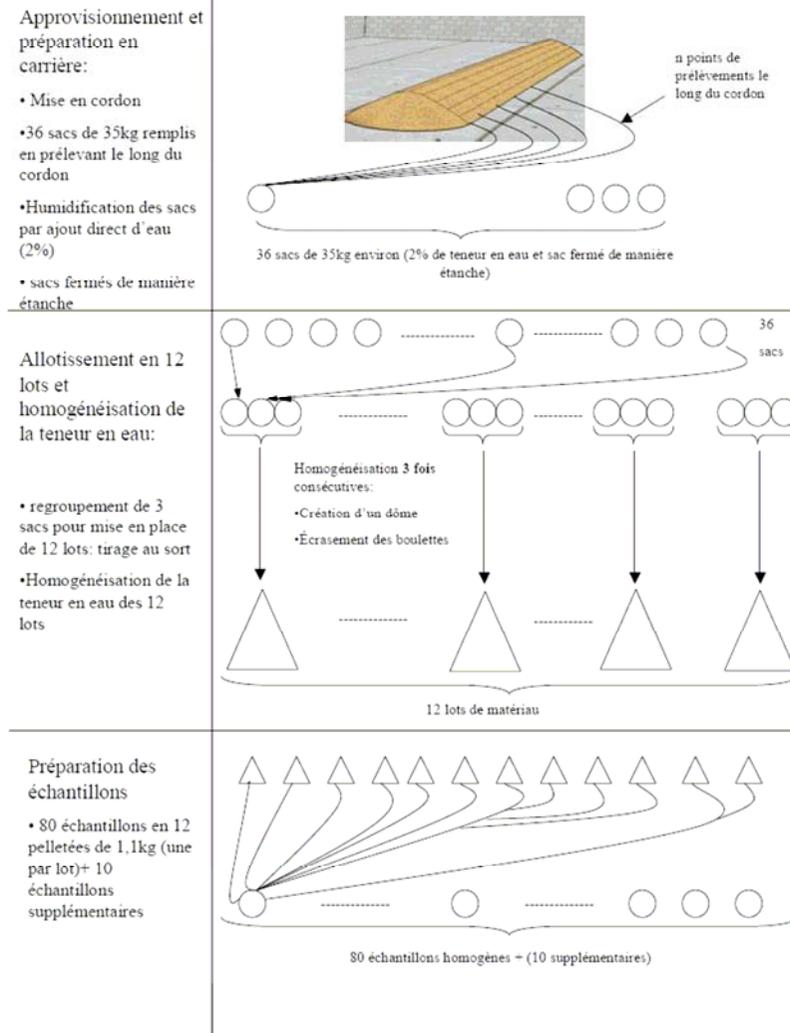
Cette campagne a eu un vif succès puisque nous avons 64 laboratoires participants aux essais croisés, dont :

- 61 participants à l'essai de valeur au bleu
- 46 participants à l'essai d'écoulement des sables
- 51 participants à la détermination de la masse volumique réelle.

Nous avons décidé d'accepter l'ensemble des demandes.

Le laboratoire support choisi par le Groupe Spécialisé EAPIC est le Laboratoire d'Autun qui a approvisionné, préparé et conditionnés les répliques pour l'expédition. La méthode d'homogénéisation a été élaborée par le laboratoire support selon une procédure schématisée sur la figure 1.

Figure 1 – Méthode d'homogénéisation



e.a.p.i.c - rapport 5.1.008





e.a.p.i.c – rapport 5.1.008

Les laboratoires inscrits ont remis leurs résultats sur un formulaire pré-établi. Ce formulaire donne la possibilité de répondre soit à une partie des essais soit à l'ensemble des essais proposés pour :

- Valeur au bleu selon la norme NF EN 933-9 d'août 1999
 - Valeur au bleu sur la fraction 0/2 en g/kg
 - Valeur au bleu sur la fraction 0/0,125 en g/kg
- Écoulement des sables selon la norme NF EN 933-6 de septembre 2002
 - Masse de la prise d'essai en kg
 - Temps d'écoulement des sables (moyenne de 5 déterminations) en s
- Détermination de la masse volumique réelle selon la norme NF EN 1097-6 de juin 2001 et 1097-6/A1 de février 2006
 - Masse volumique réelle obtenue par séchage à l'étuve en Mg/m^3

Pour les essais au bleu il a été demandé d'appliquer la norme en vigueur à la date de la session et strictement la norme, y compris le séchage de l'échantillon.

Les essais ont été réalisés sans incidents. Un seul laboratoire a demandé un supplément d'échantillons.

Les résultats enregistrés dans notre fichier à partir des formulaires ont été confirmés aux laboratoires participants. A cette occasion, quelques arrondis qui ne respectaient pas le format ont été corrigés.

Le rapport n'a pas tout à fait la même présentation que pour la précédente campagne. En effet, l'enquête de satisfaction a montré que l'opération de personnalisation très coûteuse en temps n'améliorait pas la satisfaction du client. Nous avons donc remplacé cette personnalisation par des tableaux de données z score dans lesquels le laboratoire pourra facilement s'identifier et interpréter ses résultats..

Le Z score est l'écart de la moyenne des résultats d'un laboratoire par rapport à la moyenne générale, normé par l'écart type de la session. Le code couleur permet au laboratoire de voir s'il se situe à 1, 2, 3 écarts-types de la moyenne.

Un tableau des écarts-types de chaque laboratoire est également transmis avec un classement par ordre croissant. Il permet au laboratoire d'évaluer sa situation de manière qualitative parmi les dispersions intra laboratoires observées dans l'ensemble des participants.

Le Traitement des Données

Le traitement des données s'appuie sur la série des normes ISO 5725 « Application de la statistique – Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure ».

Représentation graphique

Sur les résultats bruts, on applique les tests statistiques suivants :

- Test de Cochran (variabilité inter-laboratoire) : détection de la dispersion aberrante, au sens statistique des résultats dans un laboratoire.
- Test de Grubbs simple ou éventuellement double (variabilité inter-laboratoire) ; détection des moyennes aberrantes, au sens statistique, parmi la population des laboratoires.
- Test de Dixon (valeur isolée d'une réplique) : détection d'une valeur aberrante, au sens statistique isolée.

Les résultats dépassant la valeur critique à 1% sont déclarés aberrantes et sont écartés du traitement statistique qui ne retient que **les données corrigées**.

Pour chaque essai demandé un tableau récapitulatif des données a été établi. Il tient compte des moyennes en données brutes et corrigées après traitement statistique au test de Cochran, Grubbs. La répétabilité et reproductibilité pour chaque essai est ressortie et est comparée selon les essais à l'expérience européenne faisant référence.

Les résultats bruts sont représentés sous forme d'histogramme.

Pour chaque essai un tableau des écarts de la moyenne générale rapportée à l'écart type de la session des résultats de chaque laboratoire par rapport à la moyenne et le Z score est établi. Une couleur identifie la position des résultats de chaque laboratoire.

Un tableau des dispersions, intra laboratoires, croissantes (écart-type) a également été établi.





Présentation des résultats obtenus par l'ensemble des laboratoires participants

Pour les essais de Valeur au bleu

Pour l'Écoulement des sables

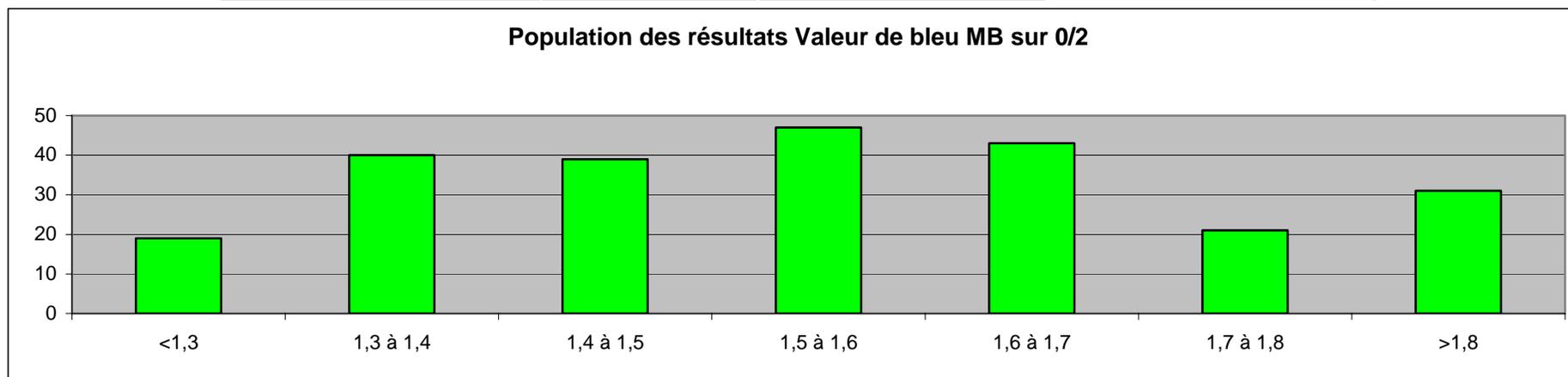
Et la Détermination de la Masse volumique réelle des sables



essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1

Valeur au bleu sur 0/2 en g/kg
Selon la norme NF EN 933-9 d'août 1999

Nombre de laboratoires-participants pris en compte ==>	Données brutes	Données corrigées	Observations
		61	
Moyenne m	1,61	1,60	Le laboratoire R006 est écarté par le test de Cochran Expérience européenne : 0,26 Expérience européenne : 1,13
écart-type répétabilité	0,08	0,08	
répétabilité r	0,23	0,22	
écart-type reproductibilité	0,23	0,22	
Reproductibilité R	0,63	0,61	

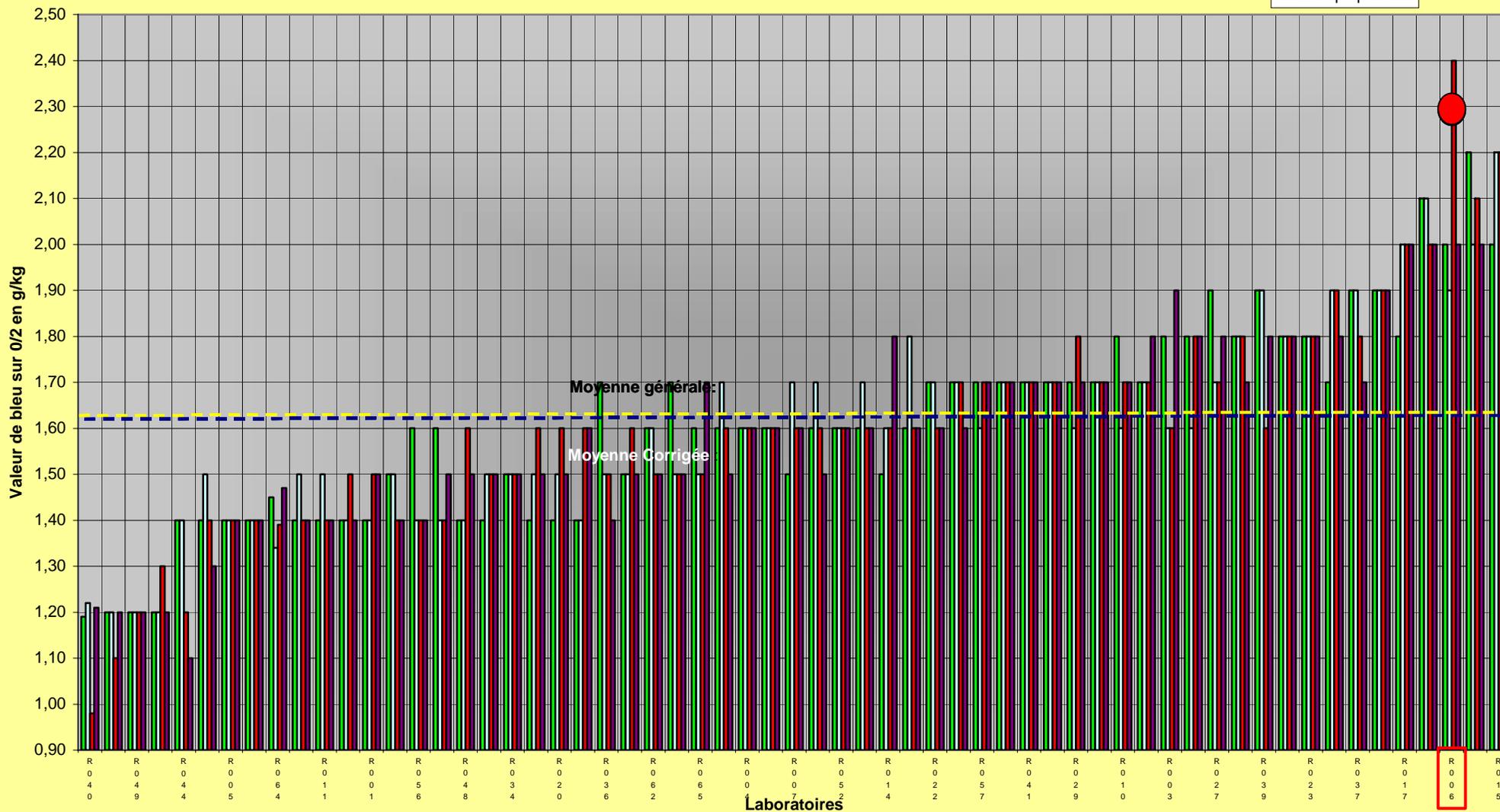




Valeur de bleu sur 0/2
 NF EN 933-9
 1ère session de la campagne n°5

- Test Cochran
- Test Grubb
- ▲ Test Dixon

- Réplique 1
- Réplique 2
- Réplique 3
- Réplique 4



essais d'aptitude par Inter Comparaison
 Campagne n° 5 – session n° 1
 Tableau des Écarts Types – Valeur au Bleu 0/2



code du laboratoire	Ecart type
R063	0,00
R045	0,00
R041	0,00
R034	0,00
R061	0,00
R004	0,00
R043	0,00
R005	0,00
R052	0,00
R058	0,00
R050	0,00
R026	0,00
R049	0,00
R023	0,00
R035	0,05
R028	0,05
R030	0,05
R013	0,05
R021	0,05
R011	0,05
R038	0,05
R057	0,05
R042	0,05
R059	0,05
R012	0,05
R031	0,05
R055	0,06

code du laboratoire	Ecart type
R062	0,06
R001	0,06
R018	0,06
R022	0,06
R064	0,06
R019	0,08
R010	0,08
R008	0,08
R020	0,08
R007	0,08
R051	0,08
R002	0,08
R029	0,08
R009	0,10
R047	0,10
R060	0,10
R048	0,10
R015	0,10
R065	0,10
R037	0,10
R027	0,10
R056	0,10
R033	0,10
R017	0,10
R032	0,10
R024	0,11
R040	0,11

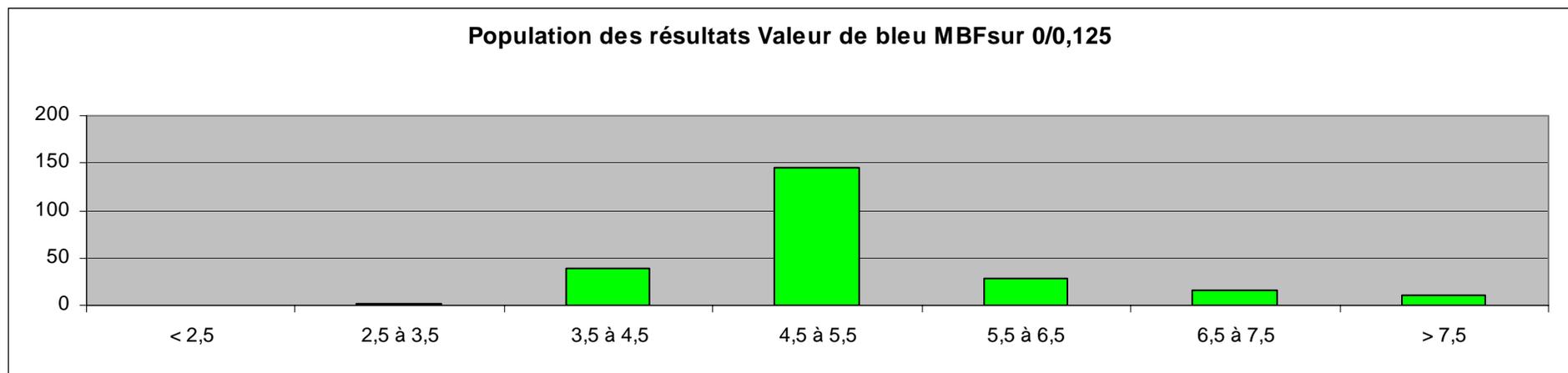
code du laboratoire	Ecart type
R046	0,11
R036	0,12
R014	0,13
R039	0,14
R003	0,15
R044	0,15
R006	0,22
Ecart type Moyen	0,06

essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Valeur au bleu sur 0/0,125 en g/kg
Selon la norme NF EN 933-9 d'août 1999

Nombre de laboratoires-participants pris en compte ==>	Données brutes	Données corrigées	Observations
	60	55	
Moyenne m	5,21	5,13	
écart-type répétabilité	0,34	0,26	
répétabilité r	0,95	0,73	Les laboratoires R003, R 033, R047et R 050 sont écartés par le test de Cochran
écart-type reproductibilité	1,02	0,82	Le laboratoire R017 est écarté par le test de Grubbs
Reproductibilité R	2,85	2,30	

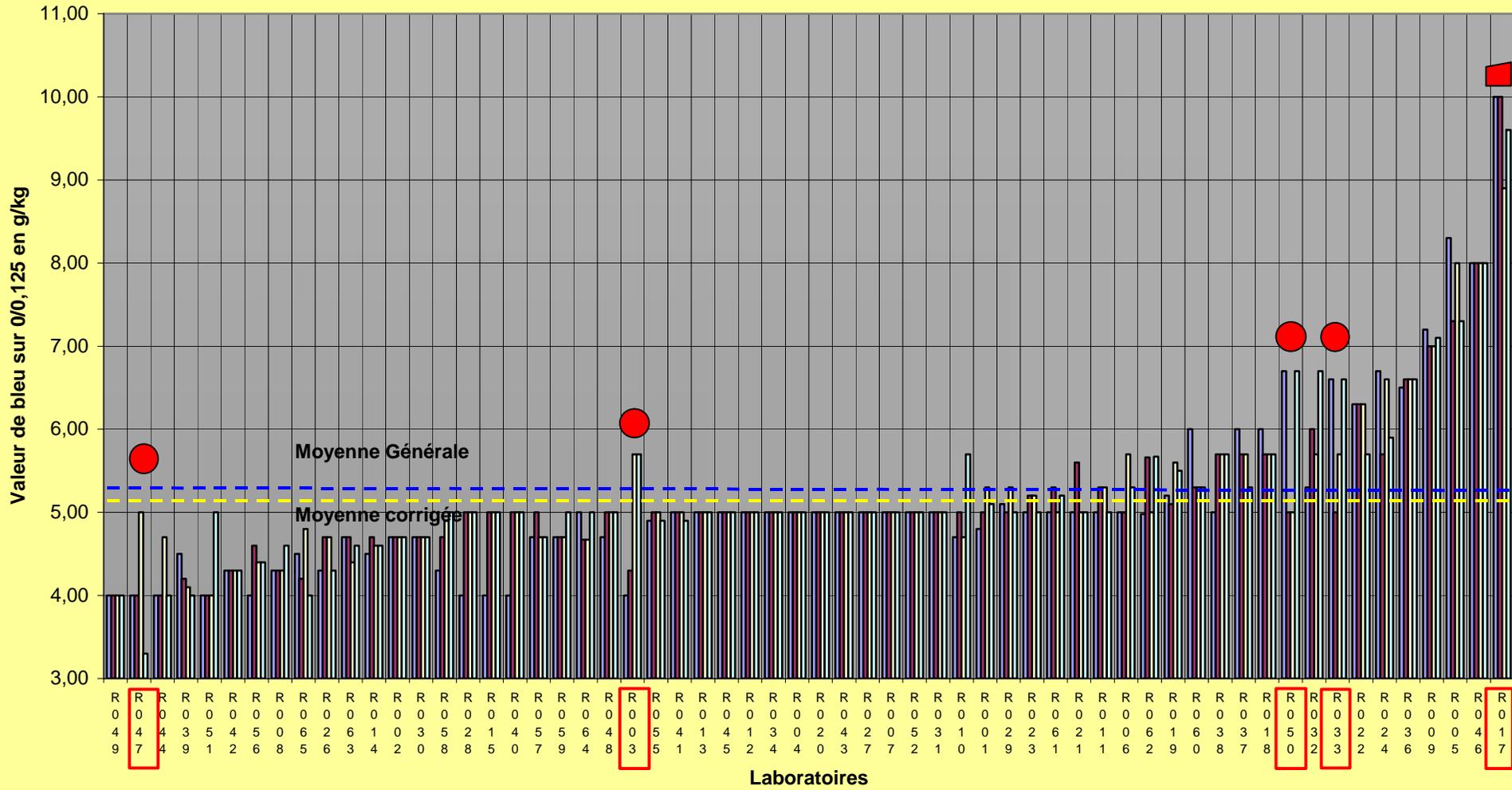




Valeur de bleu sur 0/0,125
 NF EN 933-9
 1ère session de la campagne n°5

- Test Cochran
- Test Grubbs
- ▲ Test Dixon

- Réplique 1
- Réplique 2
- Réplique 3
- Réplique 4



essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Tableau des Écart types Valeur au Bleu 0/0,125

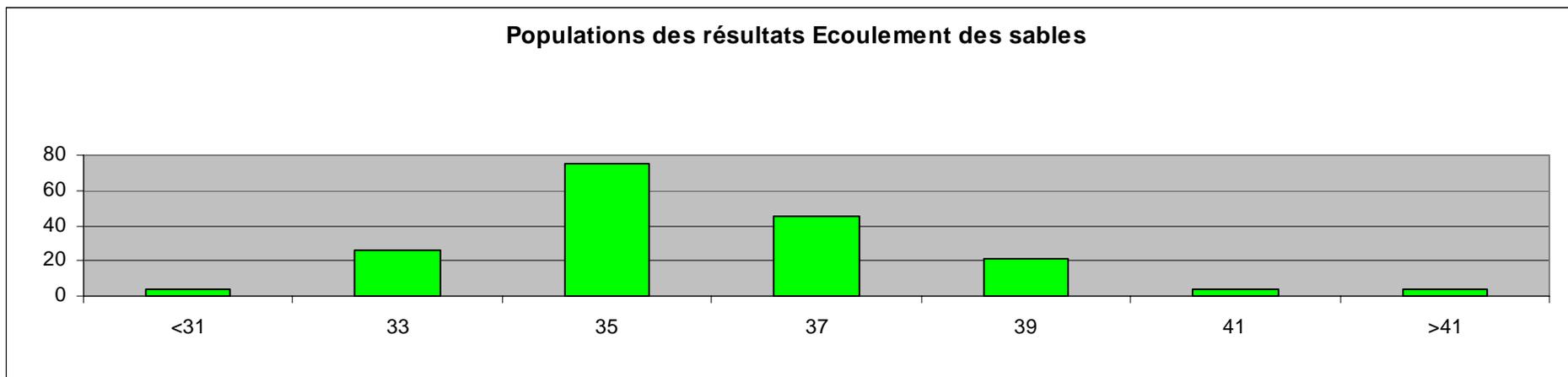
Code Laboratoire	Ecart type	Code Laboratoire	Ecart type	Code Laboratoire	Ecart type
R049	0,00	R059	0,15	R028	0,50
R042	0,00	R048	0,15	R015	0,50
R002	0,00	R061	0,15	R040	0,50
R030	0,00	R057	0,15	R005	0,51
R013	0,00	R018	0,15	R017	0,52
R045	0,00	R011	0,17	R032	0,59
R012	0,00	R064	0,19	R047	0,70
R034	0,00	R001	0,21	R033	0,78
R004	0,00	R039	0,22	R003	0,90
R020	0,00	R026	0,23	R050	0,98
R043	0,00	R019	0,24		
R027	0,00	R056	0,25	Ecart type Moyen	0,24
R007	0,00	R037	0,29		
R052	0,00	R021	0,30		
R031	0,00	R022	0,30		
R046	0,00	R058	0,31		
R041	0,05	R006	0,33		
R036	0,05	R060	0,35		
R055	0,06	R044	0,35		
R014	0,08	R065	0,35		
R009	0,09	R038	0,35		
R023	0,11	R062	0,39		
R029	0,14	R010	0,47		
R063	0,14	R024	0,50		
R008	0,15	R051	0,50		

essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Écoulement des sables en secondes
Selon la norme NF EN 933-6 de septembre 2002

Nombre de laboratoires-participants pris en compte ==>	Données brutes	Données corrigées	Données corrigées Avec dispositif	Données corrigées Sans dispositif	Norme	Observations
	45	42	15	24		
Moyenne m	35,1	34,8	34,9	34,6		Laboratoire R013 écarté par le test de Grubbs Laboratoires R060 et R048 écartés par le test de Cochran
écart-type répétabilité	0,7	0,5	0,4	0,5		
répétabilité r	1,9	1,3	1,1	1,4	Norme : r = 1,2	
écart-type reproductibilité	2,5	1,8	1,5	2,0		
Reproductibilité R	6,9	5,1	4,3	5,7	Norme=R= 2,9	



* **Remarques** : Validation par AIL Afnor (Analyse Inter Laboratoires)

Données Brutes – Moyenne m = 35,09 ou 35,1 – Ecart-type répétabilité = 0,69 – écart-type Reproductibilité = 2,47

Données Corrigées – Moyenne m = 34,78 – écart-type répétabilité = 0,47 – écart-type reproductibilité = 1,83

essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Tableau Ecarts à la Moyenne - Écoulement des sables

Code Laboratoire	Ecart à la moyenne	Z score
Ecart > à 3 écarts types		
R013	-9,85	-5,47
Ecart inférieur à 3 écarts types		
R048	-4,30	-2,39
R041	3,93	2,18
Ecart inférieur à 2 écarts types		
R003	-2,05	-1,14
R017	-2,10	-1,17
R008	-2,38	-1,32
R057	-2,45	-1,36
R035	-2,50	-1,39
R047	-3,37	-1,88
R056	2,95	1,64
R042	2,93	1,63
R019	2,40	1,33
R061	2,33	1,29
R043	2,28	1,26
R053	2,15	1,19
R037	2,00	1,11
R038	1,93	1,07
R062	1,90	1,06
Ecart inférieur à 1 écart type		
R055	1,58	0,88
R022	1,40	0,78
R045	1,28	0,71
R063	1,25	0,69
R001	1,13	0,63

Code Laboratoire	Ecart à la moyenne	Z score
R040	1,10	0,61
R058	0,98	0,54
R050	0,95	0,53
R018	0,90	0,50
R033	0,90	0,50
R060	0,85	0,47
R054	0,85	0,47
R006	0,85	0,47
R051	0,77	0,43
R007	0,75	0,42
R052	0,50	0,28
R020	0,27	0,15
R065	-0,80	-0,44
R024	-0,87	-0,49
R030	-0,93	-0,52
R009	-1,13	-0,63
R021	-1,25	-0,69
R011	-1,33	-0,74
R031	-1,35	-0,75
R016	-1,43	-0,79
R002	-1,48	-0,82
R005	-1,53	-0,85

essais d'aptitude par inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Tableau des Écarts types - Écoulement de sable

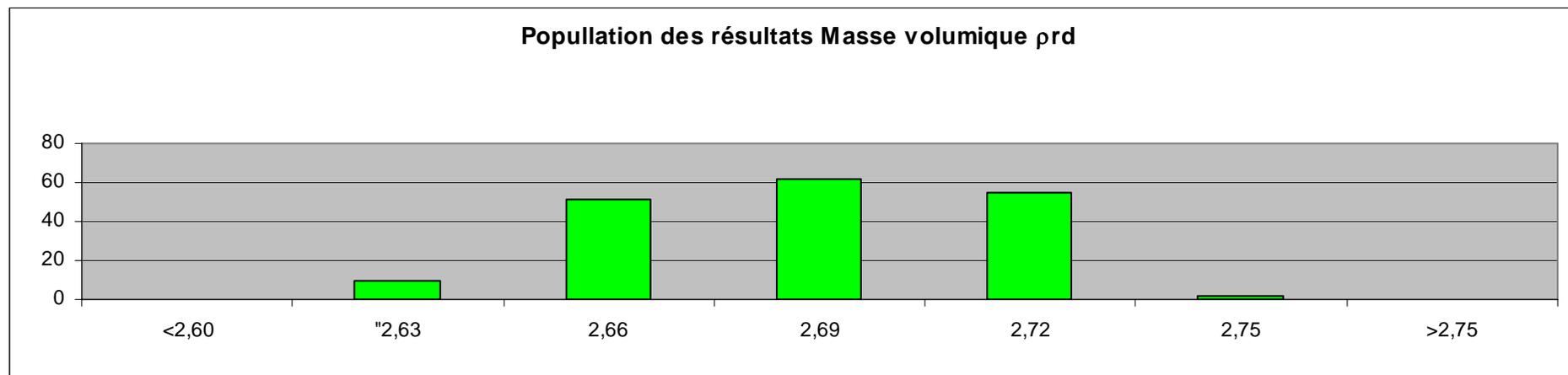
Code Laboratoire	Ecart-type	Code Laboratoire	Ecart-type
R052	0,00	R038	0,42
R011	0,05	R022	0,42
R005	0,05	R053	0,45
R042	0,10	R017	0,48
R051	0,12	R054	0,50
R050	0,13	R065	0,53
R018	0,14	R040	0,53
R033	0,14	R020	0,62
R043	0,17	R035	0,63
R001	0,17	R037	0,69
R057	0,17	R006	0,74
R031	0,19	R009	0,79
R021	0,19	R007	0,79
R058	0,21	R024	0,80
R016	0,25	R061	0,82
R056	0,26	R041	0,92
R063	0,26	R047	1,06
R045	0,27	R013	1,11
R003	0,29	R048	2,16
R055	0,32	R060	2,50
R062	0,34	Ecart type Moyen	0,49
R008	0,34		
R002	0,38		
R030	0,38		
R019	0,41		

essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Masse Volumique réelle en Mg/m³
Selon la norme NF EN 1097-6 de juin 2001 et 1097-6/A1 de février 2006

Nombre de laboratoires-participants pris en compte ==>	Données brutes	Données corrigées	Norme	Observations
	51	45		
Moyenne m	2,678	2,674		Laboratoire critique R 007 par le test Grubbs
écart-type répétabilité	0,015	0,008		
répétabilité r	0,042	0,022	Norme r = 0,043	
écart-type reproductibilité	0,044	0,026		Laboratoires écartés R005, R007, R036, R055, R057 et R060 par le test de Cochran
Reproductibilité R	0,123	0,074	Norme R = 0,085	



essais d'aptitude par Inter Comparaison
 Campagne n° 5 – session n° 1
 Tableau Ecarts à la moyenne Masse Volumique réelle



Code Laboratoire	Ecart à la moyenne	Z score
Ecart > à 3 écarts types		
R007	-0,213	-8,202
R060	0,090	3,452
Ecart inférieur à 3 écarts types		
R054	0,066	2,519
R005	-0,064	-2,442
R050	0,053	2,019
Ecart inférieur à 2 écarts types		
R039	0,047	1,798
R019	0,042	1,625
R051	0,036	1,375
R040	0,032	1,240
R002	-0,033	-1,269
R014	-0,042	-1,606
R062	0,028	1,087
R046	0,027	1,048
R018	0,027	1,038
R027	0,027	1,019
R013	-0,028	-1,077
R001	-0,028	-1,077
R035	-0,028	-1,087
R053	-0,029	-1,155
Ecart inférieur à 1 écart type		
R042	0,026	0,981
R041	0,025	0,962
R052	0,024	0,913
R056	0,024	0,913
R057	0,023	0,894
R024	0,023	0,875

Code Laboratoire	Ecart à la moyenne	Z score
R009	0,023	0,865
R033	0,018	0,673
R026	0,016	0,615
R043	0,015	0,587
R008	0,005	0,192
R021	0,002	0,096
R045	0,000	-0,010
R036	-0,002	-0,058
R017	-0,002	-0,077
R061	-0,003	-0,115
R006	-0,003	-0,115
R004	-0,003	-0,125
R047	-0,005	-0,183
R063	-0,006	-0,240
R048	-0,008	-0,317
R038	-0,008	-0,317
R030	-0,009	-0,346
R011	-0,012	-0,471
R031	-0,013	-0,481
R058	-0,015	-0,587
R020	-0,016	-0,615
R055	-0,017	-0,644
R031	-0,021	-0,788
R065	-0,021	-0,808
R016	-0,023	-0,885
R022	-0,025	-0,971

essais d'aptitude par Inter Comparaison
Campagne n° 5 – session n° 1



Tableau des Écart types - Masse Volumique réelle

Code Laboratoire	Ecart type
R035	0,000
R013	0,001
R043	0,001
R058	0,001
R052	0,002
R004	0,002
R001	0,002
R063	0,002
R011	0,002
R065	0,003
R008	0,003
R020	0,003
R056	0,003
R019	0,003
R016	0,003
R051	0,003
R041	0,004
R031	0,004
R033	0,004
R053	0,004
R022	0,005
R024	0,005
R054	0,005
R061	0,007
R045	0,007
R021	0,007
R047	0,007

Code Laboratoire	Ecart type
R006	0,007
R018	0,008
R003	0,008
R042	0,008
R002	0,008
R017	0,008
R026	0,008
R062	0,009
R050	0,009
R038	0,010
R040	0,011
R014	0,011
R030	0,012
R027	0,013
R039	0,014
R046	0,016
R009	0,016
R048	0,019
R055	0,023
R005	0,024
R057	0,034
R060	0,035
R036	0,048
R007	0,055
Ecart type Moyen	0,011





L'Organisation de l'e.a.p.i.c

Le Groupe Spécialisé « Essais d'aptitude par Inter Comparaison » est placé sous l'égide du Comité Sectoriel Qualification Certification du Comité Français pour les Techniques Routières, présidé par Hélène JACQUOT-GUIMBAL (Assistante : Nadège SANGOI)

Le Groupe Spécialisé s'appuie sur la Cellule Exécutive pour l'organisation de la campagne d'essais. Le soutien logistique pour la préparation des corps d'épreuve est assuré par un Laboratoire Support.

Groupe Spécialisé e.a.p.i.c

Président	Jean-Eric POIRIER
Membres	Jean-Luc DELORME Sylvain MOREIRA Nicole VERCHERE Jean-Pierre TRIQUIGNEAUX Ivan DROUADAINE Louisette WENDLING

Cellule Exécutive e.a.p.i.c

Laboratoire Régional de l'Est Parisien	Jean-Luc DELORME
Assisté de	Nicole VERCHERE

Laboratoire Support e.a.p.i.c

Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées d'Autun	Louisette WENDLING
Assistée de	Pascal GINEYS





Annexes personnalisées