

NOTE D'INFORMATION



Pour prouver la compétence des laboratoires

Résumé

L'approche qualité exige que les laboratoires démontrent leur compétence. Parmi les moyens à leur disposition, les essais d'aptitude par inter-comparaison sont des outils reconnus. Ils ont longtemps été attendus par la profession dans le domaine des matériaux routiers, mais les difficultés liées aux volumes et à la garantie d'homogénéité des échantillons avaient retardé leur mise en application. Créé fin 2001, EAPIC (Essais d'Aptitude Par Inter-Comparaison) a tenté de répondre à cette attente. La présente note d'information expose le fonctionnement d'EAPIC, Groupe Spécialisé du Comité Opérationnel « *Qualification - Comparaison inter-laboratoires* » (COQC) de l'IDRRIM.

EAPIC est chargé d'organiser des essais « croisés » dans le domaine des matériaux de chaussée (enrobés, matériaux traités aux liants hydrauliques, granulats, ...). Les séries d'essais permettent aux laboratoires de vérifier la qualité de leurs résultats, en les situant par rapport à des valeurs « vraies » lorsqu'elles existent, ou par rapport aux valeurs moyennes obtenues par l'ensemble des laboratoires. Des traitements statistiques mettent en évidence, le cas échéant, les valeurs qui s'écartent des résultats courants.

Seize séries ont été organisées de 2002 à 2019, dont cinq ont porté sur la détermination de la teneur en liant et l'analyse granulométrique des échantillons d'enrobés. Près de six cents participations ont été enregistrées pour l'ensemble de ces séries. Les principaux résultats de répétabilité, de reproductibilité et, éventuellement, d'écart par rapport aux valeurs « vraies » sont présentés dans les rapports de chaque série.

N° 40
FÉVRIER
2020

Sommaire

- 1 | Introduction
- 2 | Le Groupe Spécialisé EAPIC
- 3 | Organisation des séries d'essais
- 4 | Les séries EAPIC réalisées
- 5 | En pratique
- 6 | Bilan et perspectives

1 Introduction

Depuis les années 1990, la profession routière s'est orientée vers une plus grande maîtrise de l'assurance qualité.

La première étape a consisté à normaliser les essais du domaine routier et à déterminer les valeurs de fidélité (répétabilité et reproductibilité) des méthodes. La deuxième étape a été marquée par l'accréditation, l'agrément ou la certification de laboratoires routiers de plus en plus nombreux.

La troisième consiste à valider, pour des essais spécifiques, les performances des laboratoires afin qu'ils puissent démontrer à leurs clients leur fiabilité et améliorer encore la qualité de leurs résultats par des actions correctives. La méthode est fondée sur des essais d'aptitude par inter-comparaison (essais croisés). Outre cet objectif, les essais par inter-comparaison permettent également de faire progresser les méthodes d'essai, de confirmer ou d'améliorer les valeurs de reproductibilité, ainsi que d'apprécier l'efficacité de nouvelles méthodes.

Dans le domaine des infrastructures routières, des campagnes d'essais de ce type sont organisées régulièrement pour les liants hydrocarbonés, les ciments et quelques autres produits. Pour les matériaux traités aux liants hydrocarbonés ou aux liants hydrauliques, probablement à cause de la « lourdeur » de l'organisation, il n'y avait pas d'essai d'inter-comparaison de ce type, malgré une demande forte.

Le Groupe Spécialisé EAPIC (Essais d'Aptitude Par Inter-Comparaison) a été créé pour tenter de pallier cette lacune. Mis en place fin 2001, il a organisé sa première campagne d'essais en 2002. Depuis cette date, EAPIC a réalisé seize séries d'essais inter-laboratoires portant sur dix méthodes – ou groupes de méthodes – d'essais.

La présente note a pour objet de décrire la structure d'EAPIC et son fonctionnement, et de présenter la liste des séries d'essais réalisées et les modalités de participation.

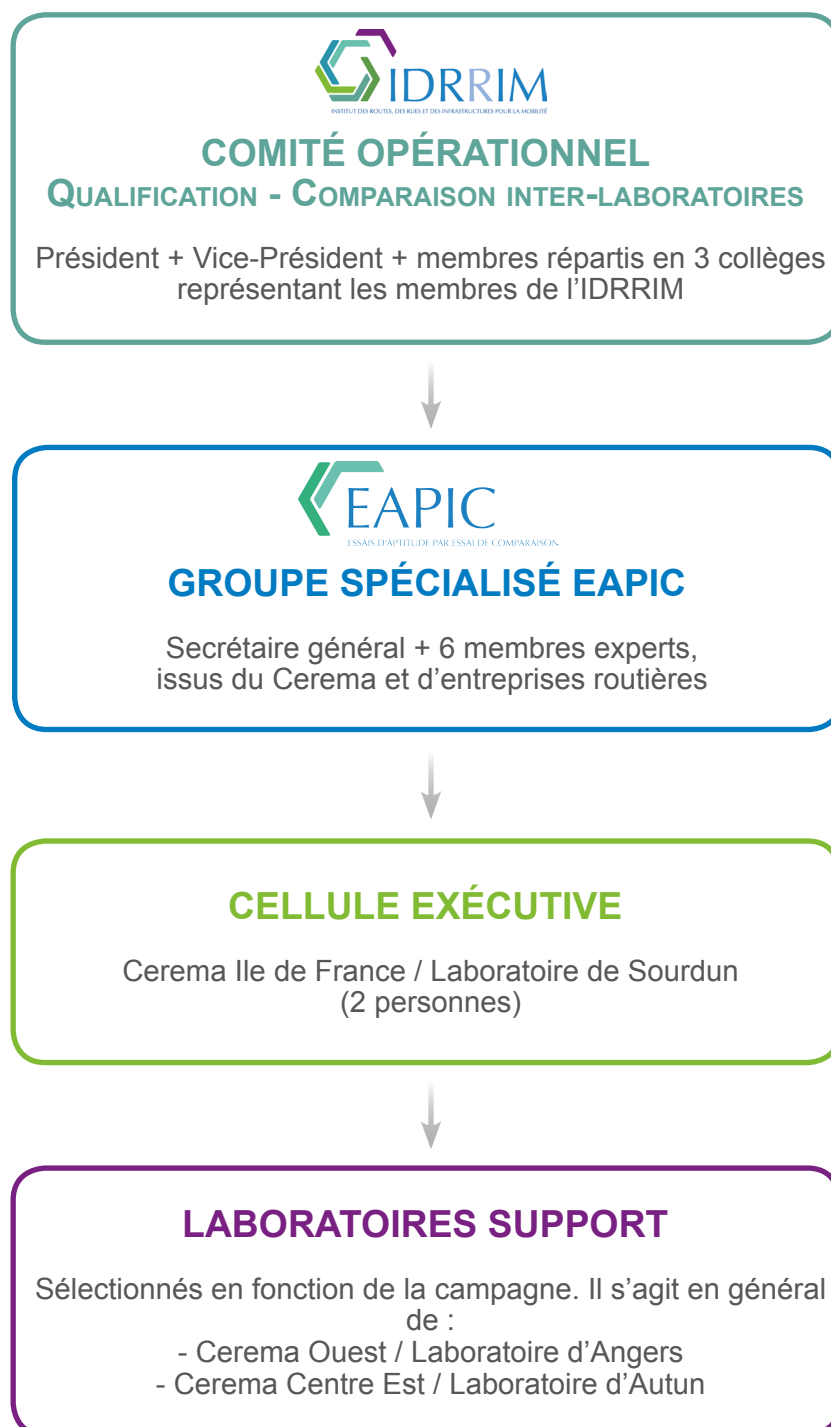
2 Le Groupe Spécialisé EAPIC

Initialement placé sous l'égide du CFTR, le Groupe Spécialisé EAPIC est depuis 2010 partie intégrante de l'IDRRIM. Il constitue l'un des Groupes Spécialisés de son Comité Opérationnel « *Qualification – Comparaison inter-laboratoires* » (COQC).

Il est composé d'experts techniques et qualiciens issus de la communauté routière publique et privée.

L'objectif de ce groupe est l'organisation d'essais d'inter-comparaison sur l'aptitude des laboratoires dans le domaine des chaussées : enrobés, matériaux traités aux liants hydrauliques.

Le Groupe Spécialisé est l'instance de décision, qui s'appuie sur une « *Cellule Exécutive* » pour l'organisation des essais. Le soutien logistique attaché à la préparation et à l'approvisionnement en matériaux ou en corps d'épreuve nécessaires à l'exécution des essais d'inter-comparaison est assuré par des « *Laboratoires Supports* », sous la responsabilité de la Cellule Exécutive.



Le Groupe Spécialisé a pour missions de choisir – après validation par le COQC – et planifier les séries d’essais, d’en superviser le déroulement, de valider les procédures d’organisation, de sélectionner les Laboratoires Supports et d’approuver et publier les résultats. Il approuve également la tarification des contributions financières pour la participation aux essais et la rémunération des différents prestataires. Son organisation est décrite dans le « *Référentiel EAPIC* » disponible sur le site IDRRIM¹. La qualité des activités du COQC est validée par une certification NF EN ISO 9001.

La Cellule Exécutive a la responsabilité de l’organisation et la coordination des séries d’essais. Elle assure le suivi de l’exécution des essais et le traitement des résultats. Elle lance l’appel à candidatures, élabore les procédures, gère l’envoi des objets à soumettre à essai, recueille les résultats, les traite et les communique à chaque participant dans le respect des règles de confidentialité.

Les Laboratoires Supports, sélectionnés par le Groupe Spécialisé, sont chargés de la constitution des stocks de matériaux, de leur préparation, de la confection maîtrisée des échantillons et corps d’épreuve, de la démonstration de leur homogénéité, de l’approvisionnement des participants aux essais d’inter-comparaison. L’action des Laboratoires Supports est menée suivant un Système Qualité et des procédures d’exécution, dont le contenu est précisé par la Cellule Exécutive et soumis à l’approbation du Groupe Spécialisé. Ils doivent être titulaires d’une accréditation COFRAC ou d’un agrément LABOROUTE ou d’une certification ISO 9001.

1 www.idrrim.com/ressources/documents/6/3154,REFERENTIEL-EAPIC-25-11-2014_valide.pdf

3 Organisation des séries d'essais

Les méthodes d'essais concernées sont les méthodes normalisées du domaine chaussées : enrobés, matériaux traités aux liants hydrauliques ou non traités, granulats. Sont exclus les essais sur bitume pour lesquels d'autres dispositions ont été déjà prises par le Bureau de Normalisation des Pétroles (BN Pé).

Le groupe donne la priorité aux essais normalisés, pour lesquels les limites de répétabilité « r » et de reproductibilité « R » sont connues ou souhaitées, qui font le plus fréquemment l'objet de valeurs spécifiées, et qui peuvent donner lieu à comparaison dans un cadre contractuel. Sont également pris en compte les souhaits exprimés par les laboratoires dans les enquêtes de satisfaction des séries précédentes, ainsi que tout autre élément contextuel (évolution technique ou matérielle, révision de norme, etc.). Le choix ainsi défini ne devient définitif qu'après validation par le COQC.

EAPIC a défini la « *campagne* » comme un type d'essai ou une famille d'essais. Les campagnes se déclinent en une ou plusieurs « *sessions* ». Chacune des sessions est classée comme une « *série* ». Ainsi, la campagne « *Teneur en liant – Granulométrie* » a fait l'objet de 5 sessions en 2002, 2003, 2007, 2011 et 2015, la campagne « *PCG* » 2 sessions en 2004 et 2016, la campagne « *PSV* » 1 session en 2010, la campagne « *Module* » 2 sessions en 2011 et 2017. En tout, EAPIC a réalisé 16 séries d'essais depuis 2002.

Sélection des participants

Un appel à candidatures est diffusé auprès des syndicats professionnels, dans le réseau technique de l'Administration, auprès des collectivités disposant d'un laboratoire routier et dans les commissions de normalisation concernées. Le laboratoire participant s'engage à respecter les délais fixés et à suivre la norme ou le mode opératoire prescrit, complétés en général par des instructions particulières.

Contrairement aux procédures en vigueur pour l'organisation d'expériences d'exactitude pour lesquelles la représentativité des laboratoires doit être assurée, les candidats sont acceptés sans tirage au sort (sauf cas exceptionnel).

Si les laboratoires participants sont trop nombreux par rapport aux contraintes d'une expérience (taille des stocks, temps de réalisation, etc.), l'expérience peut être réalisée en deux ou plusieurs sessions. La réalisation en plusieurs sessions permet d'étaler la charge de travail et d'offrir plus de souplesse aux laboratoires participants. À l'inverse, si trop peu de laboratoires participants se déclarent pour une série, celle-ci peut être annulée.

Méthode de fabrication des objets soumis à essai

Le ou les Laboratoires Supports préparent les objets à soumettre à essai en appliquant des procédures approuvées par le Groupe Spécialisé. Les quantités doivent tenir compte du nombre de laboratoires prévus, de la nature de l'essai, du nombre de répliques et des matériaux conservatoires pour servir de référence après essai d'aptitude. La difficulté majeure est de garantir l'homogénéité des échantillons et également leur stabilité dans le temps.

Des précautions sont prises le plus en amont possible pour la fourniture et la fabrication des échantillons.

L'homogénéité est contrôlée par des prélèvements et analyses sur le stock constitué selon les principes de l'annexe B de la norme NF ISO 13528, ou, à défaut, de tout autre document de référence.

Analyse des données

L'analyse des données est réalisée par la Cellule Exécutive selon des procédures documentées s'appuyant sur la norme NF ISO 5725-2. Les données sont codées pour assurer la confidentialité. Les laboratoires participants sont informés des valeurs « vraies » si elles sont connues, et leurs résultats sont situés dans un histogramme général présentant l'ensemble des résultats d'essais et les valeurs moyennes obtenues.

Conformément à la norme NF ISO 5725-2, les tests statistiques de Cochran (valeurs de dispersion intra-laboratoires aberrantes au seuil de 1 %) et de Grubbs (valeurs moyennes inter-laboratoires aberrantes au seuil de 1 %) sont appliqués aux résultats d'essai. Ils peuvent être complétés par le test de Dixon (valeurs isolées aberrantes). L'écart-type et la limite de répétabilité « r » ainsi que l'écart-type et la limite de reproductibilité « R » sont calculés pour chaque paramètre considéré, sauf en cas d'un nombre insuffisant de résultats ou de répartition non unimodale des résultats. Les tests statistiques de Mandel « h » (cohérence inter-laboratoires) détectant les valeurs de dispersion inter-laboratoire aberrantes au seuil de 1 %, et « k » (cohérence intra-laboratoires) détectant les valeurs de dispersion intra-laboratoires aberrantes au seuil de 1 %, peuvent être appliqués aux résultats d'essai.

La statistique de performance Z-score de chaque laboratoire est évaluée conformément à la NF ISO 13528.

Aucune autre interprétation n'est donnée à ce stade et le rapport de la série est établi.

Communication des résultats / Publications

L'ensemble de ces résultats est envoyé dans un rapport numéroté (campagne / session / série) à chaque participant, accompagné d'une attestation personnalisée de participation mentionnant le code confidentiel du laboratoire, ce qui lui permet de se situer sur les histogrammes.

Le rapport est ensuite mis en ligne sur le site de l'IDRRIM, rubrique EAPIC¹. Depuis 2017, une version anglaise du rapport est également mise en ligne sur le site de l'IDRRIM, dans les mois suivant la version française.

Les résultats de chaque série peuvent, le cas échéant, être transmis de manière anonyme aux commissions de normalisation concernées (France et Europe) pour fournir à leurs membres des éléments techniques, utiles lors des travaux de révision. Ils donnent également matière à la rédaction d'articles émanant de membres d'EAPIC.

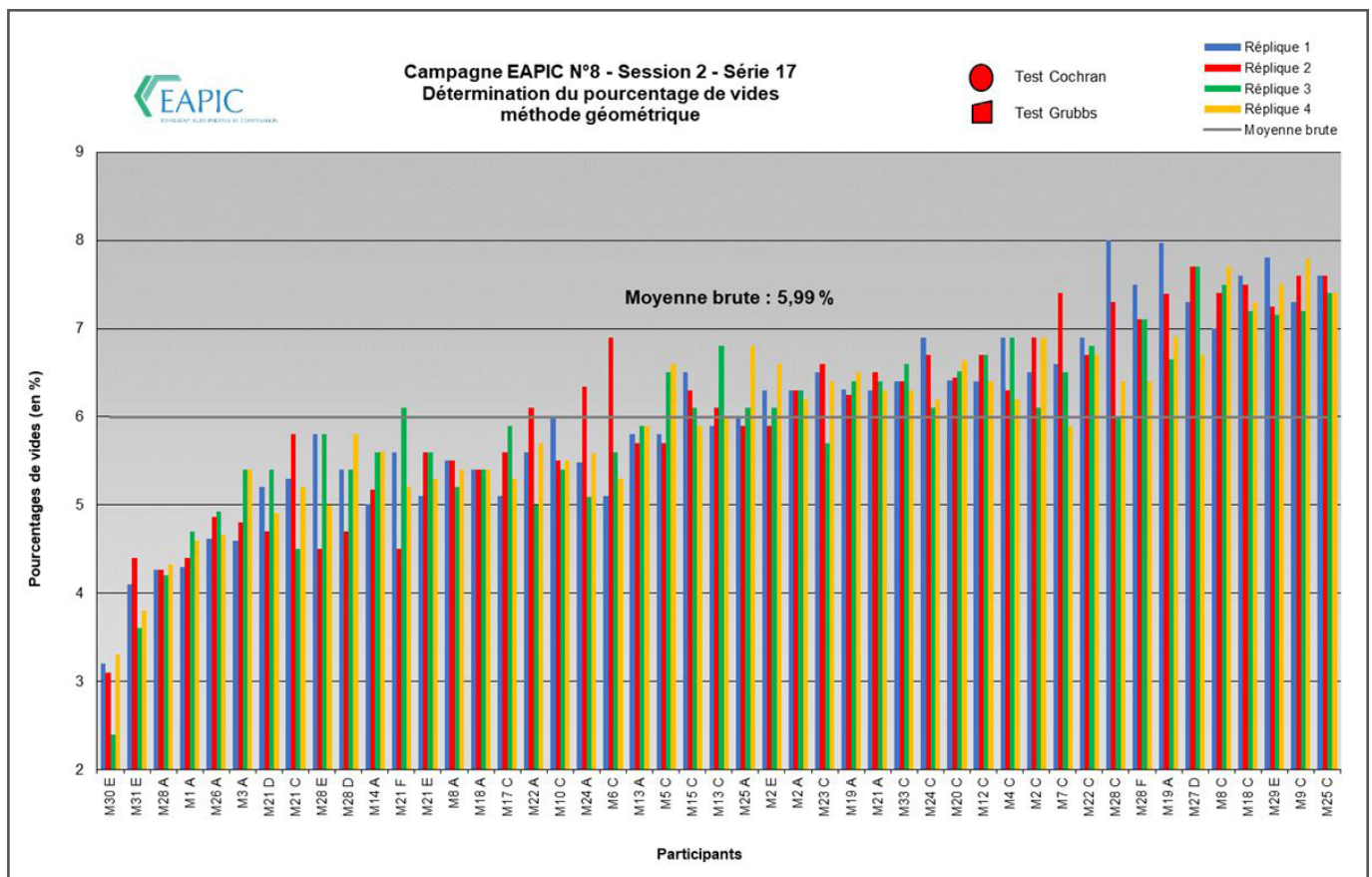


Figure 1 : Exemple d'histogramme

1 https://www.idrrim.com/comites-operationnels_groupes_travail-idrrim/IDRRIM-Comite-Qualification-Comparaison-Inter-Laboratoires/eapic/



Figure 2 : Exemple d'attestation

Les enquêtes de satisfaction

Un formulaire d'enquête de satisfaction est systématiquement adressé à tous les participants au terme de chaque série d'essai. Il porte sur les principaux aspects de la série : qualité des relations avec EAPIC, compétences techniques, organisation, qualité du rapport, respect des délais. Les souhaits pour les séries à venir peuvent également y être exprimés.

4 Les séries EAPIC réalisées

Entre 2002 et 2019, EAPIC a réalisé 16 séries différentes, portant sur 11 campagnes dont l'une a été déclinée en 5 sessions, et 2 en 2 sessions.

La liste des séries, donnée dans le tableau 1, est consultable sur le site de l'IDRRIM, rubrique EAPIC.

Tableau 1 – Liste des séries EAPIC réalisées

SÉRIE EAPIC	NATURE DE L'ESSAI PRATIQUÉ	NORME D'ESSAI	CAMPAGNE SESSION SÉRIE	NOMBRE DE PARTICIPANTS	PÉRIODE
EAPIC 1	Teneur en liant soluble d'un enrobé Granulométrie	NF EN 12697-1 NF P 18-560	1.1.1	32	Septembre 2002 Avril 2003
EAPIC 2	Teneur en liant soluble d'un enrobé Granulométrie	NF EN 12697-1 NF P 18-560	1.2.2	28	Septembre 2003 Juin 2004
EAPIC 3	MVR des enrobés Compactage à la PCG	NF EN 12697-5 NF EN 12697-31	2.1.3	29	Novembre 2004 Juin 2005
EAPIC 4	Teneur en liant soluble d'un enrobé Granulométrie	NF EN 12697-1 NF EN 12697-2	1.3.4	41	Septembre 2007 Avril 2008
EAPIC 5	Essai Los Angeles Essai Micro Deval	NF EN 1097-1 NF EN 1097-2	3.1.5	38	Avril 2007 Octobre 2007
EAPIC 6 et 7	Sans objet. Anomalie de numérotation.	Sans objet	Sans objet	Sans objet	Sans objet
EAPIC 8	Essai au bleu de méthylène Écoulement des sables	NF EN 933-9 NF EN 933-6	5.1.8	64	Avril 2008 Mars 2009
EAPIC 9	Orniérage	NF EN 12697-22	6.1.9	34	Mars 2009 Avril 2010
EAPIC 10	Teneur en liant soluble Granulométrie Récupération du liant Point de ramollissement BA Pénétrabilité	NF EN 12697-1 NF EN 12697-2 NF EN 12697-3 NF EN 1427 NF EN 1426	1.4.10	45	Janvier 2010 Octobre 2011

SÉRIE EAPIC	NATURE DE L'ESSAI PRATIQUÉ	NORME D'ESSAI	CAMPAGNE SESSION SÉRIE	NOMBRE DE PARTICIPANTS	PÉRIODE
EAPIC 11	Coefficient de polissage accéléré PSV	NF EN 1097-8	7.1.11	15 + 4 (W&S)	Janvier 2010 Septembre 2011
EAPIC 12	Module de rigidité d'un enrobé	NF EN 12697-26	8.1.12	38	Octobre 2011 Décembre 2012
EAPIC 13	Essai Proctor	NF EN 13286-2	9.1.13	42	Mars 2013 Avril 2014
EAPIC 14	Sensibilité à l'eau	NF EN 12697-12	10.1.14	34 19 méth. B 15 méth. A et B	Mars 2014 Juin 2015
EAPIC 15	Teneur en liant soluble Granulométrie Récupération du liant Point de ramollissement BA	NF EN 12697-1 NF EN 12697-2 NF EN 12697-3 NF EN 1427	1.5.15	67	Juin 2015 Juillet 2016
EAPIC 16	Compactage à la PCG	NF EN 12697-31	2.2.16	45	Juillet 2016 Octobre 2017
EAPIC 17	Module de rigidité d'un enrobé	NF EN 12697-26	8.2.17	32	Juillet 2017 Septembre 2018
EAPIC 18	Résistances et module d'un sol traité au liant hydraulique	NF EN 13286-41 NF EN 13286-42 NF EN 13286-43	11.1.18	33	Septembre 2018 Janvier 2020

Commentaires

De toutes les campagnes réalisées, celle portant sur la teneur en liant soluble et la granulométrie d'un enrobé a logiquement fait l'objet du plus grand nombre de sessions (5) et de participants (42 en moyenne, avec un maximum de 67 en 2016). Elles ont permis de fournir des valeurs de fidélité dans différentes configurations rencontrées au quotidien par les laboratoires : sur enrobés ou agrégats, avec ou sans récupération du liant, etc. Elles ont également mis en évidence l'importance prise par les machines automatiques qui, signe des temps, seront intégrées dans la version révisée – à paraître – de la norme d'essai NF EN 12697-1.

Deux autres méthodes ont déjà fait l'objet de deux sessions : « *Compactage à la PCG* » et « *Module de rigidité d'un enrobé* », permettant d'apprécier l'évolution des pratiques à plusieurs années d'écart. Suivant ces exemples, la série EAPIC 19, programmée en 2020, portera sur l'essai d'orniérage, ce qui constituera une deuxième session après celle déjà réalisée en 2009-2010.

5

En pratique

Comment participer ?

- Visiter le Site IDRRIM www.idrrim.com, puis « *Comités et Groupes de travail* » / « *Comité Qualification - Comparaison Inter-Laboratoires* », puis « *Essais d'Aptitude par Inter-Comparaison* » (EAPIC). Un lien direct vers la rubrique EAPIC apparaît en page d'accueil du site.
- Les futures sessions sont publiées au moment de l'appel de candidature dans la lettre d'information mensuelle de l'IDRRIM¹ ainsi que dans la RGRA (Revue Générale des Routes et de l'Aménagement).
- En adressant un message à l'adresse : idrrim@idrrim.com.
- En sollicitant directement la Cellule Exécutive au Cerema Île-de-France, qui tient à jour une liste de « *clients* ». Il est ainsi possible de se faire préinscrire sur cette liste pour être directement informé du lancement d'une campagne, en s'adressant à :

**Géraldine PIOT**

Tél : 01.60.52.33.77

Courriel : geraldine.piot@cerema.fr**Ciryle SOME**

Tél : 01.60.52.33.63

Courriel : ciryle.some@cerema.fr**Adresse postale :**

Cerema Île-de-France, 120 route de Paris - BP 216 SOURDUN
77487 PROVINS Cedex

Quel tarif pour participer à une série ?

Le tarif est variable selon la série. En effet, il est déterminé à partir des dépenses engagées pour la préparation des objets à soumettre à essai, la vérification de leur homogénéité, pour la logistique, pour le traitement et la publication des résultats et pour les frais de structure, ramenées au nombre de participants attendu. Le travail à la charge du Laboratoire Support et de la Cellule Exécutive est en général prépondérant dans cette équation.

À titre indicatif, lors des séries déjà réalisées, la participation a varié entre :

- 990 € H.T. pour la série 3.1.5 « *Los Angeles + Micro-Deval* », et
- 2 500 € H.T. pour la série 2.1.3 « *Presse à cisaillement giratoire - Masse volumique réelle* »

¹ S'abonner en suivant le lien : www.idrrim.com/abonnement.htm

6 Bilan et perspectives

La première campagne « *Teneur en liant – Granulométrie* », déclinée en 5 sessions, a mobilisé en tout plus de 200 laboratoires participants. Les campagnes consacrées aux granulats, Los Angeles, Micro-Deval, essai au bleu, essai d'écoulement des sables ont attiré, elles aussi, plus de cent candidats. Fin 2019, près de six cents participations ont été enregistrées pour l'ensemble des séries. C'est bien la preuve d'un intérêt important de la part de la profession.

Le grand nombre de participants par série – de 15 jusqu'à 67 – permet des exploitations statistiques représentatives.

Les rapports EAPIC se sont révélés être des outils pertinents lors des audits pour les laboratoires accrédités, agréés ou certifiés.

EAPIC a contribué à la mise en application des normes européennes et à leur validation (Masse Volumique Réelle sur mélange par exemple). La transmission anonyme des bases de données aux commissions de normalisation concernées (AFNOR : Essais Chaussées par exemple) leur fournit des informations utiles pour les révisions de normes en cours ou à venir.

Depuis 2017, la traduction des derniers rapports en anglais (compactage PCG et Module de rigidité) et la communication des résultats de certaines séries au niveau européen ont contribué à l'évolution de certaines normes d'essais européennes avec, dans certains cas, la mention des valeurs de fidélité obtenues par EAPIC.

Glossaire

« *r* » **répétabilité** : étroitesse d'accord entre des résultats d'essais indépendants obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps (NF ISO 5725-1).

« *R* » **reproductibilité** : étroitesse d'accord entre des résultats d'essais indépendants obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans différents laboratoires, avec différents opérateurs et utilisant des équipements différents (NF ISO 5725-1).

Campagne : ensemble des opérations relevant d'un même type d'essai ou d'une même famille d'essais. Une campagne est déclinée en une ou plusieurs sessions.

Session : ordre de répétition sur une campagne d'essais donnée.

Série : une série comprend le lancement d'une session, la réalisation des répliques, le recueil et le traitement des résultats.

Répliques : échantillons individuels élaborés par le Laboratoire Support et considérés comme similaires. Chaque laboratoire participant reçoit en général plusieurs répliques (3 ou 4), donnant lieu à autant de résultats ou séries de résultats.

Test de Cochran : ce test statistique, codifié dans la norme NF ISO 5725-2, permet de détecter une dispersion intra-laboratoires aberrante (seuil de 1 %) parmi la population des résultats.

Test de Grubbs : ce test statistique, codifié dans la norme NF ISO 5725-2, permet de détecter une dispersion inter-laboratoires aberrante (seuil de 1 %) parmi la population des résultats.

Test de Dixon : ce test statistique permet de détecter une valeur isolée aberrante parmi la population des résultats.

Test de Mandel : ce test statistique, codifié dans la norme NF ISO 5725-2, permet de détecter une incohérence inter-laboratoires (h) et intra-laboratoires (k) (seuils de 1 %) parmi la population des résultats.

Z-score ou score standard : ce test statistique, codifié dans la norme NF ISO 13528, permet d'évaluer la performance d'un laboratoire par désignation du nombre d'écart-types auquel il se situe (au-dessus ou en dessous) en moyenne, par rapport à la valeur moyenne obtenue par l'ensemble des laboratoires.

Valeur vraie : une valeur « vraie » est une valeur connue avec une incertitude faible. Par exemple, les fractions granulaires et la quantité de bitume des échantillons d'enrobés sont pesés très précisément et les pales de malaxage sont conservées dans les contenants pour ne pas risquer de perdre une particule de bitume. La teneur en bitume est alors considérée comme une valeur « vraie » à laquelle les valeurs mesurées peuvent être comparées.

Valeur conventionnelle : pour certaines grandeurs, les valeurs vraies n'existent pas ; c'est le cas par exemple de la masse volumique d'un matériau. La moyenne obtenue au cours de la session, après retrait des valeurs aberrantes par les tests statistiques est considérée comme la valeur conventionnelle.



La présente note a été rédigée par le groupe spécialisé EAPIC, rattaché au Comité Opérationnel « Qualification - Comparaison Inter-Laboratoires » (COQC) de l'IDRRIM.

Avertissement : La présente note est destinée à une information rapide. La contrepartie de cette rapidité est le risque d'erreur et de non exhaustivité. Ce document ne peut en aucun cas engager la responsabilité ni des auteurs, ni de l'Institut des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité.



9, rue de Berri - 75008 Paris - Tél : +33 1 44 13 32 99

www.idrrim.com - idrrim@idrrim.com

 @IDRRIM

Association loi 1901