

Cftr - info

EAPIC 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'inter-comparaison sont des outils reconnus. Ils étaient 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. EAPIC (Essai d'Aptitude Par Inter-Comparaison) a tenté de répondre à cette attente. La présente note d'information expose le fonctionnement de l'EAPIC, groupe spécialisé du comité sectoriel Qualification-Certification du CFTR. L'EAPIC est chargé d'organiser des essais « croisés » dans le domaine des matériaux de chaussée (enrobés, matériaux traités aux liants hydrauliques, granulats...). Les campagnes d'essai 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 à des valeurs conventionnelles moyennes obtenues par l'ensemble des laboratoires. Des traitements statistiques mettent en évidence, le cas échéant, des valeurs qui s'écartent des résultats courants.*

Six sessions ont été organisées parmi lesquelles la détermination de la teneur en liant et de l'analyse granulométrique des échantillons d'enrobés, qui a été répétée trois fois. Deux cents participations ont été enregistrées pour l'ensemble de ces sessions. Les principaux résultats de répétabilité, de reproductibilité et le cas échéant, d'écart par rapport aux valeurs "vraies" sont présentés.

1 - Introduction

Depuis plusieurs années, 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 répétabilité et de reproductibilité des méthodes. La deuxième étape a été marquée par la certification ou l'accréditation 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 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'essai 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 a pas d'essai d'inter-comparaison de ce type, malgré une demande forte.

Le groupe spécialisé EAPIC a tenté de pallier cette lacune. Il s'est mis en place fin 2001 et a organisé la première campagne d'essais en 2002. Depuis cette date EAPIC a réalisé les campagnes suivantes:

- Détermination de la teneur en bitume dans un enrobé selon la norme européenne et sur l'analyse granulométrique associée,
- Mesure de la masse volumique réelle d'un mélange hydrocarboné et compactage à la presse à cisaillement giratoire,
- Essais Los Angeles et Micro-Deval,
- Essai au bleu et écoulement des sables.

Cette note a pour objet de décrire la structure de l'EAPIC et son fonctionnement et de présenter une synthèse à partir d'exemples de résultats des campagnes d'essais réalisées.

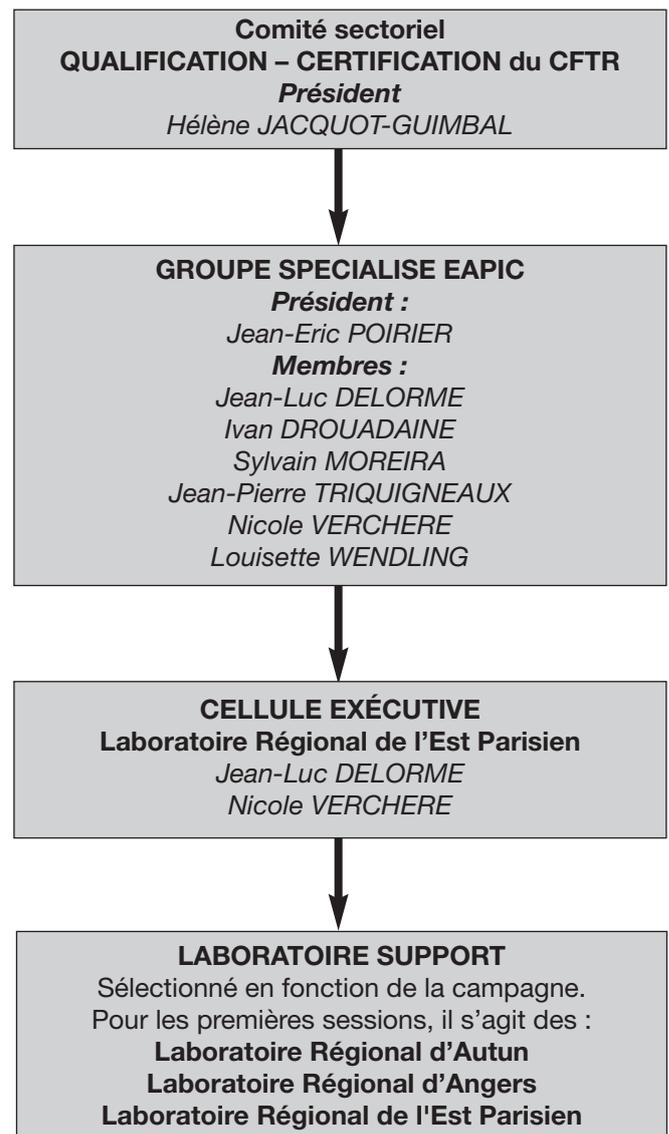
2 - Le Groupe Spécialisé E.A.P.I.C

Le groupe spécialisé "Essais d'aptitudes par inter-comparaison" est placé sous l'égide du Comité Sectoriel Qualification – Certification du CFTR.

Il est composé d'experts techniques et qualitatifs 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 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 nécessaire 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 et planifier les campagnes d'essais, d'en superviser le déroulement, de valider les procédures d'organisation, de sélectionner les laboratoires supports et d'approuver et de publier les résultats. Il approuve également la tarification des contributions financières pour la participation aux essais et de la rémunération des prestations.

La **cellule exécutive** a la responsabilité de l'organisation et la coordination des campagnes d'essais. Elle assure le suivi de l'exécution des essais et le traitement des résultats. Elle lance l'appel de candidatures, élabore des 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 de corps d'épreuve (répliques), de la démonstration de l'homogénéité, de l'approvisionnement des participants aux essais d'inter-comparaison. L'action des laboratoires supports est menée suivant un Plan d'Assurance Qualité et des procédures d'exécution dont le contenu est précisé par la cellule exécutive et qui est soumis à l'approbation du groupe spécialisé. Ils doivent être titulaire d'une accréditation COFRAC ou d'un agrément LABOROUTE ou d'une certification ISO 9000.

3 - Les campagnes 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 (Bureau de Normalisation des Pétroles) pour lesquels d'autres dispositions ont été déjà prises.

Le groupe donne la priorité aux essais normalisés, pour lesquels la répétabilité « r » et la reproductibilité « R » sont connues, qui sont le plus fréquemment utilisés en tant que valeur spécifiée et qui peuvent donner lieu à comparaison dans un cadre contractuel.

EAPIC a défini la « campagne » comme un type d'essai ou une famille d'essais. Les campagnes se déclinent en « sessions ». Chacune des sessions est classée comme une « opération ». Ainsi la campagne "Teneur en liant – Analyse granulométrique" a fait l'objet de 3 sessions en 2002, 2003 et 2007 et EAPIC a réalisé 6 opérations (3 sessions "Teneur en liant",

une session "PCG", une session "LA-MDE", une session "Essai au bleu-écoulement").

Sélection des participants

Un appel de candidatures est diffusé auprès des syndicats professionnels, dans le réseau technique 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.

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,...) 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. A l'inverse, si trop peu de laboratoires participants se déclarent pour une session, 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 ISO 13528.

Analyse des données

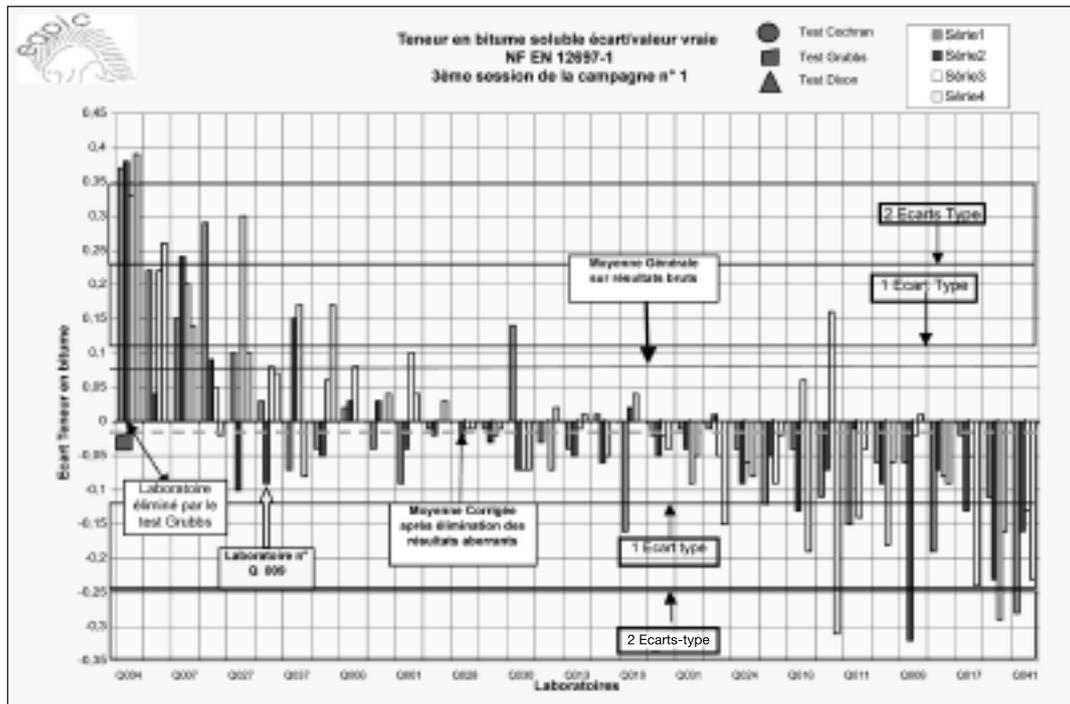
L'analyse des données est réalisée par la cellule exécutive selon des procédures documentées s'appuyant sur la norme NF ISO 5725. Les données sont codées pour assurer la confidentialité. Les laboratoires participants sont informés des valeurs « vraies », si elles sont connues, leur résultat est situé dans un histogramme général présentant l'ensemble des résultats ou les écarts entre les valeurs vraies et les valeurs moyennes obtenues.

Conformément à la norme NF ISO 5725, les tests statistiques de COCHRAN (valeurs de dispersion [intra-laboratoire] aberrantes au seuil de 1%) et de GRUBBS (valeurs moyennes [inter-laboratoires] aberrantes au seuil de 1%) sont appliqués aux résultats d'essai. Le test de DIXON permet de détecter des valeurs individuelles d'essai aberrantes. L'écart-type et la limite de répétabilité

ainsi que l'écart-type et la limite de reproductibilité sont calculés pour le paramètre considéré.

L'ensemble de ces résultats est communiqué aux participants, accompagné d'une attestation personnalisée de participation qui fait mention du code confidentiel du laboratoire qui lui permet de se situer sur les histogrammes.

Exemple d'histogramme personnalisé



Exemple d'attestation

ATTESTATION

Essais d'Appréhension Par Inter Comparaison
1ère Campagne – 3ème Session – Série n° 4

La participation du
LABORATOIRE ETUDES ROUTIERES

Pour les essais suivants :

**Teneur en liant soluble selon la norme
NF EN 12697-1 d'avril 2006
Et
Détermination de la granulométrie selon la norme
NF EN 12697-2 de juin 2003**

Réalisé sur le site :

75000 PARIS

A été enregistrée par la cellule exécutive de l'E.A.P.I.C. sous le numéro **W006**

Les résultats fournis ont été traités conformément aux procédures internes de l'E.A.P.I.C.
Les résultats complets de la session figurent dans le rapport n°1-3-004

L'attestation de participation à cette campagne d'essais a été délivrée le :

15 septembre 2008



Comité Français pour les Techniques Routières

**La Président du Comité Sectoriel
« Qualification - Certification »**

Hélène JACQUOT-GUIMBAL

Comité Français pour les Techniques Routières – Secrétariat Permanent – 10, rue Washington – 75008 PARIS

Les campagnes réalisées

Depuis 2002, EAPIC a réalisé 6 opérations différentes, portant sur 4 campagnes dont l'une a été déclinée en 3 sessions.

La liste des opérations est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1 – Liste des opérations EAPIC réalisées

Campagne	Opération n°	Essais	Norme d'essai	Session	Nombre de participants	Période de réalisation
1	1	Teneur en liant soluble Analyse granulométrique	EN 12697-1 P 18-560	EAPIC 1.1	31	Septembre 2002 à Avril 2003
	2		EN 12697-1 P 15-560	EAPIC 1.2	28	Septembre 2003 à Juin 2004
	5		EN 12697-1 EN 12697-2	EAPIC 1.3	41	Septembre 2007 à Avril 2008
2	3	Masse volumique réelle des enrobés Compactage à la presse à cisaillement giratoire	EN 12697-5 EN 12697-31	EAPIC 2.1	28	Novembre 2004 à Juin 2005
3	4	Essai Los Angeles Essai Micro-Deval	EN 1097-1 EN 1097-2	EAPIC 3.1	39	Avril 2007 à Octobre 2007
4	6	Essai au Bleu Masse volumique des sables Essai d'écoulement des sables	EN 939-9 EN 1097-6 EN 933-6	EAPIC 4.1	65 (2 sessions simultanées)	Octobre 2008 à Mai 2009

Exemple de résultats, écart, répétabilité « r » et reproductibilité « R » (évolution au cours des 3 sessions)

La campagne portant sur la détermination de la teneur en bitume et de l'analyse granulométrique a été réalisée en 3 sessions. Les résultats de ces 3 sessions sont donnés dans les tableaux 2 à 4 à titre d'exemple ; ils permettent d'observer l'évolution au cours de ces sessions.

Note : Les unités des résultats d'essai pour les teneurs en bitume et les passants aux différents tamis sont des pourcentages. L'écart de la moyenne par rapport à la valeur vraie figurant dans les tableaux, est la différence en valeur absolue entre ces pourcentages et non un écart relatif comme aurait pu faire penser l'expression en pourcentage seule. C'est pourquoi les unités des tableaux sont exprimées en « % absolus ».

Tableau 2 – Campagne 1 - Teneur en liant soluble selon EN 12697-1

	Nombre de laboratoires retenus	Écart de la moyenne par rapport à la valeur vraie % absolu	répétabilité « r » % absolu	Reproductibilité « R » % absolu
EAPIC 1.1	30	- 0,15	0,21	0,35
EAPIC 1.2	23	- 0,125	0,18	0,22
EAPIC 1.3	35	- 0,03	0,23	0,31

Tableau 3 - Campagne 1 - Analyse granulométrique EN 12697-2. Passant à 0,063 mm

	Nombre de laboratoires retenus	Écart de la moyenne par rapport à la valeur vraie % absolu	répétabilité « r » % absolu	Reproductibilité « R » % absolu
EAPIC 1.1	29	0,1	0,9	1,0
EAPIC 1.2	28	0,5	1,3	1,5
EAPIC 1.3	40	- 0,4	1,2	1,6

Tableau 4 - Campagne 1 - Analyse granulométrique EN 12697-2. Passant à 2,0 mm

	Nombre de laboratoires retenus	Écart de la moyenne par rapport à la valeur vraie % absolu	répétabilité « r » % absolu	Reproductibilité « R » % absolu
EAPIC 1.1	31	0,0	1,2	2,4
EAPIC 1.2	26	0,2	1,3	1,8
EAPIC 1.3	39	- 0,5	1,3	3,0

Tableau 5 - Campagne 1 - Analyse granulométrique EN 12697-2. Passant à 6,0 mm

	Nombre de laboratoires retenus	Écart de la moyenne par rapport à la valeur vraie % absolu	répétabilité « r » % absolu	Reproductibilité « R » % absolu
EAPIC 1.1	31	1,6	3,0	4,3
EAPIC 1.2	27	1,0	2,5	3,9
EAPIC 1.3	39	- 0,6	3,1	5,2

Commentaires

Pour la détermination des teneurs en bitume, nous avons constaté au cours des deux premières sessions que l'écart entre la valeur "vraie" (pesée des composants) et la valeur mesurée par l'analyse conduisait (en valeur absolue) à un écart moyen de 0,15 % ou de 0,125 %. Au cours de la dernière

session, cet écart s'est considérablement réduit pour être quasi nul. Aucun facteur explicatif n'apparaît avec évidence, les granulats ont la même origine, la méthode de préparation des répliques identique, réalisée par le même laboratoire support. L'origine du « décalage » constaté lors des premières expériences n'est pas expliqué pour l'instant et il conviendra d'être attentif au choix de la

nature des matériaux et à l'évolution des méthodes lors des prochaines sessions sur le sujet. Les derniers résultats montrent que l'introduction d'une valeur correctrice systématique dans les résultats d'analyse n'est pas justifiable.

Les écarts et les valeurs de répétabilité reproductibilité ne mettent pas en évidence d'évolution notable au cours des 3 sessions.

Validation de méthode

L'équivalence entre les méthodes de détermination de la teneur en bitume, explicitement décrites dans la norme telles que la dissolution à froid et la méthode par un appareil automatique a pu être démontrée grâce aux résultats EAPIC.

Les teneurs en liant entre la méthode par appareil automatique et la méthode "classique" par dissolution à froid, conduisent au même écart moyen par rapport à la "valeur vraie", la dispersion au cours de la 3ème session étant un peu plus forte que pour la méthode classique. Concernant l'analyse granulométrique, on note une légère différence sur la teneur en fines de 0,3 %, cette valeur étant plus faible par la méthode classique. L'incertitude estimée sur la valeur "vraie" de la teneur en fines ne permet pas de conclure que le résultat de l'une méthode ou l'autre en est plus proche.

Tableau 6 - Les campagnes programmées

Année	N° d'Opération EAPIC	Identification de l'essai d'aptitude Campagne session	Nature de l'essai
2009	EAPIC 8	E6.1	Orniérage
2009	EAPIC 9	E7.1	Coefficient de polissage PSV
2010	EAPIC 10	E8.1	Tenue à l'eau des enrobés
2010	EAPIC 11	E2.2	Presse à Cisaillement Giratoire
2010	EAPIC 12	E1.4	Teneur en Liant, Granulométrie

4 - En pratique

Comment participer ?

- Visiter le Site CFTR : <http://www.cftr.asso.fr/> puis "Produits" puis "Qualification-Certification" puis "EAPIC".
- Les futures sessions sont publiées au moment de l'appel de candidature dans la RGRA (Revue Générale des Routes et Aérodrômes).
- En direct : LREP la cellule exécutive maintient à jour une liste de "clients", il est possible de se faire pré-inscrire sur la liste pour être informés du lancement d'une campagne, en s'adressant à :

Jean-Luc DELORME

Tél : 01.60.56.64.53

courriel :

jean-luc.delorme@developpement-durable.gouv.fr

Nicole VERCHERE

Tél : 01.60.56.64.66

courriel :

nicole.verchere@developpement-durable.gouv.fr

Adresse postale :

LREP - 319, avenue Georges Clemenceau
BP 505 - 77015 MELUN Cedex
Fax : 01.60.56.64.01

Coût ?

Le coût est déterminé à partir des frais engagés pour la préparation des objets à soumettre à essai, pour la logistique, pour le traitement et la publication des résultats, ramené au nombre de participants attendu. Le travail à la charge du laboratoire support est en général prépondérant dans cette équation.

À titre indicatif, lors des campagnes réalisées, la participation était de l'ordre de :

- 1500 € H.T. pour la campagne "Teneur en liant-Analyse granulométrique",

- 2500 € H.T. pour la campagne "Presse à cisaillement giratoire - Masse volumique réelle"
- 990 € H.T. pour la campagne "Los Angeles + Micro-Deval".

Les enquêtes de satisfaction

Elles sont réalisées lors de chaque opération. Elles portent sur la qualité des relations avec EAPIC, les compétences techniques, l'organisation, la qualité du rapport, le respect des délais.

- La lisibilité des rapports est la remarque principale. Les histogrammes ont été personnalisés pour mieux visualiser les résultats du laboratoire, une image de la population a été ajoutée. Une nouvelle présentation est en préparation pour les prochaines sessions avec un tableau des écarts par rapport à la valeur conventionnelle.

5 - Bilan et perspectives

La première campagne "Teneur en liant – Analyse granulométrique", déclinée en 3 sessions a mobilisé une centaine de 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. C'est bien la preuve d'une attente importante de la part de la profession.

Le grand nombre de participants par session (au moins 30) permet des exploitations statistiques représentatives.

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

EAPIC a contribué à la mise en application des normes européennes et à leur validation (Masse Volumique Réelle sur mélange par exemple).

Glossaire :

« r » répétabilité : résultats obtenus sur le même objet ou un objet similaire dans les mêmes conditions de mesurage : procédure de mesure, opérateurs, système de mesure, conditions de fonctionnement, lieu, pendant une courte période de temps.

« R » reproductibilité : résultats obtenus sur le même objet ou un objet similaire dans des conditions de mesurage différentes : lieux, opérateurs, procédure de mesure, système de mesure, conditions de fonctionnement, mais pendant une courte période de temps.

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.

Opération : une opération 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 plusieurs répliques, en général 3 ou 4.

Session : opération sur une campagne d'essai donnée.

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

Test de Cochran : ce test statistique, codifié dans la norme NF ISO 5725, permet de détecter une dispersion 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.

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.

Cette note a été rédigée par Jean-Luc Delorme (LREP) avec la participation du groupe EAPIC

Document réalisé et édité par le Comité Français pour les Techniques Routières
CFTR - 10 rue Washington - 75008 PARIS - France
Téléphone : 01 44 13 32 87 – Télécopie : 01 42 25 89 99
E-mail : cftr@usirf.com - Internet : www.cftr.asso.fr

Disponible en téléchargement sur www.cftr.asso.fr

Référence du document : **RI 0901**

Avertissement : Les notes "CFTR INFO" sont destinées à donner une information rapide. La contrepartie de cette rapidité est le risque d'erreur et de non-exhaustivité. Ces documents ne peuvent en aucun cas engager la responsabilité ni des auteurs, ni du Comité Français pour les Techniques Routières.

Le présent document ne pourra être utilisé ou reproduit même partiellement sans l'autorisation du CFTR.